



Universidade Federal da Paraíba

Centro de Tecnologia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

Mestrado – Doutorado

**ESTUDO DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE
COMPÓSITO ALUMÍNIO – QUASICRISTAL POR EXTRUSÃO A
QUENTE**

Por

Fernando Luís Vieira de Sousa

*Tese de doutorado apresentada à Universidade Federal da Paraíba
para obtenção do grau de Doutor*

FERNANDO LUÍS VIEIRA DE SOUSA

**ESTUDO DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE
COMPÓSITO ALUMÍNIO – QUASICRISTAL POR EXTRUSÃO A
QUENTE**

Tese de doutorado apresentada ao
programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica da Universidade
Federal da Paraíba, em cumprimento às
exigências para obtenção do grau de
Doutor em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Severino Jackson Guedes de Lima

S725e Sousa, Fernando Luís Vieira de.
Estudo das variáveis do processo de produção de
compósito alumínio - quasicristal por extrusão a quente /
Fernando Luís Vieira de Sousa.- João Pessoa, 2013.
128f. : il.
Orientador: Severino Jackson Guedes de Lima
Tese (Doutorado) – UFPB/CT
1. Engenharia mecânica. 2. Compósito. 3. Quasicristal.
4. Compactação. 5. Extrusão a quente.

UFPB/BC

CDU: 621(043)

***ESTUDO DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE
COMPÓSITO ALUMÍNIO – QUASICRISTAL POR EXTRUSÃO A
QUENTE***

Por

Fernando Luís Vieira de Sousa

Prof. Dr. SEVERINO JACKSON GUEDES DE LIMA – CT/UFPB

Orientador

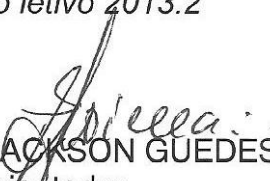
ESTUDO DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE COMPÓSITO ALUMÍNIO - QUASICRISTAL POR EXTRUSÃO A QUENTE

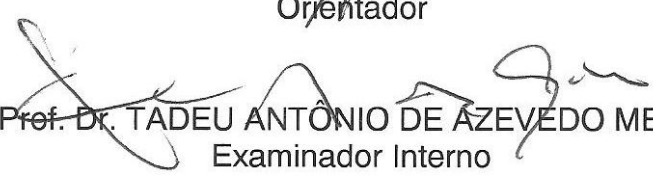
por

FERNANDO LUÍS VIEIRA DE SOUSA

Tese aprovada em 04 de outubro de 2013

Período letivo 2013.2


Prof. Dr. SEVERINO JACKSON GUEDES DE LIMA
Orientador


Prof. Dr. TADEU ANTÔNIO DE AZEVEDO MELO
Examinador Interno


Prof. Dr. RODINEI MEDEIROS GOMES
Examinador Interno


Eng. Dr. TIBÉRIO ANDRADE DOS PASSOS
Examinador Externo


Prof. Dr. UILAME UMBELINO GOMES
Examinador Externo


Profa. Dra. DANIELLE GUEDES DE LIMA CAVALCANTE
Examinadora Externa

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho de tese a minha esposa Terezinha, que é a companheira que está sempre presente nas horas difíceis. Dedico também aos meus filhos Matheus e Fernanda, que é a razão de tudo que faço.

AGRADECIMENTOS

A Deus por me dar força e coragem de enfrentar todas as dificuldades da vida.

A minha querida esposa Terezinha pelo carinho e apoio durante o desenvolvimento desse trabalho e por estar presente nos momentos mais difíceis, meus sinceros agradecimentos.

A meus filhos Matheus e Fernanda por muitas vezes não ter dado a atenção que eles mereciam por conta desse trabalho.

A meus pais Manoel e Isabel por ter me criado com honra e honestidade e por tudo que representam na minha vida.

A todos os meus irmãos pelo carinho, apoio e incentivo durante esta pesquisa.

A todos os demais familiares pelo apoio moral e incentivo.

Ao professor orientador Prof. Dr. Severino Jackson Guedes de Lima pela orientação, competência e empenho no desenvolvimento deste trabalho.

Ao prof. Dr. Tibério Andrade dos Passos meu co-orientador, pela sua amizade, orientação e ajuda.

Ao professor Daniel Ferreira de Oliveira pela ajuda prestada.

Ao professor Tadeu Antônio de Azevedo Melo pelos conhecimentos transmitidos e amizade, e aos demais professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

A todos os técnicos do laboratório de solidificação rápida da UFPB. Especialmente, aos funcionários André e Breno pela amizade e a ajuda que prestaram no desenvolvimento desse trabalho.

Aos funcionários da oficina mecânica da UFPB Artur e Romualdo pela amizade e execução de componentes.

À Universidade Federal da Paraíba pela estrutura física e pelo corpo de professores e funcionários dessa instituição.

À Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica pela amizade e o apoio administrativo.

A todos os colegas de trabalho do IFCE Juazeiro do Norte pela amizade e incentivo.

A todos os companheiros de doutorado e mestrado aos quais dividimos nossas angústias, sofrimento e sucesso.

Aos bolsistas Pedro e Chiquinho e demais bolsistas do Laboratório de Solidificação Rápida pela amizade e apoio.

Por fim, a todas as pessoas que contribuíram de forma direta ou indireta para a realização deste trabalho.

ESTUDO DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE COMPÓSITO ALUMÍNIO – QUASICRISTAL POR EXTRUSÃO A QUENTE

RESUMO

Os materiais compósitos, com matriz metálica, apresentam propriedades que são de grande interesse para a indústria mecânica e aeroespacial, principalmente, quando se incorpora o baixo peso com alta resistência mecânica. Atualmente, os compósitos com matriz dúctil reforçada com nanopartículas de ligas amorfas e quasicristalinas têm sido estudados intensivamente. Um dos motivos é que os quasicristais apresentam estruturas cristalinas aperiódicas, fato que confere a esses materiais propriedades únicas como o baixo coeficiente de atrito, elevada dureza, entre outras. Neste trabalho estudou-se o efeito de algumas variáveis de extrusão no processamento de compósito de alumínio com reforço volumétricas de 0%, 3%, 6% e 20% de quasicristal da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$. Os compósitos foram obtidos por moagem de alta energia com razão massa bolas de 10:1, com rotação de 200rpm, no período de 3h. Os pós das misturas foram conformados por compactação e extrusão a quente. As análises realizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) apresentaram boa distribuição das partículas quasicristalinas na matriz de alumínio, porém não foi verificada a presença da formação de interface do quasicristal com a matriz. Observou-se que houve aumento da dureza do compósito com o aumento da fração de reforço na matriz e, também, com o aumento da temperatura e da razão de extrusão. A resistência máxima a tração foi de 196MPa, atingida com compósito de 6% de reforço. Identificou-se também que resistência a tração eleva-se com o aumento da temperatura e principalmente com o aumento da razão de extrusão. Verificou-se que, para o alumínio puro a resistência máxima ocorre para os extrudados a 450°C. Com isso pode-se concluir que o aumento da temperatura de extrusão de 400°C até 500°C acompanhada do aumento da razão de extrusão de 2:1 para 3:1 proporciona melhorias nas propriedades mecânicas dos compósitos alumínio-quasicristal obtidos via moagem de alta energia e conformado por compactação e extrusão a quente.

Palavras-chave: compósito, quasicristal, compactação, extrusão a quente.

