

Universidade de Brasília - UnB Faculdade UnB Gama - FGA Curso de Engenharia Automotiva

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UM COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA COM REFORÇO PARTICULADO CERÂMICO A BASE DE ESCÓRIA DE ALTO-FORNO A CARVÃO VEGETAL

Autor: Sérgio da Luz Daher Orientador: Emmanuel P. R. Lima

Brasília, DF 2016



SÉRGIO DA LUZ DAHER

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UM COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA COM REFORÇO PARTICULADO CERÂMICO A BASE DE ESCÓRIA DE ALTO-FORNO A CARVÃO VEGETAL

Monografia submetida ao curso de graduação em Engenharia Automotiva da Universidade de Brasília, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia Automotiva.

Orientador: Doutor Emmanuel Pacheco Rocha Lima.

Brasília, DF 2016

CIP – Catalogação Internacional da Publicação*

Daher, Sérgio da Luz.

Preparação e Caracterização de um Compósito de Matriz Metálica de com Reforço Particulado Cerâmico de Escória de Alto-Forno a Carvão Vegetal / Sérgio da Luz Daher. Brasília: UnB, 2015. 62 p. : il. ; 29,5 cm. Monografia (Graduação) – Universidade de Brasília Faculdade do Gama, Brasília, 2015. Orientação: Dr. Emmanuel Pacheco Rocha Lima.

1. Material Compósito. 2. Reforço Particulado. 3. Escória de Alto-Forno a Carvão Vegetal. I. Lima, Emmanuel Pacheco Rocha.

II. Preparação e Caracterização de um Compósito de Matriz Metálica de com Reforço Particulado Cerâmico de Escória de Alto-Forno.

CDU Classificação



PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UM COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA COM REFORÇO PARTICULADO CERÂMICO A BASE DE ESCÓRIA DE ALTO-FORNO A CARVÃO VEGETAL

Sérgio da Luz Daher

Monografia submetida como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia Automotiva da Faculdade UnB Gama - FGA, da Universidade de Brasília, em 23/03/2016 apresentada e aprovada pela banca examinadora abaixo assinada:

Prof. Dr.: Emmanuel Pacheco Rocha Lima, UnB/ FGA Orientador

> Prof. Dr.: Daniel Monteiro Rosa, UnB/ FGA Membro Convidado

Prof. Dr.: Rodrigo Arbey Muñoz Meneses, UnB/ FGA Membro Convidado 4

Brasília, DF 2016

Esse trabalho é dedicado em memória de meu falecido pai, Reinaldo Daher, que não teve a oportunidade de ver um de seus filhos tornar-se um engenheiro. Dedico também à minha mãe, Dóris Oliveira da Luz Daher que sempre me apoiou e acreditou que um dia seria possível a concretização deste sonho.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus familiares, minha mãe e meus irmãos, Dóris, André e Cesar, que sempre acreditaram em mim e me apoiaram até o fim da árdua caminhada de um curso de engenharia. Aos meus colegas e companheiros de caminhada da UnB – FGA, em especial, ao meu grande amigo e mentor, João Victor da Silva Oliveira que sempre me auxiliou tanto em aspectos acadêmicos quanto pessoais. Aos colegas de projeto: os mestrandos da UnB, Paulo e Nélio. Agradeço também a todo o pessoal do IFBA, em Salvador, que nos auxiliaram neste projeto, cedendo e nos ajudando a manusear os equipamentos do laboratório de materiais deles, especialmente o doutorando da UnB, Pedro Cunha. Também não poderia me esquecer de agradecer aos técnicos e funcionários da UnB – FGA, sempre muito prestativos, principalmente ao meu amigo e colega engenheiro em formação, Jackson Paz. Agradeço ainda, ao Professor Dr. José Antônio Coaquira do Instituto de Física da UnB que cedeu alguns equipamentos de seu laboratório e contribuiu para a concretização deste trabalho. Por último, agradeço ao meu orientador, Dr. Emmanuel Pacheco Rocha Lima, que acreditou em mim e teve a paciência de me conduzir ao conhecimento na ciência dos materiais.

RESUMO

Este trabalho de conclusão de curso tem como objetivo principal a preparação e a caracterização de um novo material compósito de matriz metálica de uma liga comercial de alumínio (AA 6061, 97,5 % de alumínio) reforçada com partículas cerâmicas de escória de alto-forno a carvão vegetal (diversos óxidos). As proporções utilizadas para a formação do compósito foram de 5%, 10%, 15%, 20% e 25% da escória cerâmica e o restante da liga de alumínio. Esse novo material compósito tem o intuito de ser um material de baixo custo com boas propriedades mecânicas e boa estabilidade térmica. Conceitualmente, o trabalho traz um estudo de materiais compósitos e de suas propriedades, assim como as especificações de seus constituintes. No âmbito da metodologia, descreve-se a produção do compósito por apenas um processo de fabricação: a metalurgia do pó. Neste processo, a liga metálica e os pós cerâmicos são moídos separadamente; misturados e conformados; e sinterizados. Descreve-se, também, a técnica por trás da execução dos ensaios mecânicos de tração e de dureza Rockwell, técnicas de caracterização microestrutural de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. Apresentam-se, também, os resultados que eram esperados das propriedades do novo material e os resultados atingidos. Por fim, algumas ideias como referências futuras para dar-se continuidade ao projeto.

Palavras-chave: Material Compósito. Matriz Metálica. Reforço Particulado Cerâmico. Escória de Alto-Forno a Carvão Vegetal.

ABSTRACT

This paper's main objective is the production and characterization of a new metal-matrix composite material of a commercial aluminum alloy (AA 6061, 97.5 % aluminum) reinforced with ceramics particles of blast furnace slag charcoal (several oxides). The composite material was made with proportions of 5%, 10%, 15%, 20% and 25% of the ceramics particles and completed with the aluminum alloy. This new composite material is intended to be a low cost material with good mechanical proprierties and good termical stability. Conceptually, it brings a study of this composite materials and its properties, as well as the specifications of its constituents. Methodologically, it describes its production by one manufacturing process: powder metallurgy. In the powder metallurgy process, the metallic alloy and the ceramics particles are ground separately; mixed up together; shaped and sintered. It also describes the techniques of tensile test and *Rockwell* hardness measurements and microstructural characterization. It also shows the expected and the actual results of the new material. Lastly, it brings some ideas as future references to improve this project.

Keywords: Composite Material. Metal-Matrix. Ceramics Particle Reinforcement. Blast Furnace Slag.

SUMÁRIO

| DE | EDICATÓRIA E AGRADECIMENTOS | |
|----------|---|----------------|
| KE SU | | |
| | STAS DE FIGURAS E TABELAS | |
| | | |
| 1. | | 13 |
| 2. | FUNDAMENTAÇÃO TEORICA | 14 |
| | 2.1. COMPOSITOS | 14 |
| | 2.2. CLASSIFICAÇAO DE MATRIZES E DE REFORÇOS | 16 |
| | 2.2.1. TIPOS DE REFORÇOS | 16 |
| | 2.2.2. TIPOS DE MATRIZES | 17 |
| | 2.3. MATRIZ E REFORÇO DO COMPÓSITO | 19 |
| | 2.3.1. A MATRIZ | 19 |
| | 2.3.1.1. ALUMÍNIO | 20 |
| | 2.3.1.2. LIGAS DE ALUMÍNIO | 20 |
| | 2.3.2. REFORÇO PARTICULADO | 21 |
| | 2.3.2.1. ESCÓRIA DE ALTO-FORNO | 21 |
| | 2.3.2.1.1. ESCÓRIA DE ALTO-FORNO A CARVÃO VEGETAL | 23 |
| | 2.3.2.1.2. PROPRIEDADES DOS COMPOSTOS DA ESCÓRIA | 23 |
| | 2.3.3. SUSTENTABILIDADE | 24 |
| | 2.4. PROCESSOS DE FABRICAÇÃO | 24 |
| | 2.4.1. METALURGIA DO PÓ | 24 |
| | 2.5. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA | 26 |
| | 2.6. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL | 29 |
| | 2.7. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA | 29 |
| 3. | MATERIAIS E MÉTODOS | 30 |
| | 3.1. MATERIAIS | 30 |
| | 3.2. METODOLOGIA | 36 |
| | 3.2.1. PROCESSOS DE FABRICACÃO | 37 |
| | 3.2.1.1. METALURGIA DO PÓ | 37 |
| | 3.2.2. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA | 43 |
| | 3.2.3. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL | |
| | 3.2.4. CARACTERIZAÇÃO OUÍMICA | |
| | 3.3 CRONOGRAMA | 46 |
| 4 | RESULTADOS | 47 |
| | 4 1 RESULTADOS ESPERADOS | 47 |
| | 4.2 RESULTADOS OBTIDOS | 47 |
| | 4.2.1 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA | 17 |
| | 422 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAI | ·····+ / 50 |
| | 4.2.2 CARACTERIZAÇÃO OLÚMICA | 50 52 |
| 5 | τ .2.5. CARACIERIZAÇAO QUIVIICA | 55 55 |
| э. 6 | DEFEDÊNCIAS RIRI IACDÁFICAS | 33 Ec |
| U. 7 | ANEVAS | 30 50 |
| 1. | ANLAUD | |

LISTA DE FIGURAS

| Figura 1: Comparativo de massas específicas em g/cm ³ , escala logarítmica | 14 |
|---|----|
| Figura 2: Comparativo de módulos de elasticidade em GPa, escala logarítmica | 15 |
| Figura 3: Comparativo de resistências à tração em MPa, escala logarítmica | 15 |
| Figura 4: Comparativo de faixas de resistências à fratura, escala logarítmica | 16 |
| Figura 5: Esquema simplificado de classificação de compósitos por reforço | 16 |
| Figura 6: Esquema de combinações para matrizes de compósitos | 17 |
| Figura 7: Tipos de reforços | 18 |
| Figura 8: Esquema de produção de ferro gusa e escória de alto-forno | 22 |
| Figura 9: Contorno de grão de alumina sinterizada | 25 |
| Figura 10: Fases da sinterização | 26 |
| Figura 11: Esquema do ensaio de tração | 27 |
| Figura 12: Liga de Alumínio em pó | 30 |
| Figura 13: Escória de alto-forno a carvão vegetal em pó | 30 |
| Figura 14: Balança de precisão. | 31 |
| Figura 15: Matriz metálica para compactação dos pós | 31 |
| Figura 16: Prensa hidráulica | 32 |
| Figura 17: Forno tubular | 32 |
| Figura 18: Laminadora | 33 |
| Figura 19: Durômetro | 33 |
| Figura 20: Lixadeira. | 34 |
| Figura 21: Alumina diluída em água | 34 |
| Figura 22: Equipamento para FRX | 35 |
| Figura 23: Microscópio Eletrônico. | 35 |
| Figura 24: Máquina para o ensaio de tração. | 36 |
| Figura 25: Esquema dos passos do processo de Metalurgia do Pó realizado | 37 |

| Figura 26: Pós de Alumínio e da Escória, respectivamente | 38 |
|---|----|
| Figura 27: pesagem dos pós | 38 |
| Figura 28: Compactação dos pós | 39 |
| Figura 29: Amostra sinterizada por 4 horas | 41 |
| Figura 30: Amostra sinterizada por 5 horas | 41 |
| Figura 31: Processo de laminação | 42 |
| Figura 32: 10 pontos onde o ensaio de dureza foi realizado em cada peça | 43 |
| Figura 33: Ensaio de dureza <i>Rockwell F</i> | 44 |
| Figura 34: Ensaio de tração sendo realizado. | 44 |
| Figura 35: Amostra seccionada para metalografia. | 45 |
| Figura 36: Preparação para o ensaio de FRX | 46 |
| Figura 37: Distribuição do pó da escória | 51 |
| Figura 38: Tamanho de partícula do pó de alumínio | 51 |
| Figura 39: Tamanho de partícula da escória. | 52 |
| Figura 40: Contorno de grão da amostra 15% - C | 52 |
| Figura 41: Imagem de microscopia óptica. | 53 |

LISTA DE TABELAS

| Tabela 1: Tipos de reforços e matrizes mais comuns nos MMC (adaptada). | 19 |
|--|----|
| Tabela 2: Composições e propriedades de alguns MMC reforçados com fibras | 19 |
| Tabela 3: Teores da composição química da escória de alto-forno a carvão vegetal | 23 |
| Tabela 4: Teores em massa a serem utilizados na produção do material | 37 |
| Tabela 5: Densidade das amostras antes da segunda sinterização | 47 |
| Tabela 6: Densidade das amostras após a segunda sinterização | 48 |
| Tabela 7: Resultado do ensaio de dureza na escala Rockwell F antes da segunda sinterização. | 48 |
| Tabela 8: Resultado do ensaio de dureza na escala Rockwell F após a segunda sinterização. | 49 |
| Tabela 9: Carregamentos máximos do ensaio de tração | 49 |
| Tabela 10: Módulos de Elasticidade das amostras. | 50 |
| Tabela 11: Composição química do pó de alumínio | 53 |
| Tabela 12: Composição química do pó da escória | 54 |

1. INTRODUÇÃO

No contexto tecnológico atual, a busca por novidades e melhorias é cada dia maior, no ramo dos materiais não poderia ser diferente. Já que pode-se aplicar novos materiais em qualquer produto com o intuito de ser melhorá-lo, a pesquisa de novos materiais é comum nas mais variadas empresas de manufatura.