STUDY OF VARIABLES PRODUCTION PROCESS OF ALUMINUM– QUASICRYSTAL COMPOSITE BY HOT EXTRUSION

ABSTRACT

The composites metal matrix exhibit properties that are of great interest to the mechanical and aerospace industry, especially when it incorporates low weight with high strength. Currently, the composites ductile matrix reinforced with nanoparticles of amorphous and quasicrystalline alloys have been studied intensively. One reason is that quasicrystals exhibit aperiodic crystal structures, a fact that gives these materials unique properties such as low friction coefficient, high hardness, among others. In these work, the effect of extrusion variables in the production of aluminum composite reinforced with 0%, 3%, 6% and 20% quasicristal $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ alloy has been studied. The composites were obtained by mechanical alloying with balls mass ratio 10:1, with rotation of 200rpm, in the period of 3h. The powder mixtures were conformed by hot compaction and extrusion. The analysis carried out by scanning electron microscopy (SEM) showed good distribution of quasicrystalline particles in the aluminum matrix, but was not detected the presence of formation of quasicristal interface with the matrix. It was observed that there was in increases in hardness of the composite increases with the fraction of reinforcement in the matrix, and also with increasing temperature and the rate of extrusion. The maximum resistance to traction was 196MPa, reached with 6% composite reinforcement. It was also found that the tensile strength increases with increasing temperature and mainly by increasing the rate of extrusion. It was found that for the pure aluminum the maximum resistance occurs for the extruded at 450°C. Thus it can be concluded that increasing extrusion temperature of 400°C to 500°C accompanied the increase in extrusion ratio from 2:1 to 3:1 provides improvements in the mechanical properties of the aluminum-quasicristal composite obtained by mechanical alloying and conformal by compaction and extrusion.

Keywords: composite, quasicrystal, compaction, hot extrusion.

SUMÁRIO

CAPITULO I.....	19
INTRODUÇÃO AO TEMA.....	19
1.1 OBJETIVOS	21
1.1.1 Objetivo Geral	21
1.1.2 Objetivos Específicos	21
1.2 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO	21
CAPITULO II.....	23
ALUMINIO E SUAS LIGAS	23
2.1 INTRODUÇÃO	23
2.2 TÉCNICAS DE ELABORAÇÃO.....	24
CAPÍTULO III	28
OS QUASICRISTAIS	28
3.1 GENERALIDADES.....	28
3.2 QUASICRISTAIS DO SISTEMA AlCuFe.....	29
3.3 METODOS DE OBTENÇÃO DOS QUASICRISTAIS	31
3.4 PROPRIEDADES DOS QUASICRISTAIS.....	32
3.5 APLICAÇÕES DOS QUASICRISTAIS	33
CAPÍTULO IV	35
EXTRUSÃO DE COMPÓSITOS	35
4.1 PROCESSO DE EXTRUSÃO.....	35
4.2 TIPOS DE EXTRUSÃO	37
4.2.1 Extrusão Direta	37
4.2.2 Extrusão Indireta	38
4.3 VARIÁVEIS DO PROCESSO DE EXTRUSÃO	39
4.3.1 Temperatura de Trabalho	39
4.3.2 Velocidade de Extrusão	40

4.3.3 Pressão de Extrusão	40
4.3.4 Geometria da Matriz ou Ferramenta.....	42
4.3.5 Razão de Extrusão.....	42
4.3.6 Condições de Lubrificação	43
4.4 DEFEITOS DE EXTRUSÃO	43
4.5 COMPÓSITO	45
4.6 PROCESSAMENTOS DE COMPÓSITOS	46
4.6.1 Processamento no Estado Líquido	46
4.6.2 Processamento no Estado Vapor.....	47
4.6.3 Processamento no Estado Sólido	47
CAPITULO V.....	51
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	51
5.1 METODOLOGIA	51
5.2 OBTENÇÃO DOS QUASICRISTAIS	51
5.2.1 Elaboração das Ligas Precursoras	52
5.2.2 Elaboração da Liga $Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$	53
5.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	54
5.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	54
5.4.1 Espectroscopia por Fluorescência de Raios-X.....	54
5.4.2 Difração de Raios-X	55
5.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	55
5.5 FABRICAÇÃO DOS COMPÓSITOS	56
5.5.1 Moagem	57
5.5.2 Compactação dos Pós	57
5.5.3 Processo de Extrusão	59
5.6 TESTES DE DUREZA	61
5.6.1 Ensaios de Microdureza	61
5.6.2 Ensaios de Dureza.....	62
5.7 ENSAIO DE TRAÇÃO.....	62
CAPITULO VI	64
RESULTADOS E DISCUSSÕES	64
6.1 ELABORAÇÃO DAS LIGAS PRECURSORAS	64
6.2 ELABORAÇÃO DA LIGA $Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$	65

6.3 DIFRATOGRAMA DA LIGA $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$	66
6.4 OBTENÇÃO DO COMPÓSITO ALUMÍNIO QUASICRISTAL	67
6.5 PROCESSO DE COMPACTAÇÃO.....	71
6.6 PROCESSO DE EXTRUSÃO.....	71
6.7 ENSAIO DE DUREZA.....	77
6.7.1 Ensaio de Microdureza	77
6.7.2 Ensaio de Dureza	86
6.8 ENSAIO DE TRAÇÃO.....	96
6.9 ANÁLISE DA FRATURA.....	103
CAPITULO VII.....	106
CONCLUSÕES E SUGESTÕES	106
7.1 CONCLUSÕES:	106
7.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS:	108
REFERÊNCIAS.....	109
APÊNDICE A.....	118
PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTO	118

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Microestruturas de ligas base alumínio (INOUE, KIMURA, 2001).	25
Figura 3.1 - Diagrama de fases Ternário da liga de AlCuFe rica em alumínio (DUBOIS <i>et al.</i> , 2008).	30
Figura 4.1 – Ilustração do processo de extrusão (BRESCIANI FILHO <i>et al.</i> , 2011).	35
Figura 4.2 – Ilustração do processo de extrusão direta (PASSOS, 2006).	38
Figura 4.3 – Ilustração do processo de extrusão indireta (BRESCIANI FILHO <i>et al.</i> , 2011).	39
Figura 4.4 – Constante de extrusão para alguns materiais (KALPAKJIAN, SCHMID, 2001).	41
Figura 5.1 – Fluxograma do processo de obtenção dos Quasicristais.	52
Figura 5.2 – Fluxograma do processo de fabricação dos compósitos.	56
Figura 5.3 – Equipamento de compactação.	58
Figura 5.4 – Etapas do processo de compactação a quente.	59
Figura 5.5 – Equipamento de Extrusão.	60
Figura 5.6 – Região dos extrudados destinados aos ensaios.	61
Figura 5.7 – Desenho esquemático da forma obtido por identador de base piramidal.	62
Figura 5.8 – Corpo de prova usado no ensaio de tração.	63
Figura 5.9 – Corpo de prova submetido ao ensaio de tração.	63
Figura 6.1 – Amostras da liga Fe-B obtida no forno de indução.	64
Figura 6.2 – Amostras da liga Al-Fe obtida no forno de indução.	65
Figura 6.3 – Amostras da liga quasicristalina $Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$ bruta de fusão. ...	66
Figura 6.4 – Difratoograma da liga $Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$: amostras bruta de fusão e tratada termicamente.	67
Figura 6.5 – Compósito Al+20% QC moído por 2h: a) 200rpm; b) 240rpm.	68

Figura 6.6 – Compósito Al+20% QC moído por 3h: a) 200rpm; b) 240rpm.	70
Figura 6.7 – Tarugos de compósitos compactados.	71
Figura 6.8 – Barras de compósito compactado a frio e extrudado com razão de extrusão: a) 2:1, b) 3:1.	72
Figura 6.9 – Barras de compósito compactado a quente e extrudado com razão de extrusão 2:1.	72
Figura 6.10 – Compósito alumínio com 6% de reforço de partículas quasicristalinas extrudado a 400°C com razão de extrusão de 2:1 (1000x).	74
Figura 6.11 – Compósito alumínio com 20% de reforço de partículas quasicristalinas extrudado a 450°C com razão de extrusão de 2:1 (500x).	74
Figura 6.12 – Regiões de aglomerados nas barras extrudadas com: a) 6%vol. de reforço (9000x), b) 20%vol. (9000x) de reforço.	76
Figura 6.13 – Microscopia óptica mostrando as identações nas barras extrudadas (100x).	79
Figura 6.14 – MEV das identações nas barras extrudadas (1500x).	79
Figura 6.15 – Gráfico da Microdureza Vickers em função da fração volumétrica e da temperatura de extrusão para compósito compactado a quente.	80
Figura 6.16 – Gráfico da Microdureza Vickers em função da fração volumétrica e dos parâmetros de extrusão para compósito compactado a frio: a) 2:1, b) 3:1.	82
Figura 6.17 – Gráfico da Microdureza Vickers em função da temperatura de extrusão para compósito compactado a quente.	84
Figura 6.18 – Gráfico da Microdureza Vickers em função da temperatura de extrusão para compósito compactado a frio: a) RE 2:1 e b) RE 3:1.	85
Figura 6.19 – Gráfico da dureza em função da fração volumétrica para compósitos compactados a quente.	88
Figura 6.20 – Gráfico da dureza em função da fração volumétrica para compósitos compactados a frio e extrudado a quente com razão de 2:1.	90
Figura 6.21 – Gráfico da dureza em função da fração volumétrica para compósitos compactados a frio e extrudado a quente com razão de 3:1.	91
Figura 6.22 – Gráfico da dureza em função da temperatura de extrusão para compósito compactado a quente.	92
Figura 6.23 – Gráfico da dureza em função da temperatura de extrusão para compósito compactado a frio: a) RE 2:1 e b) RE 3:1.	94

Figura 6.24 – Corpo de prova dos compósitos utilizado nos ensaios de tração.	96
Figura 6.25 – Gráfico da Tensão x Deformação dos extrudados.	97
Figura 6.26 – Gráfico da Tensão em função da temperatura de extrusão para os compósitos compactados e extrudado a quente.	100
Figura 6.27 – Gráfico da Tensão em função da temperatura de extrusão para os compósitos compactados a frio: a) RE 2:1, b) RE 3:1.	101
Figura 6.28 – Corpo de prova rompido durante o ensaio de tração.	103
Figura 6.29 – Visualização do aspecto de ruptura dos compósitos (3000x). a) 6% QC, b) 20% QC.	104
Figura 6.30 – Distribuição das partículas quasicristalinas na fratura para compósitos com 20% de reforço (3000x).	105
Figura 8.1 – Interpretação geométrica dos efeitos principais para o planejamento fatorial 2^3 para a extrusão a quente: a) Dureza, b) Microdureza, c) Resistência a tração.	125

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Propriedades Mecânicas de ligas amorfas base alumínio (INOUE <i>et al.</i> , 1996).	24
Tabela 3.1 – Fases do sistema AlCuFe (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).	31
Tabela 5.1 – Parâmetros usados no processo de Extrusão.	60
Tabela 6.1 – Fases presentes no difratograma de Raios-X das amostras bruta de fusão e as suas respectivas cartas JCPDS.	66
Tabela 6.2 – Microdureza Vickers em função da fração volumétrica do reforço da liga quasicristalina e dos parâmetros de extrusão para compósitos compactados a quente.	77
Tabela 6.3 – Microdureza Vickers em função da fração volumétrica do reforço da liga quasicristalina e dos parâmetros de extrusão para compósitos compactados a frio.	78
Tabela 6.4 – Microdureza Vickers do compósito em função da razão de extrusão. .	86
Tabela 6.5 – Dureza do compósito em função da fração volumétrica de reforço de quasicristal e da temperatura de extrusão para compósitos compactados a quente. ..	87
Tabela 6.6 – Dureza Rockwell B em função da fração volumétrica do reforço da liga quasicristalina e dos parâmetros de extrusão para compósitos compactados a frio.	89
Tabela 6.7 – Dureza Rockwell B do compósito em função da razão de extrusão.	95
Tabela 6.8 – Resistência à tração em função dos parâmetros de extrusão para os compósitos.	98
Tabela 8.1 - Planejamento fatorial 2^3 para estudar o efeito das variáveis de extrusão a quente.	120
Tabela 8.2 - Representação dos coeficientes de contraste para o processo de extrusão a quente.	121
Tabela 8.3 - Representação da matriz do planejamento substituindo os sinais	121

algébricos que identificam os níveis superior e inferior por coeficientes para o processo de extrusão a quente.	
Tabela 8.4 - Representação das respostas (resultados dos ensaios) para a extrusão de compósito alumínio com reforço de quasicristal.	122
Tabela 8.5 - Efeitos das variáveis do processo de extrusão nas propriedades mecânicas.	122
Tabela 8.6 – Coeficientes estimadores para os ensaios realizados com barras obtidas do processo de extrusão a quente.	123
Tabela 8.7 - Planejamento fatorial 2^2 para estudar o efeito dos parâmetros de moagem na formação do compósito alumínio quasicristal.	126
Tabela 8.8 - Efeitos dos parâmetros de moagem na formação do compósito alumínio quasicristal.	126
Tabela 8.9 - Planejamento fatorial 2^2 para estudar o efeito da temperatura e razão de extrusão sobre as propriedades mecânicas do alumínio.	127
Tabela 8.10 - Efeitos dos parâmetros de extrusão nas propriedades do alumínio extrudado.	128

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Porcentagem
°C	Grau Célsius
μ	Mi
A ₀	Área da seção transversal inicial (ou do tarugo)
A _f	Área da seção transversal final (ou do extrudado)
Al	Alumínio
at	Atômico
B	Boro
CCC	Cúbico de corpo centrado
Ce	Cério
CFC	Cúbico de face centrada
CMM	Compósito de matriz metálica
Co	Cobalto
Cu	Cobre
DRX	Difração de Raio-X
EFRX	Espectroscopia de Fluorescência de Raio-X
Fe	Ferro
Ge	Germânio
GPa	Gigapascal
HV	Hardness Vickers (Microdureza Vickers)
Hz	Hertz
kg	Quilograma
kW	Quilowatt
La	Lantânio
m	Metro
min	Minuto

Mn	Manganês
MPa	Megapascal
Ni	Níquel
nm	Nanômetro
Pd	Paládio
QC	Quasicristal
RE	Razão de extrusão
rpm	Rotações por minuto
s	Segundos
Si	Silício
Y	Ítrio
Zr	Zircônio
β	Beta
η	Eta
θ	Teta
λ	Lambda
π	Pi
τ	Tau (número de ouro)
ϕ	Fi
χ	Qui
ω	Ômega
ψ	Psi

CAPITULO I

INTRODUÇÃO AO TEMA

O estudo sobre o alumínio mostra que sua produção industrial é bastante recente. Em 1882, esse metal era ainda uma raridade admirada e sua produção global era apenas de 2 toneladas. Porém, sua produção mundial alcançou 2 milhões de toneladas em 1943 e iniciou o milênio com uma produção de mais de 22 milhões de toneladas (ABAL – Associação Brasileira do Alumínio, 2008).

As primeiras aplicações do alumínio foram objetos de decoração como molduras de espelhos, travessas e utensílios domésticos. Porém, com o passar do tempo, a diversidade das aplicações do alumínio cresceu, de maneira que praticamente todos os aspectos da vida moderna foram afetados diretamente ou indiretamente pelo seu uso (ASM Handbook, 1992).

Um fator importante da utilização do alumínio é que ele pode ser totalmente reciclado, seja ele proveniente de sucata utilizada ao longo de sua vida útil ou de sobra de retalhos de processos industriais. Além disso, na reciclagem o consumo de energia é muito baixo quando comparado ao do metal primário, e as etapas envolvida no processo de reciclagem proporciona um enorme mercado de trabalho desde sua coleta até a comercialização, chegando a atingir no Brasil cerca de 200.000 trabalhos de maneira informal. Atualmente cerca de 20% do alumínio utilizado no mundo é proveniente da reciclagem (ABAL, 2008). Esse é um fator muito importante, uma vez que esse material reciclado deixa de causar um grande impacto ao meio ambiente.

Com o início da utilização do alumínio em escala industrial, vários trabalhos científicos e tecnológicos têm sido feitos na busca de melhoria em suas propriedades mecânicas e físicas, visando-se ampliar o seu uso. Os motivos para isto é que o alumínio é um material leve com densidade de 2700kg/m^3 , possui estrutura cristalina CFC, logo é

dúctil em todas as temperaturas (menos para os materiais endurecidos), são resistentes à corrosão, são bons condutores elétricos e térmicos, possui baixa resistência à fadiga (especialmente em ligas endurecidas) e são fáceis de usinar (ROBERTS, 2000).