No mercado automobilístico de alto nível, há uma procura por novos materiais mais resistentes e mais leves. Na competição comercial dos supercarros, atualmente, as potências são bem parecidas: geradas pela motorização híbrida com motores de combustão interna de alto rendimento em conjunto com motores elétricos. Isto faz com que o peso destes veículos seja fator preponderante para o alto desempenho esperado deles. O material que vem sendo muito utilizado nestes supercarros é um compósito chamado comumente de fibra de carbono que é utilizado para substituir o aço da maior parte das carrocerias.

Portanto, pesquisas sobre materiais com propriedades cada vez melhores e com custos cada vez menores são uma realidade no desenvolvimento de produtos e consequentemente no mundo acadêmico. A fim de atingir-se tais melhorias, um experimento com materiais compósitos sintéticos é o ideal, já que a idéia da pesquisa de um novo material compósito baseia-se na tentativa de agregar as propriedades desejáveis de cada um de seus materiais constituintes.

A partir da discussão apresentada acima, decidiu-se realizar o experimento deste Trabalho de Conclusão de Curso com os seguintes objetivos principais: a criação e a investigação de um novo material compósito de matriz metálica, além de propostas para a utilização do novo material. Este compósito tenta combinar a baixa densidade de sua matriz alumínio junto com as propriedades mecânicas e a estabilidade térmica de seu reforço cerâmico. A base do compósito é de uma liga comercial de alumínio (AA 6061, com 97,5% de alumínio) enquanto o reforço é feito de particulados cerâmicos composto por diversos óxidos que provém de uma escória de alto-forno a carvão vegetal.

Neste trabalho está incluso a fundamentação teórica básica acerca de materiais compósitos e dos constuintes que foram utilizados para a formação do mesmo. Além de incluir-se a metodologia por trás da preparação e da caracterização deste material, bem como os resultados esperados e os resultados obtidos pelas caracterizações mecânicas e microestruturais do compósito pronto. Ainda apresenta-se um planejamento para referências futuras a fim de dar-se continuidade ao projeto.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A fundamentação teórica deste trabalho consiste em: conceitos básicos dos materiais compósitos e algumas classificações; composições e propriedades da matriz e do reforço que utilizou-se para a produção do compósito; conceitos do processo de fabricação envolvido na produção do material compósito em foco; justificativa da escolha dos materiais para matriz e reforço do compósito; e conceitos envolvidos nos ensaios para a caracterização mecânica e microestrutural do compósito.

2.1. COMPÓSITOS

Segundo [2] Callister, os materiais compósitos começaram a ser tratados como uma classe nova de materiais no século XX, com a fabricação de compósitos multifásicos como os polímeros reforçados com fibras de vidro. Embora materiais multifásicos já fossem conhecidos há muito tempo, tais como a madeira, tijolos de argila e até mesmo o aço, não havia tal diferenciação.

Tendo em vista a possibilidade da produção de compósitos multifásicos com o intuito de combinar suas propriedades individuais e atingir um meio termo desejável, vê-se um crescimento considerável na utilização de tal tipo de material nas últimas décadas. Então, pode-se dizer que um material compósito é um material multifásico que exibe uma proporção significativa de cada um de seus constituintes, a fim de obter-se a combinação de propriedades desejadas. Tal combinação depende, principalmente, da interação entre seus constituintes e das propriedades dos mesmos.

A seguir, algumas figuras com gráficos que comparam algumas dessas propriedades dos materiais compósitos com os demais grupos comuns de materiais. Na Figura 1, tem-se a comparação das massas específicas de metais, cerâmicas, polímeros e compósitos.



Figura 1: Comparativo de massas específicas em g/cm³, escala logarítmica. Fonte: [2] Callister, p. 6

Ao analisar a Figura 1, observa-se que os materiais compósitos têm uma faixa de massas específicas parecidas com os polímeros ou até mais baixas, entre 0,3 e 3 g/cm³. Isto caracteriza valores parecidos com os metais e cerâmicos de baixa densidade ou até mais valores baixos que eles.

Na Figura 2, tem-se a comparação dos módulos de elasticidade de metais, cerâmicas, polímeros e compósitos.



Figura 2: Comparativo de módulos de elasticidade em GPa, escala logarítmica. Fonte: [2] Callister, p. 6.

Ao analisar a Figura 2, percebe-se que boa parte da faixa de módulos de elasticade dos materiais compósitos abrange mesmos valores de metais e cerâmicas que são os materiais com módulos de elasticidade altos.

Na Figura 3, tem-se a comparação da resistência à tração de metais, cerâmicas, polímeros e compósitos.



Figura 3: Comparativo de resistências à tração em MPa, escala logarítmica. Fonte: [2] Callister, p. 6.

Ao analisar a Figura 3, percebe-se que a maior faixa de resistências a tração é a dos materiais compósitos, mostrando que eles podem ser bem abrangentes em relação a aplicabilidade. Também, pode-se observar que além da faixa ser grande, ela possui valores tão altos como o dos metais e cerâmicas mais resistentes mostrando que haver substituição destes materiais pelos materiais compósitos, facilmente.

Na Figura 4, tem-se as faixas de resistência à fratura de metais, cerâmicas, polímeros e compósitos.



Figura 4: Comparativo de faixas de resistências à fratura, escala logarítmica. Fonte: [2] Callister, p. 7.

Diante da Figura 4, pode-se observar mais uma vez que as propriedades dos materiais compósitos são muito abrangentes. A faixa de resistências à fratura também possui valores tão altos quanto metais bem resistentes.

Segundo [2] Callister, os compósitos produzidos artificialmente são compostos por duas fases principais: a matriz e o reforço. A matriz é a parte maior que envolve o reforço que apenas ajuda a melhorar as propriedades da matriz. Além das propriedades dos compósitos serem função destas duas fases, as quantidades relativas e a geometria da fase dispersa também as influenciam. Essa geometria da fase dispersa citada é na verdade a forma, o tamanho e a distribuição dessas partículas.

2.2. CLASSIFICAÇÃO DE MATRIZES E DE REFORÇOS

Acompanhando o raciocínio do tópico anterior, neste tópico serão discutidos alguns tipos de compósitos, de matrizes e de reforços.

2.2.1. TIPOS DE REFORÇOS

Primeiramente, será apresentada a classificação dos compósitos por tipos de reforços. A seguir, a Figura 5 traz um esquema simplificado da classificação dos compósitos.



Figura 5: Esquema simplificado de classificação de compósitos por reforço. Fonte: [2] Callister, p. 537. Na fabricação do compósito foco do trabalho, será utilizado somente o reforço por partículas. A seguir, uma explicação deste tipo de reforço:

- Reforçado com Partículas

Segundo [2] Callister, este grupo de compósitos é subdividido por reforçado com partículas grandes e reforçado por dispersão. A dirença entre eles é dada pela forma como as partículas interagem com a matriz. Quando se diz que são partículas grandes, quer dizer que as interações partícula-matriz não podem ser tratadas ao nível atômico ou molecular. Assim como neste trabalho, na maioria desses compósitos a fase particulada é mais dura e mais rígida que a matriz. Sendo assim, a matriz transfere a tensão aplicada e ela para as partículas. Um resultado positivo proveniente desta mistura depende da interação formada entre a matriz e as partículas.

Já que utiliza-se o termo reforçado por dispersão quando os diâmetros das partículas estão entre 10 e 100 nm, esse não é o caso. A confirmação desta afirmação será mostrada juntamente com a microscopia eletrônica da escória que será mostrada no tópico da metodologia.

2.2.2. TIPOS DE MATRIZES

Agora, serão apresentados os principais tipos de matrizes dos compósitos: compósitos com matriz polimérica, PMC; compósitos com matriz cerâmica, CMC; e compósitos com matriz metálica, MMC. A seguir, a Figura 6 esquematiza algumas das possíveis combinações e em seguida, uma explicação de cada tipo segundo [1] Mourisco:



Figura 6: Esquema de combinações para matrizes de compósitos. Fonte: [1] Mourisco.

- PMC (Polymer-Matrix Composites)

Os compósitos com matriz polimérica tem ampla amplicação pela facilidade em sua fabricação, baixa densidade e boa resistência mecânica.

Os reforços mais usados nos PMC são as fibras longas e curtas e as mais conhecidas são: fibras de carbono, fibras de vidro, fibras e *whiskers* (filetes alongados e dispersos) de

SiC, fibras de alumina, fibras de aramida (Nylon, Kevlar, etc), fibras de boro, nitreto de silício e fibras de borosilicatos (fibra de boro revestida de SiC). A seguir, a Figura 7 traz uma ilustração dos tipos de reforços comentados acima:



Os processos de fabricação destes compósitos são via extrusão da mistura resinareforço, injeção da resina numa pré-forma ou por compressão em matriz fechada onde os reforos já estão presentes.

- CMC (Ceramic-Matrix Composite)

Os compósitos com matriz cerâmica são facilmente achados na construção civil. O concreto armado, nada mais é que uma matriz de silicato reforçada por partículas, as pedras, e fibras metálicas, o vergalhão. O principal problema dos CMC aparecem mesmo à temperatura ambiente, a fragilidade por: impactos ou outras solicitações mecânicas, a alta sensibilidade a choques térmicos e a baixa condutibilidade térmica. Porém, quando utilizados adequadamente não apresentam os problemas citados.

Os principais tipos de reforços são as fibras cerâmicas longas e curtas de carbeto de silício, alumina e silicatos de boro, carbeto de silício, zircônia, óxidos de magnésio, dentre outros. Processos de fabricação que são utilizados geralmente: a metalurgia do pó (compactação e sinterização) ou deposição química por vácuo.

- MMC (Metal-Matrix Composite)

Esse foi o tipo de compósito utilizado no trabalho. Os compósitos com matriz metálica tem uma matriz formada por um metal com baixa densidade para que juntamente com as partículas, geralmente cerâmicas, obtenha-se um material leve e resistente. As propriedades da fase dispersa que se deseja que tenha valores altos são: módulo de elasticidade; limite de resistência à tração; temperatura de fusão; e compatibilidade com a matriz. Além disso, deseja-se também que se tenham baixo custo e coeficiente de expansão térmica.

Os reforços mais comuns deste tipo de compósito são os *whiskers*, fibras (curtas e longas) e partículas cerâmicas. Como dito anteriormente, a finalidade disto é combinar propriedades como elevado módulo de elasticidade e eleveda dureza do disperso cerâmico com as ligas metálicas que apresentam baixa densidade, alta ductilidade, tenacidade e conformabilidade gerando um material leve e resistente. Dentre os dispersos cerâmicos usualmente utilizados estão: Carbeto de Silício; Grafite; Alumina; Óxido de Titânio; Diboreto de Titânio.