Um campo que se destacou na fabricação de ligas de alumínio foi o processo de solidificação rápida. Essa técnica tem como vantagem o refinamento de grão da matriz e formação de precipitados finos (COELHO, 2001). A técnica de solidificação rápida tem como alvo as ligas de alumínio amorfas de alta resistência. As primeiras ligas amorfas de alumínio com mais de 50 at% fabricadas, foram do sistema ternário Al-Fe-B e Al-Co-B. Outros sistemas também começaram a produzir amorfos, tais como, Al-Fe-Si, Al-Fe-Ge e Al-Mn-Si (INOUE, 1998).

Outro foco de estudo é a formação de estrutura quasicristalina. A primeira liga com estrutura quasicristalina foi descoberta em 1984, por Shechtman *et al.*, através da solidificação rápida (DUBOIS, 2000). Atualmente, é possível obter materiais quasicristalinos por diferentes métodos de fabricação, que utilizam diversas técnicas de solidificação. Dentre essas, pode-se citar o processo de metalurgia do pó e técnicas de filmes finos (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, VUORINEN, 2005).

Os materiais quasicristalinos ainda possuem aplicações limitadas por causa da sua alta fragilidade e baixa deformação a temperatura ambiente. Porém, esses obstáculos podem ser superados através do uso desses materiais na forma de materiais compostos ou como revestimentos. Desta maneira, o desenvolvimento de compósitos, utilizando materiais quasicristalinos como matriz reforçada com elementos (ou ligas) dúcteis, é uma das alternativas, para o aproveitamento das importantes características quasicristalinas (SORDELET *et al.* 1998).

A alta resistência e a deformação são de grande interesse nos materiais estruturais. Essas propriedades podem fornecer um alto desempenho na área de transporte automóviles, aeronáutico e etc. Até o momento, muitos materiais têm sido desenvolvidos buscando melhorar tais propriedades. Ohhashi *et al.*, (2011) obtiveram melhoras significativas na resistência a tração e no alongamento para os compósitos de manganês com reforço da liga Zn-Mg-Zr quasicristalina processada por extrusão a quente.

Estudos recentes mostraram que a adição de quasicristal em uma matriz dúctil através de moagem de alta energia seguida por compactação e extrusão a quente promove melhoras significativas das propriedades mecânicas dos compósitos (PASSOS, 2006, KIM *et al.*, 2011, Wolf *et al.*, 2012).

Neste trabalho foram desenvolvidos compósitos com matriz de alumínio reforçada com partículas quasicristalinas da liga AlCuFeB de modo a promover melhoras nas propriedades mecânicas dos compósitos.

A mistura do alumínio/quasicristal se deu por moagem de alta energia, usando um moinho planetário e razão bola massa 10:1. Os pós obtidos foram submetidos a compactação com uma pressão uniaxial e posteriormente extrudado a quente variando a temperatura e a razão de extrusão.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem por objetivo geral estudar a influência das variáveis do processo de extrusão a quente para a produção de compósitos alumínio com a liga quasicristalina $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$.

1.1.2 Objetivos Específicos

Obter partículas quasicristalinas da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ através de cominuição da liga produzida por fundição;

Obter pó do compósito alumínio-quasicristal por moagem de alta energia nas proporções de 0%, 6% e 20% em fração de volume de quasicristal;

Obter barras redondas de compósitos;

Avaliar a influência das variáveis do processo de extrusão nas propriedades mecânicas.

1.2 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

Para uma melhor compreensão e por questão didática o trabalho foi organizado em 7 capítulos.

No capítulo 1, fez-se uma breve abordagem ao tema enfatizando os materiais quasicristalinos, a formação de compósitos com matriz dúctil e explicitando a metodologia e os objetivos do trabalho.

No capítulo 2, realizou-se uma revisão bibliográfica mostrando um breve histórico sobre o alumínio e a obtenção de ligas de alta resistência.

No capítulo 3 é dedicado aos quasicristais, mostrando suas características e o sistema ternário Al-Cu-Fe, e enfatizando suas técnicas de obtenção, suas propriedades e as suas aplicações.

O capítulo 4 é destinado ao processo de extrusão, mostrando as variáveis e os prováveis defeitos que possam ocorrer. Também é dado um enfoque aos compósitos e as técnicas de fabricação, com ênfase aos compósitos obtidos por extrusão.

O capítulo 5 é dedicado à parte experimental desenvolvida nessa pesquisa, os materiais utilizados, enfatizando a técnica de produção dos quasicristais, o método de produção dos compósitos, bem como as técnicas de caracterização utilizadas.

Os resultados e as discussões sobre os compósitos obtidos estão abordados no capítulo 6, onde se busca analisar as informações e as características desses materiais, bem como a influência das variáveis de obtenção nas propriedades mecânica.

As conclusões finais serão abordadas no capítulo 7 e finalizando com algumas sugestões para trabalhos futuros.

Ainda foi adicionado um apêndice A, onde é abordado o planejamento de experimento. Nesse apêndice faz-se um breve resumo de como construir um planejamento de experimento, enfatizando a sua importância dentro de trabalho experimental e finaliza com os planejamentos desenvolvidos na realização dessa pesquisa.

CAPITULO II

ALUMINIO E SUAS LIGAS

2.1 INTRODUÇÃO

Desde que o alumínio começou a ser empregado em escala industrial, vários estudos têm sido feitos buscando melhorar suas propriedades mecânicas e físicas e ampliar o seu uso. Isso se deve ao fato do alumínio ser um material leve, de alta ductilidade, bom condutor elétrico e térmico e possuir elevada resistência à corrosão (ABAL, 2008). Além disso, o alumínio vem se destacando no âmbito nacional como material mais reciclado, superando até valores internacionais, com índice de reciclagem superior a 90% (IBGE, 2012). Isso mostra a importância desse metal no mercado nacional e internacional.

O alumínio e suas ligas apresentam-se como melhor alternativa a inúmeras aplicações, das quais podem ser citados: esquadrias e janelas, latas de bebidas, decorações, condutores elétricos, motores de avião, estruturas de navios e de aviões dentre outras (ROBERTS, 2000). Outra característica importante é que o alumínio é não tóxico, fato que permite sua aplicação em utensílios domésticos, bem como nas embalagens de produtos alimentícios sem qualquer efeito nocivo ao organismo humano.

A resistência à tração do alumínio comercialmente puro é de aproximadamente 90MPa. Esta baixa resistência é um dos principais fatores limitantes para a sua aplicação como material estrutural (ABAL, 2008). Porém, a melhoria nas propriedades do alumínio e suas ligas podem ser obtidas por diversas técnicas tais como: trabalho a frio, fundição, tratamento térmico, ou ainda pode ser endurecida por soluções sólidas, pela formação de precipitados duros, por refinamento do grão ou por adição de reforço. Essas técnicas levam o limite de resistência à tração de 500 - 600MPa a temperatura ambiente. Com o avanço

das técnicas de processamento foi possível produzir ligas de alumínio cada vez mais resistentes. Estudos recentes buscam desenvolver ligas de alumínio de alta resistência, utilizando para isso materiais com estruturas não periódicos consistindo de fase amorfa ou quasicristalina (INOUE, KIMURA, 2001).

Para Kim *et al.*, (1999), as ligas amorfas a base de alumínio apresentam uma resistência mecânica de 1200MPa. Enquanto outras, que apresentam partículas nanocristalinas numa matriz amorfa elevam a sua resistência para cerca de 1560MPa. Esse valor é três vezes maior do que o nível de resistência das ligas convencionais de alumínio de maior resistência (INOUE, KIMURA, 2001).

As ligas com estrutura nanocristalina do sistema base alumínio, manganês, titânio e ferro exibem alta resistência mecânica, combinada com boa ductilidade. Além disso, apresenta alta sensibilidade a magnetoestricção, no sistema base ferro; altíssima magnetorresistência em ligas de cobre cobalto e prata cobalto e altas propriedades catalíticas nas ligas base alumínio (INOUE *et al.*, 1996). A Tab. (2.1) apresenta algumas propriedades mecânicas para ligas base alumínio.

Tabela 2.1 - Propriedades Mecânicas de ligas amorfas base alumínio (INOUE *et al.*, 1996).

Ligas (%at.)	Resistência a tração (MPa)	Módulo de Yong (GPa)	Dureza Vickers (DPN)
Al ₈₈ Y ₂ Ni ₁₀	920	71	340
Al ₈₇ Y ₈ Ni ₅	1140	71,2	300
Al ₈₈ La ₇ Ni ₅	1050	74,8	300
Al ₈₅ La ₆ Ni ₉	1010	76,2	320
Al ₈₆ Ce ₆ Ni ₈	930	68,3	300
Al ₈₅ Zr ₅ Ni ₁₀	800	80,4	340
Al ₈₅ Y ₈ Ni ₅ Co ₂	1250	74	350
Al ₈₅ Y ₅ Ni ₉ Mn ₁	1200	62	280
Al ₈₈ Ce ₂ Ni ₉ Zr ₁	1210	61	275

2.2 TÉCNICAS DE ELABORAÇÃO

Nas últimas décadas, as ligas base alumínio, produzidas por diversas técnicas, apresentaram uma melhora significativa nas suas propriedades mecânicas em relação às

ligas cristalinas convencionais. Segundo Inoue e Kimura, (2001), essas ligas podem ser classificadas em seis tipos, de acordo com sua microestrutura, conforme mostra o esquema da Fig. (2.1).

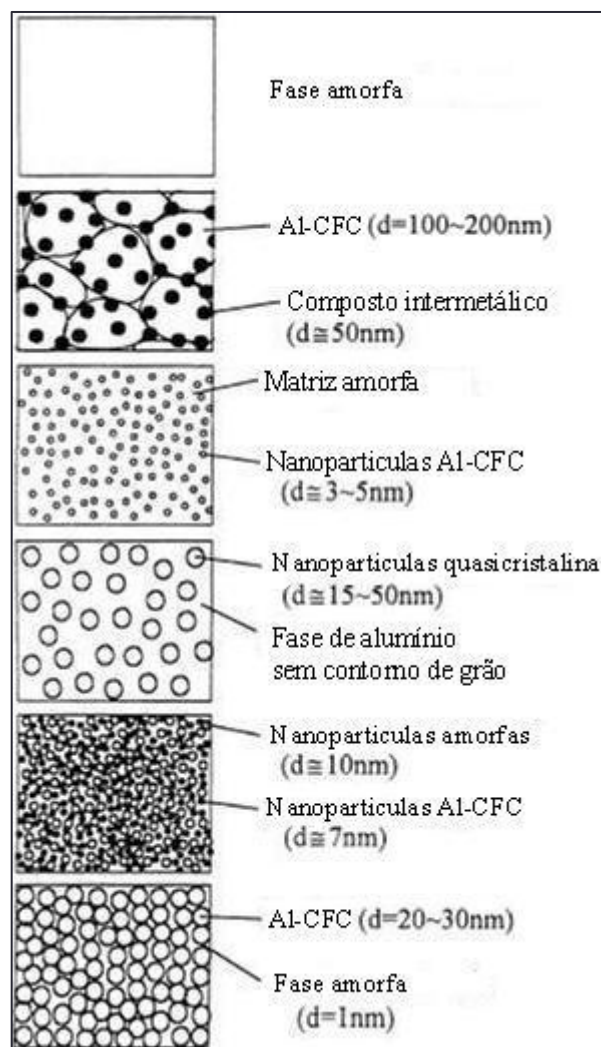


Figura 2.1 - Microestruturas de ligas base alumínio (INOUE, KIMURA, 2001).

1. Ligas amorfas;
2. Composto intermetálico formado por alumínio CFC e fase amorfa cristalizada;
3. Partículas nanocristalinas de alumínio CFC incorporada em uma matriz amorfa;
4. Estruturas nanoquasicristalinas composta por partículas quasicristalina cercada por fase de alumínio sem contorno de grão;
5. Amorfos nanogranulares coexistindo com a liga de alumínio;
6. Fases de alumínio nanogranular coexistindo com fase amorfa.

A maior limitação para a utilização de técnicas convencionais, para a fabricação de novos materiais, é a afinidade de ligações entre alguns elementos na formação de ligas. Quando se trata de materiais, cujos elementos possuem pontos de fusão bastante diferentes, essas limitações são mais acentuadas, prejudicando o desenvolvimento de peças ou componentes mecânicos (BENJAMIN, 1976). A fim de obter novas ligas e novas composições, alguns processos não convencionais foram desenvolvidos nas últimas décadas. Dentre esses processos os mais usados são: o "melt- spinning" a "mechanical alloying" e a atomização (CHAMPIER, 1990), apud Coelho, (2001).

O processo de solidificação rápida apresenta como vantagem o refinamento do grão da matriz e formação de alto volume de precipitados finos. As ligas de alumínio, obtidas por essa técnica, proporcionam a melhora da ductilidade e aumenta a resistência à fratura, a estabilidade térmica, a dureza, a resistência mecânica e a resistência à corrosão. Já as ligas de alumínio produzidas por atomização ocasionam aumento do módulo de elasticidade. No campo da metalurgia do pó, os materiais à base de alumínio oferecem melhorias significativas das propriedades mecânicas.

Como se pode observar, os materiais produzidos por essas técnicas apresentam propriedades mecânicas superiores aos processos convencionais. Essa melhora se deve ao aumento do limite de solubilidade dos elementos de adição na matriz de alumínio, permitindo a precipitação de fases intermetálicas mais finas e proporcionando uma melhoria das propriedades mecânicas do material (COELHO, 2001).

As ligas amorfas ricas em alumínio com concentração acima de 88% at. geralmente cristaliza-se em duas fases, onde a primeira fase de reação exotérmica é devido ao precipitado do Alumínio CFC e o segundo, exotérmica, resulta da decomposição da fase amorfa em compostos intermetálicos. Quando existe um controle da taxa de resfriamento dessas ligas, pode-se obter um composto formado por partículas de alumínio CFC incorporadas em uma matriz amorfa. Variando a fração de volume de 0% a 25% da fase alumínio CFC, pode-se aumentar a resistência a fratura de 1100MPa a 1560MPa acompanhada do aumento de dureza de 280Hv a 400Hv e do módulo de Young de 63GPa a 71GPa (INOUE, KIMURA, 2001).

Outra vertente para a utilização do alumínio é a produção de compósito usando o processo de injeção da matriz líquida sobre as fibras. Porém, o desvio na utilização dessa técnica reside nos problemas de ligação fibra matriz, no processamento em elevadas temperaturas e na capacidade para produzir formas geométricas desejadas (VIJAYARAM

et al., 2006). Outro caminho usado na produção de compósito base alumínio é através da metalurgia do pó. Nesse caso, os pós de matriz e reforço são obtidos por moagem de alta energia e posteriormente prensados a frios seguidos por trabalho a quente como forjamento, extrusão ou prensagem isostática a quente (KACZMAR *et al.*, 2000, CLYNE, 2001).

Os compósitos formados com matriz metálica, também conhecida como (CMM), abrange uma gama, relativamente alta, de materiais definidos pelo metal da matriz, geometria e tipo de reforço. O desenvolvimento desses materiais tem sido considerado uma das maiores inovações em materiais nos últimos anos, juntamente com uma larga aplicação na indústria (PENG 2002). No campo da matriz, a maioria dos sistemas tem sido estudada, destacando-se entre eles, o sistema base alumínio. Estudo recentes, (KIM *et al.*, 2011), mostraram que a adição de fase quasicristalina e manganês em uma matriz dúctil, através de moagem de alta energia seguida por extrusão a quente, promoveu o aumento da resistência mecânica do compósito, chegando a 1113MPa, para o compósito formado por Al+25QC+8%Mn.

CAPÍTULO III

OS QUASICRISTAIS

3.1 GENERALIDADES

Em 1984 foi descoberta por Shechtman *et al.*, os quasicristais (DUBOIS, 2000, HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004; YONG, *et al.*, 2005). Esse novo material conhecido como o terceiro estado sólido da matéria, após o cristal clássico e o estado amorfo, apresenta uma orientação a longo alcance paralela a ordem de translação.