Já a matriz geralmente é formada por ligas dos seguintes metais: Alumínio (Al); Titânio (Ti); Níquel (Ni); Magnésio (Mg); e Cobre (Cu). A seguir, a Tabela 1 associa reforços, suas forma e os metais que geralmente se usa nas matrizes:

| REFORÇO | FORMA | MATRIZ | |
|-------------------------------|--|----------------|--|
| Alumina | Fibras contínuas e descontínuas | AI, Mg | |
| Carbeto de Silício | Fibras contínuas, whiskers, partículas | Al, Mg, Ti, Cu | |
| Boro | Boro Fibras contínuas | | |
| Carbeto de Boro | Partículas | AI, Mg, Cu | |
| Grafite Fibras contínuas | | AI, Mg, Cu | |
| Carbeto de Titânio Partículas | | Ti, Cu | |
| Nióbio-Titânio Fios | | Си | |
| Tungstênio | Tungstênio Fios | | |

Tabela 1: Tipos de reforços e matrizes mais comuns nos MMC (adaptada). Fonte: [1] Mourisco.

Os projetos que incorporam esses compósitos permitem temperaturas de operação mais elevadas e melhores propriedades mecânicas do que seus metais base. A seguir, a Tabela 2 mostra alguns exemplos comuns de MMC com suas composições e suas propriedades:

Tabela 2: Composições e propriedades de alguns MMC reforçados com fibras. Fonte: Callister, p. 443.

| Fibra | Matriz | Teor de Fibras (%v) | Massa Específica (g/cm³) | Módulo de Elasticidade Longitudinal (GPa) | Limite de Resistência à Tralção Longitudinal (Mpa) |
|---------|----------|---------------------------|--------------------------------|--|--|
| Carbono | 6061 Al | 41 | 2,44 | 320 | 620 |
| Boro | 6061 Al | 48 | - | 207 | 1515 |
| SiC | 6061 Al | 50 | 2,93 | 230 | 1480 |
| Alumina | 380,0 Al | 24 | - | 120 | 340 |
| Carbono | AZ31 Mg | 38 | 1,83 | 300 | 510 |
| Borsic | Ti | 45 | 3,68 | 220 | 1270 |

2.3. MATRIZ E REFORÇO DO COMPÓSITO

Este tópico mostrará detalhes da composição tanto da matriz como do reforço particulado do compósito em foco. Além disso, mostrará também as propriedades dos materiais que levaram a sua escolha na tentativa de otimizar o produto final.

2.3.1. MATRIZ

Como visto nas Tabelas 1 e 2, o alumínio é frequentemente utilizado como matriz dos materiais compósitos de matriz metálica, o foco do trabalho. A matriz que se usou é feita de uma liga de alumínio comercial, 97,5 % de alumínio, também chamada de AA 6061. A seguir, serão apresentadas as propriedades do elemento em si e de suas ligas para justificar a escolha deste material.

2.3.1.1. ALUMÍNIO

Segundo [3] Lima, 2002, o alumínio é o mais importante dos metais não ferrosos. O desenvolvimento das técnicas de seus processos de fabricação permite que o produto final tenha um baixo custo e fácil produção. As razões pelas quais o alumínio é tão importante são sua versatilidade e sua grande combinação de propriedades, tais como o seu baixo peso específico, alta resistência à corrosão, boa condutibilidade térmica e elétrica, além de poder ser facilmente trabalhado em qualquer forma.

A seguir, apresentam-se as principais características do alumínio segundo [4] Moreira:

- Peso específico: 2,7 g/cm³. Esse valor é aproximadamente um terço do peso específico do aço;

- Excelente condutividade elétrica e térmica, cerca de 50% a 60% dos valores do Cobre;

- Excelente resistência à corrosão atmosférica, em meio aquoso, óleos e diversos produtos solventes;

- Ductibilidade elevada permitindo conformação de componentes com elevadas taxas de deformação;

- Não é ferromagnético;

- Não é tóxico ao ser humano;

- Baixa resistência mecânica, cerca de 90 Mpa. Porém, facilmente aumentada por meio de alguns mecanismos: endurecimentos por solução sólida; endurecimento por dispersão de partículas; ou encruamento.

Segundo [4] Moreira, a obtenção do alumínio metálico é dada pela redução eletrolítica da alumina (óxido de alumínio, Al₂O₃) dissolvida em criolita líquida. Esse processo é chamado de Hall-Herolut e foi desenvolvido em 1886. A seguir, serão mostradas as aplicações e porcentagens da utilização do alumínio na sociedade moderna, segundo Moreira:

- Embalagens para alimentos e medicamentos – 34%;

- Indústria automobilística e de transportes – 21%;

- Construção civil 17%;
- Cabos e componentes elétricos 9%;
- Bens duráveis 8%;
- Indústria de equipamentos e maquinaria 7%;

- Outros -4%.

Essa diversidade de aplicações depende não só da composição química das ligas metálicas, mas principalmente das transformações microestruturais que essas ligas sofrem durante os tratamentos térmicos e termomecânicos realizados.

2.3.1.2. LIGAS DE ALUMÍNIO

Segundo [3] Lima, a indústria do alumínio, geralmente, produz suas ligas em linhas de lingotamento contínuo, para daí serem processadas termomecanicamente. Para a produção de chapas, o lingote, após a homogeneização, é laminado numa seqüência de passes que requer, muitas vezes, vários tratamentos intermediários. Segundo [4] Moreira, os principais elementos de liga das ligas de alumínio incluem combinações dos seguintes elementos:

- Cobre (Cu);

- Magnésio (Mg);

- Silício (Si);
- Manganês (Mn);
- Zinco (Zn).

Segundo [4] Moreira, as ligas de alumínio podem ser dividas em dois grupos: as ligas conformadas e as ligas fundidas. As ligas conformadas são as destinadas a fabricação de produtos semi-acabados, como placas e chapas, barras e arames, perfis extrudados e componentes forjados. Já as ligas fundidas são as destinadas a fabricação de componentes fundidos.

Estes dois tipos podem ser subdivididos em outros dois: ligas não-tratáveis e ligas tratáveis termicamente. As ligas não-tratáveis não são endurecidas por meio de tratamento térmico. Já as ligas tratáveis termicamente são endurecidas por meio de tratamentos térmicos. Ressalta-se que esse tratamento térmico citado anteriormente é qualquer operação de aquecimento ou resfriamento realizada para modificar as propriedades mecânicas, estrutura metalúrgica ou estado de tensões internas da liga. Nas ligas de alumínio, especificamente, o tratamento térmico é restrito a operações específicas utilizadas para aumentar a resistência e dureza de ligas endurecíveis por precipitação.

2.3.2. REFORÇO PARTICULADO

Como dito anteriormente, o reforço particulado é adicionado à liga de alumínio para melhorar suas propriedades mecânicas e sua estabilidade térmica. Para tal, deve-se ponderar a composição, a granulometria e a porcentagem do reforço particulado para que se atinjam os resultados esperados.

Com o intuito de se melhorar as propriedades mecânicas e a estabilidade térmica da liga comercial de alumínio, AA 6061, que será utilizada como matriz do compósito, foi utilizado apenas um tipo de reforço. Ele é proveniente de escória de alto-forno a carvão vegetal, formado por material cerâmico composto por variados óxidos. A seguir, o detalhamento deste tipo de material que será utilizado como reforço.

2.3.2.1. ESCÓRIA DE ALTO-FORNO

Para a preparação deste compósito, utilizou-se a escória de alto-forno a carvão vegetal. Os testes para obtenção das composições foram feitos pelo laboratório da Gusa Nordeste, Açailândia - MA, em Maio de 2014. No entanto, foram refeitos no IFBA em Salvador e serão apresentados nos resultados.

Segundo a [5] Gusa Nordeste, altos-fornos são unidades industriais de fabricação de ferro gusa que é utilizada na produção de ligas de ferro e de aço. Nos altos-fornos, ocorre a redução dos óxidos contidos nos minérios de ferro e se separam as impurezas que os acompanham. As escórias se formam pela fusão dessas impurezas juntamente com a adição de fundentes (calcário e dolomita) e as cinzas da combustão, carvão vegetal ou mineral. A escória fundida é uma massa que, por sua insolubilidade e menor densidade, sobrenada no Ferro Gusa e é conduzida por canais, até o lugar de resfriamento. Esse resfriamento das escórias pode ser feitos de duas maneiras: resfriada ao ar ou cristalizada; e resfriada com água ou granulada.

Quando cristalizada, as escórias são vazadas em estado em pátios apropriados, onde são resfriadas ao ar. Por ser um processo lento, os seus componentes formam distintas fases cristalinas, e com isto não adquirem poder de aglomerante hidráulico. Essa escória recebe o nome de escória bruta de alto-forno, podendo ser britada ou utilizada como material inerte em diversas aplicações, substiruindo materiais pétreos.

No entanto, se granulada, a escória líquida é transportada para os granuladores, que são equipamentos onde ela é resfriada bruscamente por meio de jatos de água sob alta pressão. Não havendo tempo suficiente para a formação de cristais, essa escória se granula "vitrificando" e recebe o nome de escória granulada de alto-forno. Essa escória devido ao seu grande potencial hidráulico (endurecer, após moída, quando em contato com a água), tem um mercado amplo para esse produto, principalmente para cimenteiras e concreteiras, onde a escória granulada de alto-forno pode ser moída e utilizada na fabricação do cimento e concreto.

A escória de alto-forno, atualmente, tem algumas aplicações além das citadas: fabricação de argila; adição no concreto para melhoria de suas propriedades mecânicas; aterro/terraplanagem; bases de estradas e asfalto; algumas aplicações especiais como lastro ferroviário, isolamento, filtros; dentre outras.

A escória de alto-forno é produzida no alto-forno que produz ferro gusa, na proporção de 200 a 300 Kg de escória por tonelada de ferro gusa. A seguir, a Figura 8 mostra esquematicamente o funcionamento da produção de ferro gusa e da escória formada em alto-forno e o coque pode ser substituído por carvão vegetal:



Figura 8: Esquema de produção de ferro gusa e escória de alto-forno. Fonte: [6] Thomaz.

Sendo assim, fica claro que este trabalho traz a concepção de mais uma aplicação para tal tipo de escória de alto-forno. A seguir, alguns dados dessas escórias e as influências de sua composição no produto final.

2.3.2.1.1. ESCÓRIA DE ALTO-FORNO A CARVÃO VEGETAL

Como dito no tópico anterior, a composição desse tipo de escória é formada, predominantemente, por óxidos. A seguir, a Tabela 3 apresenta as composições químicas e as quantidades percentuais em massa da escória:

| Composição Química | Quantidade | | | |
|--------------------------------|------------|--|--|--|
| SiO ₂ | 40% | | | |
| Al ₂ O ₃ | 18% | | | |
| CaO | 31% | | | |
| MgO | 5% | | | |
| MnO | 3,5% | | | |
| FeO | 1% | | | |
| TiO ₂ | 0,9% | | | |
| SO ₂ | 0,6% | | | |

Tabela 3: Teores da composição química da escória de alto-forno a carvão vegetal. Fonte: [5] Gusa Nordeste.

Verifica-se que os óxidos de Silício, Cálcio e Alumínio são abundantes nessa escória; enquanto os óxidos de Magnésio, Manganês e Ferro estão com uma participação média em sua composição química; e por sua vez, os óxidos de Titânio e Enxofre são escassos.

2.3.2.1.2. PROPRIEDADES DOS COMPOSTOS DA ESCÓRIA

Como verificado anteriormente, os compostos da escória são formados, predominantemente, por óxidos. A seguir, serão mostradas as propriedades de alguns desses compostos da escória, além de suas influências sobre as propriedades do compósito, segundo [7] Vieira Jr:

- Al2O3

O óxido de alumínio, também chamado de alumina, apresenta elevada resistência mecânica e química, além de alta dureza e um alto ponto de fusão. Esse material cerâmico é usado com sucesso no desenvolvimento de compósitos por aumentar a resistência mecânica e a tenacidade em fratura dos materiais;

- TiO

O óxido de titânio ou titânia é um material não tóxico, apresenta elevada estabilidade térmica e de custo baixo. Esse material apresenta melhora nas propriedades mecânicas e outras aplicações não relevantes no caso do compósito em foco;

- SiO2

O dióxido de silício ou sílica traz melhoramento em termos de estabilidade térmica na indústria de vidros e afins, então espera-se o mesmo de um reforço desse material em um compósito;

- SO2 e S

O dióxido de enxofre e o sulfeto, como a maioria dos compostos sulfurosos, trazem um grau de impureza e toxicidade indesejáveis a um material.