Shercthman, após quase 30 anos da descoberta dos quasicristais, em novembro de 2011, recebeu o merecido Prêmio Nobel da Química pela Academia Real de Ciências da Suécia, tirando qualquer dúvida que restava, quanto à grande importância destes materiais para o conhecimento científico e para o desenvolvimento tecnológico (SHECHTMAN, 2011).

A descoberta dos quasicristais por Shercthman *et al.*,(1984) se deu através da solidificação rápida de uma liga Al-Mn, cujo padrão de difração exibia, surpreendentemente, eixo de simetria de ordem cinco. Tal simetria é proibida pela cristalografia clássica. Contudo, esses materiais apresentam estrutura atômica ordenada, característica típica dos cristais, mas não são periódicas, devido à presença do eixo de simetria proibida (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Em um sólido, os átomos podem estar distribuídos, no espaço, de três maneiras distintas: arranjado periodicamente, o que corresponde ao estado cristalino, em um arranjo aleatório, sem nenhuma ordem de longo alcance, que corresponde ao estado amorfo e em um arranjo cuja estrutura é atômica ordenada, mas não é periódica, que são os quasicristais. Esse material, cuja estrutura apresenta simetria não cristalográfica, vem

sendo investigado por muitos pesquisadores, devido as suas propriedades estruturais, eletrônicas e magnéticas, bastantes diferentes dos cristais convencionais (DUBOIS, 2000).

Os materiais cristalinos tradicionais apresentam átomos ou moléculas de uma maneira arranjada e repetida infinitamente. Essa periodicidade engloba um conjunto de regras específicas, no qual inclui a permissão de rotação e simetria. Para esses materiais apenas as simetrias um, dois, três, quatro e seis vezes pode descrever o arranjo dos átomos (PADILHA, 1997). O que significa na prática, que a característica da rede cristalina não muda após uma rotação de $2\pi/n$, onde n assume os valores um, dois, três, quatro ou seis. De acordo com essa definição, a simetria de ordem cinco e qualquer simetria maior que seis, são proibidas.

Ao contrário dos materiais cristalinos, os quasicristais apresentam ordem translacional quase periódica de longo alcance e simetria de rotação cristalográfica proibida, tais como os eixos de ordem cinco, oito, dez e doze formando estruturas icosaedrais, octagonais, decagonais e dodecagonais (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

3.2 QUASICRISTAIS DO SISTEMA AlCuFe

Após a descoberta dos quasicristais, muitas pesquisas se voltaram para o estudo desses materiais. Atualmente, centenas de ligas quasicristalinas são conhecidas, sendo a maioria de base alumínio. As ligas do sistema Al-Cu-Fe tem atraído os pesquisadores e se destacado devido a vários fatores, dentre eles, a facilidade de obtenção desses elementos, baixa toxicidade e também pelo custo do processamento ser relativamente baixo, ao contrário de muitos elementos que são utilizados na obtenção de outras ligas quasicristalinas (YOKOYAMA *et al.*, 2000).

A liga quasicristalina do sistema Al-Cu-Fe é termodinamicamente estável e sua estrutura podem ser previstas utilizando o diagrama de fase de equilíbrio como o representado na Fig. (3.1). Portanto, pode ser preparado pelos processos de equilíbrio convencionais que utilizam procedimentos de fusão e solidificação (SORDELET, DUBOIS, 1997). Segundo Cavalcante (2011), os primeiros a estudar a relação entre composição e formação da fase quasicristalina icosaedral do sistema Al-Cu-Fe foi Bradley e Goldschmidt, em 1939. Eles identificaram uma fase ψ , que seria de composição AlCu_2Fe e estaria na região monofásica de composição $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{22,5}\text{Fe}_{12,5}$, formada pela reação

peritética da fase $\beta_2\text{-AlFe}_3$ com o líquido remanescente. A Fig. (3.1) mostra o diagrama de fase ternário da liga de AlCuFe rica em alumínio.

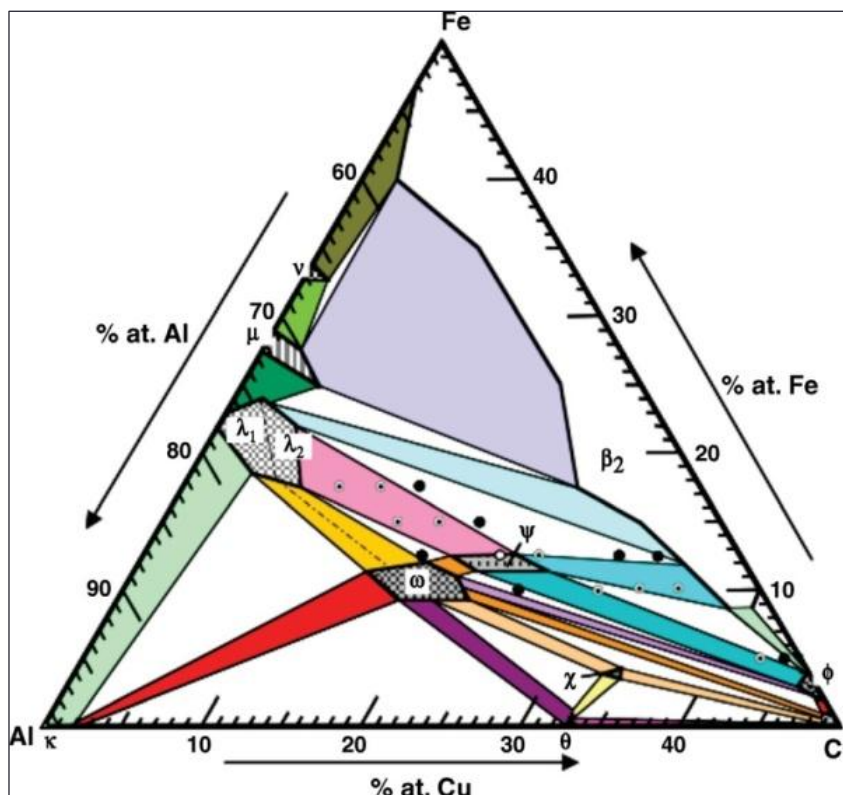


Figura 3.1 - Diagrama de fases ternário da liga de AlCuFe rica em alumínio (DUBOIS *et al.*, 2008).

Desde a sua descoberta, a estrutura da fase Ψ ficou sem identificação. Porém, em 1987, TSAI *et al.*, constatou que ela tinha uma estrutura icosaédrica. A partir daí, a fase icosaedral $i\text{-AlCuFe}$ ficou bem conhecida e é formada pela reação peritética, a, aproximadamente, 880°C entre um líquido remanescente L e as fases $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ e $\beta\text{-Al}_{50-x}(\text{CuFe})_{50+x}$, de acordo com a seguinte relação: $L + \lambda + \beta \leftrightarrow i\text{-AlCuFe}$.

Outros diagramas são encontrados na literatura, o diagrama de equilíbrio do sistema AlCuFe (FAUDOT *et al.*, 1993), e os diagramas pseudo-binário esquematizado por (FAUDOT *et al.*, 1991, YOKOYAMA *et al.*, 2000). Em todos eles, a formação da fase quasicristalina ocorre devido à reação peritética das fases β , λ e o líquido remanescente em uma faixa de temperatura de 800°C a 860°C .

As fases que constituem o sistema ternário AlCuFe estão apresentados na Tab. (3.1). Nela estão indicadas as fases, as fórmulas e as estruturas de cada uma das fases (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Tabela 3.1 – Fases do sistema AlCuFe (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Fase	Fórmula	Estrutura
η	AlCu	Ortorrômbica tipo Ni_2Al_3
τ	AlCu(Fe)	
θ	Al_2Cu	Tetragonal
λ	Al_7Fe_2	Ortorrômbica
λ_1, λ_2	Al_3Fe	Com diferentes quantidades de cobre dissolvido
λ	$\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$	Monoclínica
μ	Al_5Fe_2	Monoclínica
β_1	AlFe_3	CCC
β	$\text{Al}_5(\text{Cu},\text{Fe})_5, \text{AlFe}(\text{Cu})$	Cubica (tipo CsCl)
ϕ	$\text{Al}_{10}\text{Cu}_{10}\text{Fe}$	tipo Ni_2Al_3
χ	$\text{Al}_{18}\text{Cu}_{10}\text{Fe}$	
ψ	$\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$	Icosaedral
ω	$\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$	Tetragonal

3.3 METODOS DE OBTENÇÃO DOS QUASICRISTAIS

A formação de quasicristais normalmente pode ser prevista através do diagrama de fase, e podem ser produzidas pelos processos de equilíbrio convencionais, que utilizam procedimentos de fusão e solidificação (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004). Dentre as técnicas encontradas na literatura para a obtenção dos quasicristais pode-se destacar: solidificação rápida “melt-spinning” (DONG *et al.*, 2001; HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004, VUORINEN, 2005, AVAR *et al.*, 2008), a moagem de alta energia (KALOSHKIN, *et al.*, 2004, YONG *et al.*, 2005, CHERDYNTSEV *et al.*, 2007, WANG *et al.*, 2008; YIN *et al.*, 2007), a deposição (LI *et al.*, 2002), a técnica de plasma “spray” que já vem sendo usada com sucesso (ZHOU *et al.*, 2006) e a solidificação lenta (JANOT, DUBOIS, 1998, GOGEBAKAN *et al.*, 2011).

O processo de fusão/solidificação lenta convencional tem sido também, utilizado em alguns sistemas de liga com sucesso. O primeiro relato sobre o uso dessa técnica data de 1986, quando Bruno Dubosk obteve uma fase única quasicristalina da liga Al-Li-Cu (JANOT, DUBOIS, 1998). Quando se utiliza a solidificação lenta, na maioria dos casos, obtém-se uma fase cristalina em conjunto com fração de fase quasicristalina. Pode-se

observar em alguns estudos (ROSAS, PÉREZ, 1998, YONG *et al.*, 2005, ZHOU *et al.*, 2006) que tratamentos térmicos apropriados possibilitaram o aumento da fase quasicristalina, podendo chegar a atingir uma única fase quasicristalina, dependendo da composição da liga (DUBOIS, 2000).

3.4 PROPRIEDADES DOS QUASICRISTAIS

Desde a sua descoberta várias pesquisas se voltaram para o estudo dos materiais quasicristalinos. Isto se deve às importantes propriedades inerentes a estes materiais, que são de grande interesse para aplicações comerciais. Dentre estas propriedades merecem destaque: o baixo coeficiente de atrito, alta dureza, resistência ao desgaste e oxidação, baixa condutividade térmica e elétrica (SHAITURA, ENALEEVA, 2007).

As ligas quasicristalinas são fundamentalmente diferentes das ligas metálicas cristalinas, mesmo quando suas composições são muito próximas. Por exemplo, os quasicristais ricos em alumínio, tem condutividade elétrica muito baixa, quando comparada com ligas de base alumínio cristalinas ou amorfas a baixas temperaturas. Além do mais, essa condutividade diminui com o aumento da temperatura, contradizendo o comportamento dos metais comuns. Sua condutividade térmica, também, é muito baixa (ROUXEL, PIGEAT, 2006). As ligas quasicristalinas i-AlCuFe e i-AlPdMn possuem boa resistência à corrosão e à oxidação e em baixas temperaturas, têm propriedade térmica semelhante à de alguns óxidos, tais como os de Zircônia, que são considerados excelentes isolantes.

As ligas icosaedrais AlCuFe são de grande interesse comercial por apresentarem baixo coeficiente de atrito, elevada dureza e boa resistência a temperatura ambiente. Essas ligas apresentam, ainda, baixo coeficiente de expansão térmica e elasticidade, caracterizada pelo Módulo de Young, próxima dos metais comuns (JENKS, THIEL, 1998; TCHERDYNTSEV *et al.*, 2005).

Como os materiais cristalinos, os quasicristais têm suas propriedades fortemente relacionadas com sua composição. Assim, um simples ajuste ou substituição de um elemento na composição da liga pode levar a alterações importantes de suas propriedades. Por exemplo, para as ligas do tipo i-Al-Cu-Fe, quando ocorre a substituição de Al (menos que 7 %) por boro (B) se produz materiais quasicristalino, com quase 100% da fase i-

AlCuFe, cuja dureza aumenta de 700 a 800 Vickers (DUBOIS, 2000). Além disso, a adição do boro diminui o coeficiente de atrito (KENZARI *et al.*, 2012).

Estudos sobre a oxidação dos quasicristais mostraram que o processo é, significativamente, retardado em comparação com as fases cristalinas (SHAITURA, ENALEEVA, 2007). A oxidação destes materiais é maior do que o verificado nos materiais com fases cristalinas, embora a camada de óxido formada no quasicristal seja mais fina do que no alumínio convencional (ROUXEL *et al.*, 2006).

3.5 APLICAÇÕES DOS QUASICRISTAIS

As pesquisas com quasicristais tiveram uma grande evolução ao longo dos últimos 20 anos, devido às importantes aplicações tecnológicas em potencial, tornando assim um objeto de intenso estudo. A razão para o grande interesse desses materiais reside na sua estrutura e propriedades. O processamento desses materiais como filmes finos, revestimentos, cargas para compósitos, etc. com características reprodutíveis, vida útil elevada e baixo custo tornou-se um assunto de interesse para vários setores empresariais (DUBOIS, 2000).

A estrutura atômica da superfície dos quasicristais é ordenada a longo alcance, mas não periódica. Essa característica desse material lhe confere uma combinação de propriedades físicas incomum. Tais propriedades já levaram a algumas aplicações como material de revestimentos e na fabricação de compósitos (CAI *et al.*, 2001).

Uma das primeiras formas de comercialização do material quasicristalino com resultados satisfatórios foi no uso de recobrimento de superfície de painéis. Eles também podem ser usados no recobrimento de peças sujeitas a movimentos relativos, com o objetivo de reduzir o desgaste das peças. Também é promissor o uso em dispositivos para a conversão de calor em energia, como motores de explosão, peças que suportam elevadas temperaturas (JANOT, DUBOIS, 1998).

Outra possibilidade de aplicação que vem sendo estudada é o uso das ligas Al-Cu-Fe para absorção de energia solar. Filmes extremamente finos, têm sido produzidos na obtenção de camadas anti-reflexo. Estas superfícies apresentam alta absorção da luz solar (absorção de até 90%) e baixa emissividade térmica (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Dentre as aplicações dos quasicristais podem-se enumerar como materiais para absorção e armazenamento de hidrogênio, como catalisadores e em utensílios cirúrgico (JANOT, DUBOIS, 1998).

Para Dubois, (2000) um caminho para o uso de quasicristal em escala industrial é a fabricação de compósitos. Nesta linha de pesquisa, compósito a base alumínio reforçado com nanopartículas de quasicristal tem sido estudada com a finalidade de aumentar a resistência do compósito (PASSOS, 2006). Estudos recentes mostram que compósitos formados por alumínio com reforço de partículas quasicristalinas através de moagem de alta energia, seguido de extrusão a quente, apresentam resistência da ordem de 1113MPa (KIM et al., 2011).

ANDERSON *et al.*, (2002) obtiveram um compósito de polietileno com quasicristal Al-Cu-Fe com boa resistência mecânica e ao desgaste que, combinados, demonstram que esses compósitos são promissores para aplicações como biomateriais para próteses.

Outra vertente é a fabricação de compósito por sinterização seletiva a laser (SSL). Essa técnica tem sido utilizada no processamento de compósitos a base de polímeros com reforço de partículas AlCuFeB quasicristalinas. Esses compósitos mostraram uma redução no atrito e melhor resistência ao desgaste quando comparado com outros compósitos obtidos por essa técnica. Além disso, quase não apresentaram porosidade e são à prova de vazamento, permitindo seu uso direto em muitas aplicações fluídicas (KENZARI *et al.*, 2012).

A alta resistência e a deformação são propriedades de grande interesse para aplicações como materiais estruturais, principalmente na área de transporte automóviles e aeronáutico. Nessa linha de pesquisa, compósito reforçado com ligas quasicristalinas processada por extrusão a quente apresentaram boa resistência à tração e melhora significativa na deformação (OHHASHI *et al.*, 2011).