2.3.3. SUSTENTABILIDADE

O material compósito em foco no trabalho é feito com uma matriz metálica de uma liga de alumínio para que se possa aproveitar, principalmente, suas propriedades mecânicas gerais, suas propriedades térmicas de metal e sua baixa densidade, é claro.

Já o reforço do compósito é um aglomerado de resíduos siderúrgicos da produção de Ferro Gusa em Alto-Forno. Essa escória é um lixo industrial, isso faz com que o custo da matéria-prima do compósito seja baixo. Então, o custo final do material compósito está mais associado ao preço da liga de alumínio e aos processos de fabricação e tratamentos tanto da matriz como do reforço.

2.4. PROCESSOS DE FABRICAÇÃO

Para a preparação deste compósito, escolheu-se um processo de fabricação pela disponibilidade do maquinário para produzir o material. Esse processo de fabricação foi a metalurgia do pó. Neste tópico, será mostrado em detalhes como esse processo funciona e de que modo ele influencia nas propriedades do produto final.

2.4.1. METALURGIA DO PÓ

Segundo [8,23] Kalpakjian e Groover, a metalurgia do pó é um processo de fabricação que utiliza de pressão e calor, sob rígido controle, de pós metálicos para que se adquiram uma geometria específica pré-estabelecida sem que ocorra a fusão dos metais base. O processo é indicado para metais com baixa ductibilidade e/ou com pontos de fusão elevados, pois ele se mostra mais rápido que os demais processos de fabricação. Além disso, ele pode ser dividido em algumas etapas que serão mostradas ordenadamente e explicadas, a seguir:

- Obtenção dos pós metálicos:

Após a escolha do metal, obtém-se os pós metálicos por meio de moagem, pulverização ou um processo eletrolítico. A moagem em moinho de bolas, esferas de metal com dureza elevada; a atomização trata-se de uma pulverização do metal fundido que se solidifica formando o pó; e a eletrolítica é a precipitação eletrolítica de soluções. Geram-se partículas entre 0,1 e 400 mícrons, então deve-se fazer um peneiramento sequencial dos pós para a fim de obter-se apenas pós da granulometria desejada. Após a obtenção dos pós metálicos, eles são misturados nos teores de massa desejados por meio de moinhos de bola ou misturadores de pá.

- Conformação dos pós:

Segundo [9] German, existem vários processos para realizar-se a conformação dos pós, tais quais: compactação, extrusão, dentre ourtos. O principal é a compatação com uma que gera o produto no formato desejado. Utiliza-se uma matriz metálica altamente resistente preenchida com a mistura de pós e aplica-se uma pressão alta, previamente estabelecidas, por meio de uma prensa hidraúlica.

- Sinterização:

Segundo [9] German, é o tratamento térmico necessário para as peças conformadas. Ela faz com que ocorra a recristalização do material, o crescimento de grãos e, principalmente, a união de contornos de grãos de partículas metálicas vizinhas. Isto faz com que as propriedades mecânicas do material sejam melhoradas.

A seguir, como exemplo, a Figura 9 mostra uma imagem de microscópio do contorno de grão de alumina sinterizada. Vê-se grãos de tamanhos e formatos variados e pouca porosidade, representada pela escura entre os grãos.



Figura 9: Contorno de grão de alumina sinterizada. Fonte: [9] German, p. 17.

No entanto, o processo de sinterização pode ser dividido em dois grandes grupos: sem o auxílio de pressão; e com o auxílio de pressão. Ainda dentro destes grandes grupos, dividese em sinterização sólida e sinterização com fase líquida. Porém, na produção do material foco deste trabalho, o processo utilizado é a sinterização por fase sólida com fases mistas: compósitos.

A sinterização, geralmente, se evidencia acima de 50 % da temperatura do ponto fusão do metal base. Obviamente, nunca deve-se ultrapassar o ponto de fusão do metal base e o forno deve possuir uma atmosfera protetora composta por algum gás inerte, geralmente Nitrogênio ou Argônio. Durante esse tratamento térmico, o material metálico sofre difusão no contorno de grão das partículas cerâmicas dispersas, reduzindo os poros. Além da diminuição na porosidade, observa-se uma melhoria em sua integridade mecânica.

Além disso, a sinterização é um processo que muda a agregação das partículas do material, então deve-se manter uma determinada temperatura por um determinado espaço de tempo até que ela seja finalizada.

Durante a sinterização, os grãos apenas juntos pela conformação passam a se ligar formando um "empescoçamento" que é o estágio inicial. Durante o estárgio intermediário, as ligações chamadas de "pescoços" crescem de forma a tentar preencher os espaços vazios (poros). Já no estágio final, os grãos estão com seu crescimento máximo, altamente deformados de seus estados iniciais, e os poros estão menores possíveis. A diminuição dos poros traz melhorias às propriedades mecânicas, porém o crescimento de grão demasiado traz o decréscimo de algumas propriedades mecânicas.

A seguir, a Figura 10 mostra essas fases da sinterização: na esquerda em cima, os grãos conformados; na direita em cima, o estágio inicial; na esquerda embaixo, o estágio intermediário; e na direita embaixo, o estágio final.



Figura 10: Fases da sinterização. Fonte: [9] German, p. 13.

Segundo [10] Gomes, a oxidação dos metais e alto grau de porosidade são problemas comuns na conformação. No intuito de se minimizar a oxidação, pode-se usar uma atmosfera inerte durante os processos. Além disso, deve-se fazer uma melhoria no acabamento da peça e redução na porosidade: a laminação a quente. Este último processo ocorre logo após a retirada da peça do processo de sinterização, quando a peça ainda está quente e maleável.

2.5. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Neste tópico, se discutirá as seguintes características mecânicas que poderão ser analisadas no produto final: o módulo de elasticidade; a resistência mecânica; o alongamento; a dureza; a microdureza; e a fratura. Os ensaios mecânicos que serão realizados também serão discutidos. A seguir, cada uma das propriedades mecânicas será esclarecida:

- Medidas e Pesagem

No intuito de se verificar a diminuição da porosidade após a sinterização, as amostras devem ser medidas e pesadas para o cálculo da densidade do produto final.

- Ensaio de Tração

O ensaio de tração trará os resultados de resistência mecânica a tração, módulo de elasticidade e alongamento do material. Essas propriedades são de interesse, pois são as propriedades mecânicas que são facilmente medidas a partir de um só ensaio mecânico e espera-se que sejam melhoradas. A questão é analisar o quanto tais propriedades melhoraram em relação a liga de alumínio comercial utilizada como matriz do material compósito. O ensaio de tração utilizará a norma [11] ABNT NBR 6152 : 2002 e seu corpo de prova seguirá a norma [12] ASTM E8/E8M – 09.

Segundo a norma, o ensaio consiste em solicitar o corpo de prova com esforço de tração, geralmente até a ruptura, com o propósito de se determinar uma ou mais das propriedades mecânicas citadas a seguir: módulo de elasticidade; alongamento; e resistência à tração.

Segundo [13] Beer, já que se tem a tensão gerada pela máquina que faz o ensaio de tração e a deformação é medida em forma de alongamento, o módulo de elasticidade pode ser calculado pela Lei de Hooke: o módulo de elasticidade é igual a tensão sobre deformação. A seguir a Figura 11 esquematiza um corpo de prova submetido a uma carga de tração:



Figura 11: Esquema do ensaio de tração. Fonte: [14] Lopes.

- Alongamento

Segundo [14] Lopes, o alongamento é resultado da carga aplicada no ensaio de tração e pode ser representado no gráfico tensão x deformação, a deformação é que o representa. No entanto, as características reveladas nesse tipo de ensaio são depentes do tamanho da amostra, ou seja, quanto maior a área de seção reta do corpo de prova, maior a carga para produzir o mesmo alongamento. Utiliza-se a normalização da carga e do alongamento de acordo com os seus parâmetros, para minimizar os fatores geométricos.

- Módulo de Elasticidade

Segundo [1] Mourisco, o módulo de elasticidade é o que mede a rigidez de um material. Por sua vez, a rigidez é a capacidade do material resistir a deformações em regime elástico. Em materiais isotrópicos, ele pode ser medido pela lei de Hooke ao se aplicar uma tração e medir-se sua deformação. Além disso, o módulo de elasticidade é uma característica do material que depende do tipo de ligação química no material, temperatura e pressão. Já que um compósito é um material polifásico, o módulo de elasticidade é uma composição dos módulos da matriz e do material de reforço.

Conceito primordial para os materiais compósitos é a regra da mistura que pode ser aplicada ao Módulo de Elasticidade dos materiais constituintes do compósito. Trata-se do somatório das propriedades multiplicadas pelo seu volume, mostrado na Eq. (1):

$$E_c = E_m V_m + E_f V_f \tag{1}$$

Onde:

- E_c é o Módulo de Elasticidade do compósito;
- E_m é o Módulo de Elasticidade da matriz;
- V_m é o Volume da matriz;
- E_f é o Módulo de Elasticidade da fase dispersa;
- V_f é o Volume da fase dispersa.

- Resistência Mecânica

Segundo [1] Mourisco, o aumento da resistência mecânica em compósitos de matriz metálica reforçado por partículas se dá principalmente por dois mecanismos: aumento da resistência do material, devido a diferença de coeficiente de expansão térmica entre matriz e reforço; e aumento da resistência devido a tensão resultante da resistência que as partículas impõem a movimentação de discordâncias. A resistência mecânica é medida através da coleta de vários resultados em um ensaio de tração normalizado.

- Fratura

Segundo [1] Mourisco, os compósitos com matriz metálica podem responder de duas formas a tensão de escoamento: a transferência de carga da matriz para o reforço, elevando a tensão hidrostática da matriz; ou o desenvolvimento de danos microestruturais que podem ser na forma de ruptura da partícula do reforço, ou uma decoesão da interface matriz-reforço. No caso do compósito estudado, ocorre a ruptura de partículas por representar baixas frações volumétricas do produto.

- Ensaio de Dureza

Segundo [14] Lopes, a dureza é a resistência que um material apresenta ao risco ou a formação de uma marca permanente, quando pressionado por outro material ou marcadores padronizados. De acordo com [15] Mitutoyo, o ensaio de dureza recomendado para o alumínio e suas ligas é o chamado *Rockwell*. Tal ensaio traz uma vantagem no seu modo de ser realizado, rompe-se a rigidez elástica do material com uma pré-carga antes da carga final ser aplicada. O ensaio gera uma pequena identação ao ser realizado.

- Microdureza

O ensaio de microdureza *Vickers* seguirá a norma [16] ABNT NBR 14155 : 2005. Esse ensaio traz algumas vantagens: é aplicável a todos os materiais metálicos, de qualquer dureza, muito finos, pequenos e irregulares; é indicado para o levantamento de curvas de profundidade de tratamentos superficiais como têmpera e cementação; a escala de dureza é contínua; as impressões deixadas no material são extremamente pequenas; a deformação do penetrador é nula; oferece grande precisão de medidas. No entanto, o maquinário para o ensaio é mais caro que os de outros ensaios de dureza.

Ele produz uma impressão microscópica e se utiliza de penetradores de diamante e cargas de menos que 1 Kgf. Os ensaios de microdureza requerem uma preparação cuidadosa do corpo de prova, sendo recomendável o polimento com pano de 1 micrômetro e embutimento da amostra em baquelite.

2.6. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Segundo [17] Mora, a caracterização microestrutural de um material está intimamente relacionada com as propriedades do mesmo. Os materiais metálicos são predominantemente

cristalinos e na caracterização da microestrutura interessa determinar fases presentes, contornos de grãos e defeitos cristalinos.

Uma caracterização microestrutural desejável envolve a determinação da estrutura cristalina, composição química, quantidade, tamanho, forma e distribuição das fases. A determinação da natureza, quantidade (densidade) e distribuição dos defeitos cristalinos também é, em muitos casos, necessária. Além disso, a orientação preferencial das fases (textura e microtextura) e a diferença de orientação entre elas também tem estreita relação com o comportamento dos materiais. As espécies presentes na microestrutura apresentam características bastante diferenciadas e exigem um número relativamente grande de técnicas complementares para a sua caracterização.

A determinação da estrutura cristalina normalmente envolve a utilização de técnicas de difração, tais como difração de raios-X, elétrons ou nêutrons. A composição química das fases e micro-regiões pode ser estudada com uma dezena de técnicas, sendo que as mais utilizadas são análises de raios-X por comprimentos de onda ou por dispersão de energia, espectroscopia de elétrons Auger e microssonda iônica utilizando espectroscopia de massas. A quantidade, tamanho, morfologia e distribuição das fases e defeitos cristalinos são estudados com auxílio de microscopia óptica (MO), eletrônica de varredura (MEV), eletrônica de transmissão (MET). Além das técnicas diretas mencionadas acima, existem dezenas de técnicas indiretas tais como dureza e resistividade elétrica, que são medidas de propriedades dos materiais sensíveis as modificações microestruturais dos mesmos.

Essas técnicas de miscroscopia são complementares, cada uma delas tem seu campo específico de aplicação. No entanto, cada uma se destaca de algum modo. A seguir, a relevância da MO e da MEV serão explicadas:

- A microscopia óptica permite a análise de grandes áreas em curto espaço de tempo, além de ser de utilização simples, rápida e pouco dispendiosa;

- A microscopia elêtronica de varredura, por apresentar excelente profundidade de foco, permite a análise com grandes aumentos de superfícies irregulares, como superfícies de fratura;

Segundo [3] Lima, a caracterização microestrutural é feita após o tratamento térmico e os ensaios mecânicos. A caracterização microestrutural envolve várias etapas, tais como: embutimento; lixamento, polimento, ataque químico e análises em microscopias ótica e eletrônica de varredura.

2.7. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

Neste tópico será discutido a forma utilizada para realizar-se a caracterização química dos componentes do material compósito em foco. O método utilizado para tal foi o FRX, a espectroscopia por fluorescência de raios-X.

Segundo [18] Ferretti, trata-se de uma técnica que permite a identificação, não destrutiva, dos materiais componentes de um objeto, como também o estudo de sua proveniência e tecnologias de fabricação.

O princípio físico por traz da FRX nada mais é que a indução de transições eletrônicas entre orbitais mais internos dos átomos utilizando radiações eletromagnéticas de energia adequada, raios-X e raios gama. As transições provocam emissões de radiações com energia característica, tornando-se capaz de identificar os elementos químicos do objeto.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Nessa parte do trabalho, haverá informações sobre os materiais serão utilizados na execução do projeto. Esta também trará toda a metodologia envolvida nos processos de fabricação e na caracterização, tanto mecânica quanto microestrutural.

3.1. MATERIAIS

Como já mencionado nos tópicos anteriores, os materiais para a preparação do material compósito são: uma liga de alumínio de 97,5 % (AA 6061); uma Escória de Alto-Forno a carvão vegetal. A granulometria da escória e do alumínio foram iguais: passante em 200 *mesh*, ou seja, foram peneirados em uma peneira com abertura de 0,074 mm. Esse reforço foi adicionado à liga metálica em cinco diferentes concentrações que serão mostradas no próximo tópico. Tais definições não são arbitrárias e sim de caráter econômico, pois os materiais para a preparação do novo compósito serão cedidos por empresas privadas que tem interesse no estudo.

A seguir a lista de materiais e maquinário utilizados no projeto:

- Liga de Alumínio (AA 6061) em pó passante em peneira de 200 *mesh*. A seguir, a Figura 12 mostra o pó;



Figura 12: Liga de Alumínio em pó.

- Escória de alto-forno a carvão vegetal em pó passante em peneira de 200 *mesh*. A seguir, a Figura 13 mostra o pó e sua composição na embalagem;



Figura 13: Escória de alto-forno a carvão vegetal em pó.

- Balança de precisão SHIMADZU, modelo AUY220. A seguir, a Figura 14 mostra a balança;



Figura 14: Balança de precisão.

- Matriz metálica composta por três partes feitas sob medida. A seguir, a Figura 15 mostra suas partes;



Figura 15: Matriz metálica para compactação dos pós.

- Massa desmoldante;

- Prensa hidráulica mecânica com compressor, marca *HIDRAUMON* – modelo *PH200*. A seguir, a Figura 16 mostra a prensa;



Figura 16: Prensa hidráulica.

- Forno tubular resistivo com atmosfera protetora de gás nitrogênio, marca *CARBOLITE* – modelo *CTF 12/65/550*. A seguir, a Figura 17 mostra o forno;



Figura 17: Forno tubular.

- Laminadora – marca *MÁQUINAS COELHO*, modelo *LE200*. A seguir, a Figura 18 mostra a laminadora;



Figura 18: Laminadora.

- Paquímetro Pantec, 0-200 mm, fundo de escala 0,05 mm;

- Micrômetro Digimess 0-50 mm, fundo de escala 0,01 mm;

- Durômetro da marca *MITUTOYO* – modelo *DUROTWIN-D PLUS*. A seguir, a Figura 19 mostra o durômetro;



Figura 19: Durômetro.

- Lixadeira - marca PANTEC, modelo POLIPAN 2D. A seguir, a Figura 20 mostra a lixadeira;



Figura 20: Lixadeira.

- Lixas D'Água marca 3M de granulometrias 120, 320, 600 e 1200;
- Pano Auto-Adesivo para Polimento Metalográfico, marca AROTEC;
- Solução de Alumina Aquosa AROTEC de 1 mícron. A seguir, a Figura 21 mostra a alumina;



Figura 21: Alumina diluída em água.

- Equipamento para FRX, Espectroscopia por Fluorescência de Raios-X, da marca *BRUKER*, modelo *S2 RANGER XFLASH TECHNOLOGY*. A seguir, a Figura 22 mostra o equipamento;



Figura 22: Equipamento para FRX.

- Microscópio Eletrônico da marca *TESCAN* - modelo *VEGA 3 LMU*. A seguir, a Figura 23 mostra a ;



Figura 23: Microscópio Eletrônico.

- Ácido Reagente KELLER: 2 mL de HF (ácido fluorídrico); 3 mL de HCl (ácido clorídrico);
5 mL de HNO₃ (ácido nítrico); 190 mL de água;

- Microscópio Óptico para Metalografia acoplado ao *Microhardness Tester FM-700* de ensaio de microdureza *Vickers* da marca *Future-Tech*;

- Câmera Digital CANON, modelo EOS T5.

- Máquina para ensaio de tração da marca *INSTRON*, modelo 8801. A seguir, a Figura 24 mostra a máquina.



Figura 24: Máquina para o ensaio de tração.

3.2. METODOLOGIA

Neste tópico, tratam-se as particularidades na produção do material compósito, bem como a metodologia por trás do processo de fabricação, tratamentos anteriores e posteriores da matriz, do reforço e do produto final. Também traz a parte experimental das caracterizações.

Estes métodos e técnicas mencionados não foram escolhidos ao acaso, e sim por disponibilidade do maquinário necessário para que fossem executados.

A fim de se obter resultados satisfatórios e conclusivos, foram feitos corpos de prova, prontos para serem submetidos aos ensaios mecânicos. Esses corpos de prova do material compósito têm diferentes teores em massa de escória. Além disso, também foram feitos corpos de prova somente do alumínio como fator comparativo. A seguir, a Tabela 4 mostra as seis combinações de 0% a 25% de escória que foram utilizadas:

| Amostras | Teor (% em massa) |
|----------|-------------------|
| Alumínio | 100 |
| Escória | 5 |
| Escória | 10 |
| Escória | 15 |
| Escória | 20 |
| Escória | 25 |

Tabela 4: Teores em massa a serem utilizados na produção do material.

A seguir, serão mostrados os passos para a fabricação do material compósito, no entanto a descrição do maquinário utilizado só serão apresentadas após a verificação da disponibilidade dos mesmos. Também serão apresentados os motivos pelos algumas das caracterizações apresentadas na parte teórica foram deixadas de lado.

3.2.1. PROCESSO DE FABRICAÇÃO

O processo de fabricação que foi utilizado é o de metalurgia do pó. Esse processo foi escolhido pela disponibilidade do maquinário e dificuldade ao se tentar fundir o alumínio sem que o mesmo oxidasse.

A seguir, os passos que foram seguidas na produção do material compósito pelo processo de fabricação citado, assim como os tratamentos tanto anteriores quanto posteriores necessários para atingir o nível de qualidade que se esperava do novo material compósito.

3.2.1.2. METALURGIA DO PÓ

Neste tópico, será descrito o que foi feito e os motivos para tal, seguindo o experimento semelhante de [1] Mourisco e fazendo as adaptações necessárias para este projeto. A seguir, a Figura 25 mostra um fluxograma com os passos sequenciais do processo de metalurgia do pó, bem como a preparação do material anterior a esse processo de fabricação e seus tratamentos posteriores para que o material fique como desejado. Em seguida, um esquema literal explicando cada um dos passos de forma clara e objetiva e em seguida uma explicação mais descritiva dos passos e dos preparativos para cada um deles.



Figura 25: Esquema dos passos do processo de Metalurgia do Pó realizado.

- Aquisição dos pós:

O pó de liga de alumínio, AA 6061, foi adquirido comercialmente, já o pó de escória de alto-forno a carvão vegetal foi adquirida por meio de uma doação de uma empresa siderúrgica, a Gusa Nordeste. A seguir, a Figura 26 mostra os pós.



Figura 26: Pós de Alumínio e da Escória, respectivamente.

- Pesagem dos pós:

Realizou-se a pesagem dos pós, separadamente, em uma balança de precisão para que pudesse realizar-se a mistura nas devidas proporções desejadas. A seguir, a Figura 27 mostra a a pesagem.



Figura 27: pesagem dos pós.

- Mistura dos pós:

Os pós já foram adquiridos na mesma granulometria: passante em 200 *mesh* (0,074 mm). A mistura do pó da liga de alumínio com o pó cerâmico foi feita nos teores em massa desejados. Para obter-se tais teores, necessitou-se de uma balança de precisão e para misturar os pós, então realizou-se agitação mecânica convencional durante 10 minutos.

- Conformação:

Utilizou-se 40 gramas da mistura dos pós para a conformação. O processo foi feito por meio de uma matriz metálica, juntamente com uma massa desmoldante para que a pressão não deixasse as peças presas entre si. A matriz é capaz de produzir corpos de prova em formato prismático quadrangular regular de face lateral 90 x 12 mm. Para tal, utilizou-se uma prensa com uma pressão de compactação de aproximadamente 60 ton. A seguir, a Figura 28 mostra o processo de compactação;



Figura 28: Compactação dos pós.

- Sinterização:

Seguindo as orientações de [22] Brito, a sinterização foi feita em um forno tubular com atmosfera protetora de gás nitrogênio para que não ocorresse oxidação na superfície do material.

Na primeira sinterização, a temperatura de pico utilizada foi de 550° C a uma taxa de 10° C/min. No entanto, segundo a literatura específica, o tempo de sinterização de compósitos de alumínio varia de 30 a 120 min. Porém, ao testar-se os tempos de sinterização de 2, 3, 4 e 5 horas. A seguir, as Figuras 29, 30, 31 e 32 mostram o aspecto de cada uma das amostras com tempos de sinterização diferentes:



Figura 29: Amostra sinterizada por 2 horas.



Figura 30: Amostra sinterizada por 3 horas.



Figura 29: Amostra sinterizada por 4 horas.



Figura 30: Amostra sinterizada por 5 horas.

Observando-se as figuras acima, nota-se visualmente que a consistência das amostras sinterizadas melhora em função do tempo de sinterização reafirmando a teoria explicitada na parte teórica dos estágios da sinterização. Nota-se que a amostra de 2 horas, mostrada na Figura 27, tem a face interna com aspecto sedimentar, o que caracteriza a falta de ligações entre as partículas. Enquanto isso, as amostras de 3 e 4 horas, mostradas nas Figuras 28 e 29 respectivamente, apesar mostrarem uma melhor consistência, não ficaram com oacabamento desejável. Já a amostra de 5 horas, mostrada na Figura 30, ficou visivelmente melhor, visualmente ela apresenta mais consistência e melhor acabamento tanto internamente como externamente. Então, decidiu-se sinterizar as peças por 5 horas e apenas retirá-las do forno quando a temperatura atingisse 450° C, como indicado na literatura.

- Laminação:

O processo de laminação a quente reduziu aproximadamente 5% da espessura das amostras, pois a laminadora não tinha marcação apropriada para que se houvesse precisão nas medidas. Esta redução teve a finalidade de reduzir sua porosidade e uniformizar a superfície. A seguir, a Figura 33 mostra o processo.



Figura 31: Processo de laminação.

- Testes

Após todas estas etapas, ocorreram alguns problemas, muitas peças apresentaram trincas e e/ou quebraram por conta da fragilidade do produto final impossibilitando que os corpos de prova fossem usinados para o formato desejável dos ensaios mecânicos. A fim de um teste rápido e inicial, realizou-se ensaios de dureza *Rockwell* nas peças já que é um ensaio pouco invasivo. Os resultados foram baixos, não satisfatórios. As tabelas com os resultados obtidos serão apresentados e discutidos posteriormente.

- Resinterização

Suspeitando-se que a sinterização não teria dado certo por causa dos resultados do ensaio de dureza e até mesmo pela aparência das peças, tentou-se sinterizar novamente com temperaturas mais elevadas. Desta vez, testou-se temperaturas mais altas com a mesma taxa de aquecimento e se escolheu 625° C como a temperatura de sinterização. Porém, desta vez tentou-se controlar melhor o tempo das etapas de sinterização. Ao atingir-se 625° C; esperou-se 30 min para a temperatura estabilizar; 3 horas de sinterização; 30 min de resfriamento antes de abrir o forno; por fim, deixou-se as amostras resfriarem no laboratório fora do forno.

No entanto, mais uma vez, o resultado não foi positivo. A fragilidade e trincas ainda estavam aparentes, então decidiu-se seguir com os corpos de prova como estavam para os ensaios de caracterização possíveis neste estado. O resultado final foi: 16 corpos de prova inteiros no formato gerado pela matriz metálica com cerca de 9 cm de comprimento e faces quadradas nas bases com cerca de 10 a 13 mm. As medidas exatas serão apresentadas posteriormente.

3.2.2. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Neste tópico, serão mostrados quais os ensaios mecânicos serão feitos para a caracterização das propriedades mecânicas que devem melhorar por causa do reforço particulado. A norma [12] ASTM E8/E8M – 2009 traz o desenho técnico juntamente com as medidas do corpo de prova que deveriam ser utilizadas nos ensaios. No entanto, não foi possível a usinagem dos corpos de prova por conta da fragilidade apresentada pelo material enfatizada no tópico anterior.

Além da caracterização da geometria das amostras e da suas pesagens, os ensaios que seriam realizados: o de tração para que se possa medir a resistência à tração, módulo de elasticidade e alongamento do material; dureza *Rockwell*; e o de microdureza *Vickers*. Porém, sem o formato do corpo de prova para o ensaio de tração, o ensaio não foi feito. Além disso, o equipamento de microdureza estava em manutenção, então decidiu-se seguir apenas com a com o ensaio de dureza.

As larguras transversais das amostras foram medidas por meio de um micrômetro e o comprimento longitudinal foi medido com o auxílio de um paquímetro. Já que as larguras estavam discrepantes ao longo da peça, mediu-se em três pontos diferentes: no ponto médio do comprimento e próximo a cada uma das extremidades. Então, utilizou-se a média dos valores para se calcular o volume de cada uma das peças.

Como discutido na fundamentação teórica, segundo [15] Mitutoyo o ensaio de dureza *Rockwell* seria o mais indicidado para o alumínio e suas ligas. No entanto, esse ensaio é subdivido em várias escalas dependendo da dureza estimada do material. No caso do material foco do trabalho, a escala a ser utilizada deveria ser B ou F. Após alguns testes iniciais, constatou-se que a *Rockwell F* era a escala a ser usada. A escala de dureza *Rockwell F* utiliza um penetrador com ponta esférica de 1/16", 10 Kgf de pré-carga e 60 Kgf de carga

Seguindo as instruções de [15] Mitutoyo, realizou-se os ensaios iniciais após a primeira sinterização. Do mesmo modo, realizou-se 10 ensaios em cada um dos 16 corpos de prova finais para chegar a alguma conclusão sobre o material em foco. Ambos os resultados serão apresentados no tópico dos resultados mais adiante neste documento. A seguir, a Figura 34 ilustra os pontos onde foram realizados os ensaios de dureza.



Figura 32: 10 pontos onde o ensaio de dureza foi realizado em cada peça.

Os pontos onde se realizou os ensaios estão deslocados centro da peça pela simples razão de não deixar a peça entrar em balaço involuntário durante a realização do ensaio, já que o comprimento da peça é maior que o suporte de realização do ensaio. A seguir, a Figura 35 enfatiza tal afirmação:



Figura 33: Ensaio de dureza Rockwell F.

Por fim, resolveu-se realizar, como teste, um ensaio de tração na amostra com a que obteve o melhor resultado do ensaio de dureza. Além deste teste, realizou-se o mesmo ensaio em uma amostra com 100 % de alumínio para que fossem comparadas. Os ensaios foram feitos diretamente nos corpos de prova com o formato que foram produzidos. Utilizou-se a máquina *INSTRON 8801* para tal. O ensaio foi feito na amostra C com 15 % de escória e na amostra B com 100 % de alumínio. Ainda com o auxílio da teoria de tensões mostrada pelo [13] Beer, realizou-se alguns cálculos a fim de obter-se uma aproximação dos módulos de elasticidade dos materiais. Os resultados serão apresentados e discutidos posteriormente. A seguir, a Figura 36 mostra o ensaio sendo realizado.



Figura 34: Ensaio de tração sendo realizado.

3.2.3. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A fim de se verificar o contorno de grão e distribuição das partículas com o intuito de se estudar a influência destes parâmetros nas propriedades mecânicas foi feita a caracterização microestrutural dos pós antes do início do processo de fabricação.

Primeiramente, antes do início do processo de fabricação, o microscópio eletrônico foi preparado para cada um dos pós de acordo tipo de interação do aparelho com tipo de material. No caso, o aparelho foi configurado para examinar metais e depois para examinar materiais cerâmicos. Os resultados obtidos serão apresentados no tópico dos resultados.

Após o produto final estar pronto, seguiu-se as recomendações de [19, 20] Baptísta e Coutinho para o estudo da metalografia por meio de microscopia óptica. No entanto, viu-se necessária a mudança de reagente para tal análise, pois não se pode observar claramente o cotorno de grão. Seguindo as instruções da norma americana para análise microestrutural de metais, a [21] E407-07, e utilizando-se a mistura de ácidos conhecida como reagente *Keller* para ligas de alumínio, obteu-se resultados satisfatórios.

As seguintes etapas foram seguidas apenas na face interior de um pedaço pequeno da amostra, seccionada como mostrado na Figura 37, que se obteve maior valor de dureza segundo os ensaios anteriores. Utilizou-se de uma lixadeira rotativa com lixas d'água de granulometrias 120, 320, 600 e 1200 a fim de uniformizar a superfície da amostra; as lixas foram utilizadas em ordem crescente. Então, realizou-se um polimento com um pano auto-adesivo para polimento metalográfico com o auxílio de uma solução de alumina aquosa na mesma lixadeira rotativa. Por fim, a amostra foi atacada quimicamente com uma mistura de ácidos chamada de reagente *Keller*, por cerca de um minuto, para que se enxergasse o cotorno de grão do material em um microscópio óptico. Os resultados obtidos serão mostrados no tópico dos resultados.



Figura 35: Amostra seccionada para metalografia.

3.2.4. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

Como visto na parte teórica, a caracterização química deve ser feito com o uso do aparelho de espectroscopia por fluorescência de raios-X, FRX. Foram coletadas algumas amostras dos pós separadamente para certificar-se das composições químicas dos componentes do material compósito. A seguir, a Figura 38 mostra as pequenas bandejas utilizadas na preparação do processo.



Figura 36: Preparação para o ensaio de FRX.

Em cada ensaio, a máquina foi calibrada de uma forma diferente, para metais ou para óxidos. Os resultados serão apresentados junto com os outros resultados, no tópico dos resultados.

3.3. CRONOGRAMA

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi dividido em duas fases: o planejamento e a execução. Durante o segundo semestre de 2014, o planejamento do projeto foi concluído e durante o ano inteiro de 2015, o projeto foi executado.

O planejamento foi finalizado em Novembro de 2014. A aquisição dos materiais só foi realizada no mês de Julho de 2015. Entre Setembro e Novembro de 2015 ocorreu a produção do material em forma de vários corpos de prova com a finalidade da validação dos ensaios mecânicos. Em Janeiro e Fevereiro de 2016 foi feita a caracterização do novo material exposta neste documento. Por fim, houve a análise dos resultados.

A aquisição dos pós, compactação, sinterização e laminação foram realizadas no IFBA em Salvador – BA por meio de uma parceria com o doutorando da UnB, Pedro Cunha, que cedeu o maquinário disponível em seu laboratório. Já as caracterizações do material foram realizadas na UnB - FGA no Gama, Brasília – DF.

4. RESULTADOS

Como dito no tópico anterior, os resultados apenas serão obtidos no primeiro semestre de 2015. Porém, serão apresentados, com base neste estudo e planejamento, os resultados esperados no projeto da preparação e caracterização deste novo material compósito.

4.1. RESULTADOS ESPERADOS

Esperava-se que o novo compósito, que melhorasse as propriedades mecânicas e a estabilidade térmica da liga de alumínio comercial utilizada como base (matriz do compósito). Ou seja, esperava-se que os resultados dos ensaios mecânicos mostrassem que a resistência mecânica, o módulo de elasticidade e a dureza tivessem valores maiores do que os da liga de alumínio comercial. Já que o alumínio é muito dúctil, esperava-se também que o teor de partículas cerâmicas usado na produção não fragilizesse o material como um todo, facilmente.

Apesar do acabamento e da homogeneidade do compósito conformado serem bons, o grau de porosidade tende a ser alto. No entanto, ele poderia ser minimizado pela laminação a quente pós-sinterização que tenderia a eliminar esses poros fazendo com que o compósito conformado por metalurgia do pó obtivesse baixa porosidade e boas propriedades mecânicas.

Na teoria, o novo material compósito produzido deveria ter ótimas propriedades, mas devido aos mais variados problemas, os resultados obtidos a partir dos ensaios de caracterização não foram satisfatórios. No tópico a seguir, os números que comprovam tal afirmação.

4.2. RESULTADOS OBTIDOS

Na teoria, o novo material compósito produzido deveria ter ótimas propriedades, mas devido a dificuldades no controle dos processos intermediários à produção, os resultados obtidos a partir dos ensaios de caracterização não foram como os esperados. A seguir, os números obtidos pelos ensaios e imagens de caracterização.

4.2.1. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Como dito anteriormente, não foi possível realizar-se os ensaios de tração. No entanto, realizou-se a medição das densidades das amostras, bem como suas pesagens. Também, foram feitos ensaios de dureza após a primeira sinterização e após a segunda sinterização.

Primeiramente, serão mostrados os resultados provenientes das medidas e das pesagens das amostras, ou seja, dividindo-se a massa pelo volume se obtém a densidade. A seguir, os valores de densidade antes e depois da segunda sinterização de algumas das amostras serão mostrados nas Tabelas 5 e 6, respectivamente:

| | C |
|-------------|--------------------------------|
| AMOSTRA | DENSIDADE (g/cm ³) |
| 100% AI - A | 2,433 |
| 15% - A | 2,378 |
| 15% - B | 2,428 |
| 15% - C | 2,402 |
| 20% - A | 2,469 |
| 20% - B | 2,446 |
| 25% - A | 2,400 |
| 25% - B | 2,229 |

Tabela 5: Densidade das amostras antes da segunda sinterização.

| AMOSTRA | DENSIDADE (g/cm ³) |
|-------------|--------------------------------|
| 100% AI - A | 2,800 |
| 15% - A | 2,394 |
| 15% - B | 2,440 |
| 15% - C | 2,444 |
| 20% - A | 2,485 |
| 20% - B | 2,460 |
| 25% - A | 2,406 |
| 25% - B | 2,449 |

Tabela 6: Densidade das amostras após a segunda sinterização.

Pode-se notar ao comparar cada uma das amostras, entre as Tabelas 5 e 6, que houve um leve aumento na densidade após a sinterização. Isto aconteceu devido a diminuição da porosidade caracterizada por este processo e já explicada anteriormente. No entanto, os valores de densidade ainda estão, em sua maioria, abaixo da densidade do alumínio puro caracterizando uma inconsistência, pois a adição da escória deveria aumentar a densidade do produto.

A seguir, a Tabela 7 mostra os resultados do ensaio de dureza *Rockwell F* depois da primeira sinterização e da laminação traz um valor de dureza de cada uma das 5 peças de cada tipo de amostra:

| AMOSTRA | DUREZA ROCKWELL F | | | | MÉDIA | |
|-------------|-------------------|------|------|------|-------|-------|
| 100% AI | 41,5 | 40,9 | 50,7 | 51,2 | 49,3 | 47,17 |
| 5% Escória | 42,4 | 53 | 53,3 | 54,6 | 56,5 | 53,63 |
| 10% Escória | 42,6 | 59,3 | 51,7 | 50,9 | 43,3 | 48,63 |
| 15% Escória | 28,8 | 33,6 | 27,1 | 34,8 | 33 | 31,8 |
| 20% Escória | 42,2 | 45,7 | 32,2 | 44,7 | 35,4 | 40,77 |
| 25% Escória | 27,6 | 20,7 | 29,8 | 35,1 | 46,5 | 30,83 |

Tabela 7: Resultado do ensaio de dureza na escala Rockwell F antes da segunda sinterização.

De acordo com [15] Mitutoyo, a escala de dureza *Rockwell F* tem o menor valor fixo em 49, daí a desconfiança na inconsistência dos resultados. Após a segunda sinterização, os foram refeitos 10 ensaios de dureza em cada uma das 16 amostras e suas estão apresentadas na Tabela 8. A seguir, a legenda da tabela e a própria tabela:

Legenda:

*Valores negativos, menores que (-20).

**Valores negativos entre (-5) e zero.

- Em vermelho: foram feitas 17 medidas e fora de ordem, os valores variaram muito.

- Em verde: os valores que ultrapassaram a dureza medida na amostra feita apenas com o pó de alumínio dentre todas as medições.

| AMOSTRA | MÉDIA ± DESVIO |
|-------------|------------------|
| 100% AI - A | * |
| 100% AI - B | 28,32 ± 2,28 |
| 5% - A | 18,16 ± 2,34 |
| 5% - B | 6,97 ± 1,78 |
| 5% - C | 21,41 ± 1,36 |
| 10% - A | 20,79 ± 7,44 |
| 10% - B | 12,70 ± 4,58 |
| 10% - C | ** |
| 10% - D | 33,01 ± 2,37 |
| 15% - A | 22,39 ± 8,13 |
| 15% - B | 30,72 ± 4,24 |
| 15% - C | 40,39 ± 4,67 |
| 20% - A | 19,59 ± 5,84 |
| 20% - B | $26,04 \pm 2,36$ |
| 25% - A | 14,76 ± 8,42 |
| 25% - B | 10,86 ± 2,68 |

Tabela 8: Resultado do ensaio de dureza na escala Rockwell F após a segunda sinterização.

Mais uma vez, os números estão incompatíveis com o que se esperava. Os valores foram mais baixos que dos testes anteriores, no entanto deve-se lembrar que não foi feita laminação após a segunda sinterização. Os valores levemente mais baixos de dureza entre a primeira e a segunda sinterização provavelmente ocorreram devido a essa falta de laminação.

Por fim, serão mostrados os resultados do ensaio de tração. Haja vista que o ensaio durou menos de 2 segundos, a ruptura ocorreu ao atingir-se o carregamento máximo sem que houvesse comportamento plástico algum. Então, o ensaio de tração revelou um comportamento frágil do material. Ao analisar-se os dados fornecidos pela máquina do ensaio de tração, os resultados encontrados serão mostrados na Tabela 9 a seguir:

| AMOSTRA | CARREGAMENTO MÁX. [N] |
|-------------|-----------------------|
| 100% AI - B | 4494,5 |
| 15% - C | 3794,5 |

A fim de se encontrar a tensão de ruptura aproximada das amostras, utilizou-se a equação da tensão segundo [13] Beer. A seguir, a Eq. (2):

$$\sigma = \frac{F}{A} \tag{2}$$

Onde:

- σ é a tensão em Mega Pascal [MPa];
- F é o carregamento em Newtons [N];
- A é a área em metros quadrados [m²].

Então, ao adquirir-se o carregamento máximo a partir da máquina do ensaio de tração e calculando-se as áreas das seções transversais das amostras, estimou-se uma aproximação das tensões de ruptura das duas amostras. A seguir, na Tabela 10, os resultados serão mostrados.

| AMOSTRA | TENSÃO DE RUPTURA [MPa] |
|-------------|-------------------------|
| 100% AI - B | 31,93 |
| 15% - C | 21,69 |

A partir dos resultados adquiridos pelo ensaio e ainda analisando-se os resultados calculados e apresentados anteriormente, obteve-se algumas informações relevantes. Analisando-se a tabela acima, pode-se perceber que a tensão máxima suportada (tensão de ruptura) pelas amostras diminuiu com a adição da escória. Tais constatações comprovam que mesmo após a segunda sinterização, o material não densificou por completo. Então, de fato, a adiação da escória fragilizou a liga de alumínio utilizada como base do compósito.

4.2.2. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Primeiramente, serão apresentados os resultados da caracterização microestrutural por microscopia eletrônica de varredura, feita nos pós antes da fabricação do material. A seguir, será mostrada a variação de tamanhos de partículas, assim como as distribuições dos pós de alumínio e de escória em um campo de visão de 727 mícrons nas Figuras 39 e 40:



Figura 39: Distribuição do pó de alumínio.



Figura 37: Distribuição do pó da escória.

As imagens acima mostram claramente uma falta de uniformidade no pó da escória, porém o pó de alumínio apresenta grãos com granulometria semelhante e compatíveis entre si.

Como dito anteriormente, apesar do pó de alumínio estar predominantemente uniforme, o pó da escória tem tamanhos muito variados. A seguir as Figuras 41 e 42 mostram uma medição dos tamanho de partícula do pó de alumínio e do pó da escória, respectivamente:



Figura 38: Tamanho de partícula do pó de alumínio.



Figura 39: Tamanho de partícula da escória.

As imagens acima mostram compatibilidade das granulometrias de alguns grãos como descritos na parte teórica. A morfologia dos grãos também pode ser observada nas figuras, o pó de alumínio é composto por grãos mais arredondados, sem pontas; enquanto o pó cerâmico é composto por grãos retangulares, com pontas. Esta diferença entre as morfologias dos pós pode ser justificada pelo fato das partículas da liga de alumínio serem dúcteis, o que faz com que sua forma seja mais arredondada. Já as partículas de escórias são bem mais duras, por isso, possuem formas mais retangulares.

Por fim, serão mostradas as imagens obtidas com a metalografia da face interior da amostra 15 % - C. A seguir, a Figura 43 mostra o contorno de grão do material:



Figura 40: Contorno de grão da amostra 15% - C.

Pode-se observar as grãos de tamanhos variados e se encaixando como exemplificado na teoria. No entanto, há a presença de grãos muito grandes que podem ter ocasionado as baixas propriedades mecânicas. Além disso, evidencia-se na Figura 44, a seguir, a oxidação do material e a falta de uniformidade dos grãos de escória tanto em tanto como em distribuição. Circulado em vermelho, tem-se a oxidação e em amarelo, tem-se os pedaços de escória. Pode-se perceber que os tamanhos de escória estão variados e aparecem apenas em um lado da imagem, mostrando que a distribuição não está uniforme. A oxidação também traz decréscimos nas propriedades, já que o material oxidado fica quebradiço.



Figura 41: Imagem de microscopia óptica.

4.2.3. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

Primeiramente, o aparelho foi pré-selecionado para medir metais a fim de medir a composição do alumínio, no entanto a espetroscopia não deu certo. Segundo a técnica do laboratório do IFBA, se alguma parte estiver oxidadam, o aparelho não consegue fazer a leitura corretamente. Então decidiu-se por pré-selecionar para medir óxidos e a porcetagem lida de Óxido de Alumínio (Alumina), seria a porcentagem de alumínio da liga inicialmente comprada. A seguir, os resultados da composição química dos pós constituintes do compósito. A Tabela 11 traz as porcentagens em massa dos componentes do pó de alumínio e a Tabela 12 traz as porcentagens em massa dos componentes do pó da escória:

| | COMPOSIÇÃO | TEOR EM MASSA (%) |
|----------------|-------------------|-------------------|
| | Na ₂ O | 0,992 |
| PO DE ALUMINIO | MgO | 1,36 |
| | Al_2O_3 | 97,5 |

| Tabela 11: Composição | o química do | o pó de alumínio |
|-----------------------|--------------|------------------|
|-----------------------|--------------|------------------|

Onde:

- Na indica o elemento Sódio;
- Mg indica o elemento Magnésio;
- Al indica o elemento Alumínio;
- O indica o elemento Oxigênio.

| 5 | Δ |
|---------------|---|
| \mathcal{I} | - |

| • 3 • | • | |
|---------------|--------------------------------|-------------------|
| | COMPOSIÇÃO | TEOR EM MASSA (%) |
| | Na ₂ O | 0,856 |
| | MgO | 8,11 |
| | Al_2O_3 | 10,2 |
| | SiO ₂ | 33,1 |
| | SO ₃ | 2,07 |
| PÓ DA ESCÓRIA | K ₂ 0 | 0,885 |
| | CaO | 42,2 |
| | TiO ₂ | 0,723 |
| | MnO | 0.686 |
| | Fe ₂ O ₂ | 0.789 |
| | SrO | 0.108 |
| | BaO | 0,134 |

Tabela 12: Composição química do pó da escória.

Onde:

- Na indica o elemento Sódio;

- Mg indica o elemento Magnésio;

- Al indica o elemento Alumínio;

- O indica o elemento Oxigênio;

- Si indica o elemento Silício;

- S indica o elemento Enxofre;
- K indica o elemento Potássio;
- Ca indica o elemento Cálcio;
- Ti indica o elemento Titânio;
- Mn indica o elemento Manganês;
- Fe indica o elemento Ferro;
- Sr indica o elemento Estrôncio;
- Ba indica o elemento Bário.

Como especificado anteriormente, constatou-se novamente com os resultados apresentados na Tabela 11 que o pó de alumínio realmente tinha cerca de 97,5 % de pureza com adição de pouco mais que 1 % de Magnésio. Segundo [3] Lima, trata-se de uma liga de alumínio AA 6061, pois é uma liga com alto teor de Alumínio adicionado de Magnésio.

Observando-se a Tabela 12, também ficou claro que a composição era próxima da esperada (medida pelo laboratório da Gusa Nordeste), apenas alterou-se um pouco a porcentagem em massa de cada composto seu.

5. CONCLUSÃO

Após várias tentativas por caminhos diferentes, concluiu-se que o novo material compósito proposto e produzido por meio deste trabalho não está pronto para competir os materiais comercialmente vendidos atualmente.

Na teoria, o compósito da liga de alumínio e escória possui todos os atributos necessários para obter-se ótimas propriedades mecânicas, no entanto, acredita-se que problemas encontrados na moagem/mistura dos pós e na sinterização do compósito contribuiram para a obtenção de um material com distribuição heterogênea de reforço e de baixa consolidação, justificando, portante, os baixos valores de propriedades mecânicas encontrados.

A partir dos resultados deste trabalho, pode-se inferir que a sinterização não tenha sido efetivada por completo. Isso ocorreu, muito provavelmente, devido a oxidação superficial das partículas de alumínio durante a mistura ou aquecimento no forno fazendo com que a temperatura de sinterização ficasse muito mais alta, pois o óxido de alumínio tem um ponto de fusão muito mais alto do que o alumínio. Isto pode ter inviabilizado o processo.

Por fim, acredita-se que utilizando um controle mais rigoroso dos parâmetros dos processos de fabricação, tais como a utilização de atomização ao invés da moagem dos pós e a mistura em ambiente inerte, assim como, sinterização com atmosfera protetora e numa temperatura mais elevada, será possível produzir um compósito de melhor qualidade e com propriedades mecânicas melhoradas em relação a liga sem reforço. Vale ressaltar que tais medidas já estão sendo realizadas e que novos resultados surgirão em breve.

6. REFERÊNCIAS BILIOGRÁFICAS

[1] MOURISCO, AROLDO JOSÉ, Preparação e Caracterização de Compósito de Matriz de Alumínio 1100 com Partículas de SiC por Metalurgia do Pó, 1995.

[2] CALLISTER JR, WILLIAM D., Ciência e Engenharia de Materiais – Uma Introdução, Editora LTC, 7ª edição, 2008.

[3] LIMA, EMMANUEL P. R., Estudo da Cinética de Recristalização da Liga de Alumínio AA 8011 na condição H18, 2002.

[4] MOREIRA, MARCELO F., Alumínio e suas Ligas – Releitura de "ASM Specialty Handbook – Aluminum and aluminum alloys", 1993;

[5] NORDESTE, GUSA, Relatório de Testes de Laboratório para Escória de Alto-Forno a Carvão Vegetal, 2014.

[6] THOMAZ, EDUARDO C. S., Escória de Alto Forno, IME, 2010.

[7] VIEIRA JR, LUIZ ELOI; Compósitos de Matriz Metálica Reforçados pela Dispersão de Partículas Cerâmicas Produzidas por Mecanossíntese: uma revisão, 2009.

[8] KALPAKJIAN, S.; *Manufacturing Engineering & Tecnology*, 4th ed. Addison Wesley, 2000.

[9] GERMAN, RANDALL M.; *Sintering: Theory and Practice*, Ed. John Wiley & Sons Inc., 1996.

[10] GOMES, EDSON GARCIA, Caracterização Microestrutural, Mecânica e Tratamentos Térmicos de Material Compósito Al/SiC por Conformação por "Spray", 1998.

[11] NORMA ABNT NBR 6152, Norma Brasileira para Ensaios de Tração, 2002.

[12] NORMA ASTM E8/E8M, Norma Americana para Dimensões de Corpo de Prova para Ensaios de Tração, 2009.

[13] BEER, FERDINAND P.; JOHNSTON, RUSSEL E., Resistência dos Materiais, Editora Pearson, 3ª edição. 2008.

[14] LOPES, JORGE TEÓFILO DE BARROS, Estrutura e Propriedades dos Materiais -Ensaios Mecânicos dos Materiais, UFPA – ITEC – FEM. 2010.

[15] MITUTOYO; Durômetro DUROTWIN-D (digital), Manual do Usuário.

[16] NORMA ABNT NBR 14155 : 2005, Norma Brasileira para Ensaios de Microdureza de Alumínio e suas ligas, 2005.

[17] MORA, NORA DIAZ, Materiais Elétricos, cap. 5. UniOeste, 2010.

[18] FERRETTI, MARCO; *Principi e applicazioni dell'analisi XRF con strumentazione portatile*, traduzido por Regina Andrade Tirello, CPC-USP, 2009.

[19] BAPTÍSTA, A. L. B. - O Ensaio Metalográfico no Controle da Qualidade, 1998.

[20] COUTINHO, Telmo de Azevedo. Metalografia de Não-Ferrosos, Editora Edgard Blücher Ltda, São Paulo – 1980.

[21] NORMA E407 – 07; Norma Americana para Análise Microestrutural, "Standard Practice for Microetching Metals and Alloys", 2011.

[22] BRITO, MEDEIROS E LOURENÇO; Um Estudo Teórico sobre a Sinterização na Metalurgia do Pó, 2007.

[23] GROOVER, M. P.; Fundamentals of Modern Manufacturing, Ed. Prentice Hall, 1996.

[24] SILVA, JOÃO PAULO DAVIM TAVARES DA; Estudo de Maquinabilidade dos Compósitos de Matriz de Alumínio, 1997.

7. ANEXOS

A seguir, serão mostrados todos os resultados numéricos do trabalho por meio de tabelas. Tais tabelas contêm todas as medidas e pesagens, assim como todos os resultados de todos os ensaios de dureza realizados em cada uma das amostras. Além disso, também apresenta-se as tabelas de densidade e de volume de todas as amostras.

ENSAIOS DE DUREZA

| AMOSTRA | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|-------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 100% AI - A | * | * | * | * | * | * | * | * | * | * |
| 100% AI - B | 29,3 | 30,1 | 31,1 | 31,1 | 30,1 | 28,0 | 27,1 | 26,7 | 25,6 | 24,1 |
| 5% - A | 18,2 | 20,6 | 21,6 | 15,5 | 19,4 | 17,4 | 21,4 | 16,6 | 15,5 | 15,4 |
| 5% - B | 6,0 | 9,0 | 9,6 | 8,4 | 5,8 | 7,3 | 7,6 | 6,8 | 6,1 | 3,1 |
| 5% - C | 22,7 | 22,6 | 21,9 | 21,7 | 18,2 | 21,9 | 20,2 | 22,6 | 20,3 | 22,0 |
| 10% - A | 24,8 | 25,5 | 25,1 | 28,6 | 32,2 | 20,0 | 12,7 | 19,1 | 9,0 | 10,9 |
| 10% - B | 5,9 | 13,8 | 16,1 | 17,8 | 17,5 | 15,2 | 15,1 | 11,6 | 10,4 | 3,6 |
| 10% - C | ** | ** | ** | ** | ** | ** | ** | ** | ** | ** |
| 10% - D | 32,8 | 32,8 | 32,2 | 33,7 | 33,7 | 33,2 | 33,3 | 38,0 | 30,1 | 29,5 |
| 15% - A | 21,0 | 30,2 | 29,9 | 31,8 | 27,8 | 27,8 | 22,4 | 11,2 | 12,2 | 9,5 |
| 15% - B | 20,4 | 27,6 | 30,8 | 35,8 | 29,8 | 34,3 | 33,9 | 34,3 | 29,9 | 30,4 |
| 15% - C | 41,2 | 44,7 | 43,1 | 41,6 | 38,8 | 41,6 | 43,7 | 38,4 | 43,2 | 27,6 |
| 20% - A | 22,1 | 20,4 | 18,7 | 22,6 | 22,2 | 23,2 | 23,9 | 24,7 | 13,4 | 4,7 |
| 20% - B | 28,5 | 26,0 | 31,3 | 26,2 | 23,2 | 26,0 | 26,8 | 22,9 | 24,7 | 24,8 |
| 25% - A | 0,3 | 3,7 | 4,8 | 6,6 | 8,3 | 9,1 | 10,3 | 13,3 | 14,7 | 17,8 |
| | 19,0 | 19,3 | 19,7 | 20,9 | 27,4 | 27,7 | 28,0 | | | |
| 25% - B | 15,2 | 7,3 | 9,3 | 9,5 | 13,4 | 6,4 | 12,6 | 12,7 | 12,4 | 9,8 |

-TABELA COMPLETA

*Valores negativos, menores que (-20).

**Valores negativos entre (-5) e zero.

- O ensaio 1 foi feito próximo a uma extremidade do corpo de prova, já o ensaio 10 foi feito próximo a extremidade oposta. Desta forma, os ensaios 5 e 6 são os mais próximos do centro do corpo de prova. Como mostrado na Figura X

- Em vermelho: foram feitas 17 medidas e fora de ordem, os valores variaram muito. Estão organizados em ordem crescente.

MEDIDAS DAS AMOSTRAS

- ANTES DA SINTERIZAÇÃO:

| AMOSTRA | COMPRIMENTO (cm) | LARGURA A (mm) | LARGURA B (mm) |
|-------------|---------------------|-------------------|-------------------|
| 100% AI - A | 9,14 | 13,14~13,29 | 13,30~13,40 |
| 15% - A | 9,27 | 12,95~13,05 | 9,88~10,30 |
| 15% - B | 9,21 | 12,71~12,72 | 11,44~11,58 |
| 15% - C | 9,25 | 12,86~12,96 | 13,74~13,84 |
| 20% - A | 9,25 | 12,67~12,71 | 10,94~11,61 |
| 20% - B | 9,26 | 12,92~13,04 | 11,33~11,68 |
| 25% - A | 9,21 | 12,80~12,92 | 9,52~9,65 |
| 25% - B | 9,21 | 12,81~12,96 | 9,98~12,28 |

- DEPOIS DA SINTERIZAÇÃO:

| AMOSTRA | COMPRIMENTO | LARGURA A | LARGURA B |
|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | (cm) | (mm) | (mm) |
| 100% AI - A | 9,14 | 12,27~12,47 | 12,24~12,46 |
| 100% AI - B | 9,11 | 13,08~13,34 | 10,46~10,85 |
| 5% - A | 9,20 | 12,50~12,61 | 11,39~11,68 |
| 5% - B | 9,13 | 12,66~12,77 | 11,11~11,44 |
| 5% - C | 9,20 | 12,54~12,63 | 11,03~11,34 |
| 10% - A | 9,23 | 12,65~12,82 | 11,48~11,68 |
| 10% - B | 9,26 | 12,69~12,71 | 11,14~11,33 |
| 10% - C | 9,17 | 13,47~13,65 | 11,88~12,49 |
| 10% - D | 9,21 | 12,05~12,35 | 12,15~12,36 |
| 15% - A | 9,23 | 12,86~12,98 | 9,95~10,30 |
| 15% - B | 9,22 | 12,69~12,70 | 11,36~11,52 |
| 15% - C | 9,25 | 13,23~13,78 | 12,92~12,99 |
| 20% - A | 9,24 | 12,68~12,75 | 10,90~11,48 |
| 20% - B | 9,23 | 12,88~13,02 | 11,38~11,62 |
| 25% - A | 9,20 | 12,80~12,89 | 9,52~9,64 |
| 25% - B | 9,19 | 12,84~12,92 | 10,00~10,31 |

- Foram feitas 3 medidas de cada corpo de prova: uma no ponto médio e uma próxima a cada uma das extremidades da peça.

VOLUME

- ANTES DA SINTERIZAÇÃO:

| AMOSTRA | VOLUME (cm ³) |
|-------------|---------------------------|
| 100% AI - A | 16,125 |
| 15% - A | 12,160 |
| 15% - B | 13,479 |
| 15% - C | 16,468 |
| 20% - A | 13,235 |
| 20% - B | 13,828 |
| 25% - A | 11,353 |
| 25% - B | 13,208 |

- DEPOIS DA SINTERIZAÇÃO:

| AMOSTRA | VOLUME (cm ³) |
|-------------|---------------------------|
| 100% AI - A | 14,009 |
| 100% AI - B | 12,823 |
| 5% - A | 13,324 |
| 5% - B | 13,089 |
| 5% - C | 12,950 |
| 10% - A | 13,612 |
| 10% - B | 13,213 |
| 10% - C | 15,152 |
| 10% - D | 13,770 |
| 15% - A | 12,074 |
| 15% - B | 13,390 |
| 15% - C | 16,184 |
| 20% - A | 13,147 |
| 20% - B | 13,746 |
| 25% - A | 11,321 |
| 25% - B | 12,020 |

PESAGEM

| AMOSTRA | MASSA (g) |
|-------------|-----------|
| | |
| 100% AI - A | 39,23 |
| 100% AI - B | 32,93 |
| 5% - A | 33,62 |
| 5% - B | 33,32 |
| 5% - C | 32,44 |
| 10% - A | 34,59 |
| 10% - B | 32,24 |
| 10% - C | 37,40 |
| 10% - D | 33,07 |
| 15% - A | 28,91 |
| 15% - B | 32,67 |
| 15% - C | 39,56 |
| 20% - A | 32,67 |
| 20% - B | 33,82 |
| 25% - A | 27,24 |
| 25% - B | 29,44 |

Obs.: A massa não muda antes e após a sinterização.

DENSIDADE

TABELA COMPLETA

- DEPOIS DA SINTERIZAÇÃO:

| AMOSTRA | DENSIDADE (g/cm ³) |
|-------------|--------------------------------|
| 100% AI - A | 2,800 |
| 100% AI - B | 2,568 |
| 5% - A | 2,523 |
| 5% - B | 2,546 |
| 5% - C | 2,505 |
| 10% - A | 2,541 |
| 10% - B | 2,440 |
| 10% - C | 2,468 |
| 10% - D | 2,402 |
| 15% - A | 2,394 |
| 15% - B | 2,440 |
| 15% - C | 2,444 |
| 20% - A | 2,485 |
| 20% - B | 2,460 |
| 25% - A | 2,406 |
| 25% - B | 2,449 |