Cabe se destacar que as aplicações dos quasicristais ainda são limitadas pela sua alta fragilidade e baixa deformação a temperatura ambiente. Contudo, estes obstáculos têm sido contidos através do uso de quasicristais na forma de multifases e de materiais compósitos ou como revestimentos.

O crescimento significativo das pesquisas a respeito dos efeitos relacionados às propriedades, a microestrutura e o processamento dos quasicristais pode fornecer novas aplicações em potencial para esse material.

CAPÍTULO IV

EXTRUSÃO DE COMPÓSITOS

4.1 PROCESSO DE EXTRUSÃO

A extrusão é o processo de conformação termo-mecânica que consiste em reduzir a seção transversal de um determinado material (tarugo), fazendo o mesmo fluir através do orifício de uma matriz (ferramenta) sob a ação de altas pressões aplicada sobre um pistão, podendo ser, concomitantemente, sob aquecimento, conforme ilustra a Fig. (4.5) (DIETER, 1981, BRESCIANI FILHO *et al.*, 2011).

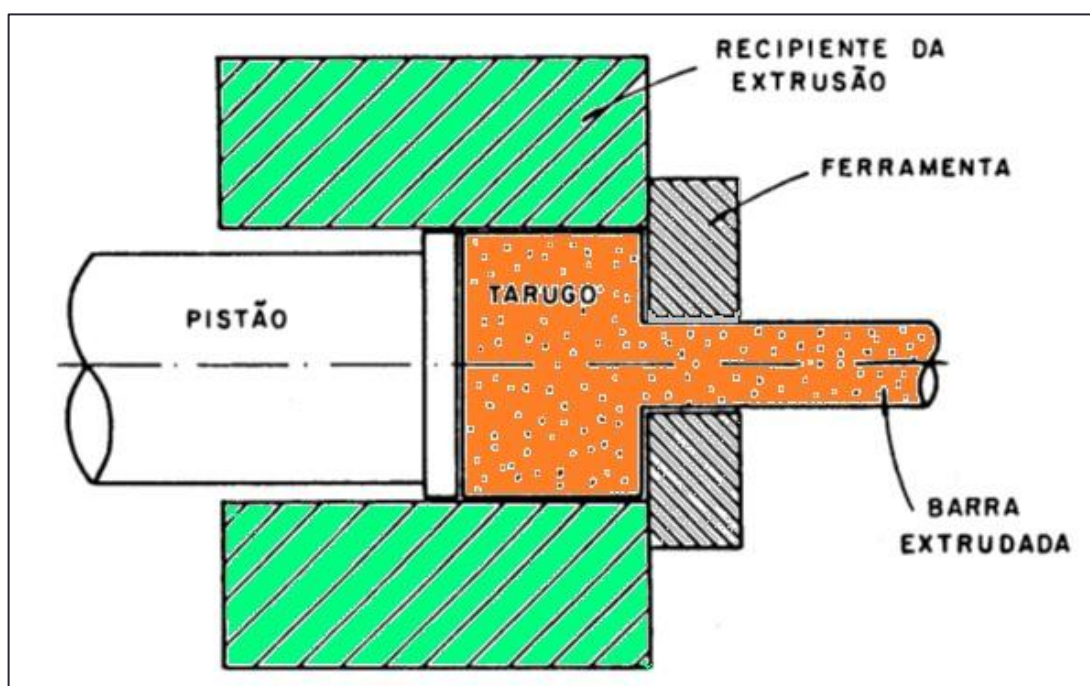


Figura 4.1 – Ilustração do processo de extrusão (BRESCIANI FILHO *et al.*, 2011).

A extrusão normalmente é usada para produzir barras cilíndricas ou tubos vazados, mas podem ser produzidas seções transversais de forma irregular nos metais mais facilmente extrudáveis como o alumínio. Devido às grandes forças necessárias para a extrusão, a maioria dos metais é extrudada a quente em condições onde a resistência à deformação do metal é baixa. Porém, para muitos metais a extrusão a frio se tornou processo comercialmente importante. Nesse tipo de processo as forças de reação do tarugo com o container e com a matriz resultam em tensões compressivas elevadas, as quais são efetivas na redução do trincamento do material durante a redução primária do tarugo. Essa é uma razão muito importante para o aumento da utilização da extrusão na transformação mecânica dos metais de difícil conformação como os aços inoxidáveis, ligas à base de níquel, e outros materiais para baixas temperaturas (DIETER, 1981).

O processo de extrusão é utilizado comercialmente desde o final do século XIX. Porém, o primeiro grande incremento de utilização de perfis extrudados ocorreu durante a segunda guerra mundial, quando perfis extrudados de alumínio foram produzidos em grande quantidade, para serem utilizados em componentes aeronáuticos.

Com a introdução de ligas de alumínio intermediárias, tratáveis termicamente na própria prensa de extrusão, e na melhora da “extrudabilidade” dos materiais, verificou-se uma rápida expansão dessa indústria no pós-guerra. Hoje se tem muitas aplicações desses materiais, nas quais podemos citar: sistemas de fachadas de cortina, componentes de carroceria de ônibus e caminhões, portas e janelas e estruturas aeroespaciais. Outras aplicações merecem destaque como na indústria de eletroeletrônica: trocadores de calor, fios e cabos, na indústria naval: estruturas para barcos, mastros etc, na indústria aeronáutica: peças de avião, suporte de poltrona, etc, na indústria metal-mecânica: barras em formato maciço para usinagem de peças diversas, na indústria de armamentos: peças variadas de armas, corpos de pistolas, etc, dentre outras, onde o aumento da resistência mecânica é relevante, pois o processo de extrusão de metais proporciona este aumento devido à conformação mecânica na qual o metal é submetido (ABAL, 2008).

O alumínio e suas ligas apresentam boa ductilidade, permitindo o seu uso em processos que implicam elevados graus de deformação, como é o caso da extrusão. Além disso, a produtividade é alta, o que permite uma redução significativa dos custos, eliminando operações posteriores de usinagem, quando se usa esse processo de fabricação Costa *et al.*, (2006).

O processo de extrusão também é utilizado na conformação do pó de ligas metálicas. Dentre os vários tipos de extrusão de pó conhecidos, destacam-se: a pré-compactação do lado de fora da prensa, o encapsulamento do pó antes da extrusão e o processo de compactação de pulverização (BAUSER, *et al.*, 2006).

Todo o processo de extrusão é realizado com o metal no estado sólido. Porém, a extrusão pode ser realizada a frio ou a quente. Quando é realizada a frio, a deformação ocorre a uma temperatura abaixo da temperatura de recristalização, já no caso da extrusão a quente o material se deforma a uma temperatura acima da temperatura de recristalização. Essa temperatura esta diretamente atrelada ao metal que esta sendo extrudado. Por exemplo, para a extrusão do alumínio, a temperatura recomendada varia entre 340°C a 530°C (ABAL, 2008).

O processo de extrusão pode ser classificado quanto ao tipo de movimento do material em extrusão direta e indireta (ou inversa). O primeiro tipo apresenta como vantagem a simplicidade do equipamento. Pois não exige um pistão oco, sendo assim o mais utilizado. Já a extrusão indireta exigir menor esforço de deformação e permitir a obtenção de um produto mais homogêneo (BRESCIANI FILHO *et al.*, 2011). Outras classificações a respeito do processo de extrusão também são encontradas, tais como, extrusão hidrostática, por impacto e lateral (KALPAKJIAN, SCHMID, 2001).

4.2 TIPOS DE EXTRUSÃO

4.2.1 Extrusão Direta

Nesse tipo de extrusão, o bloco (tarugo) a ser processado é colocado num container (camisa) e forçado com um pistão ou êmbolo a passar através do orifício da matriz pela ação de forças de compressão. O material atravessa a matriz no mesmo sentido de deslocamento do pistão, conforme é observado na Fig. (4.2). Nesse tipo de extrusão o atrito entre o material e o recipiente de extrusão é muito intensa, o que resulta em pressões de compressão mais elevadas (STOREN, 1993, BRESCIANI FILHO *et al.*, 2011).

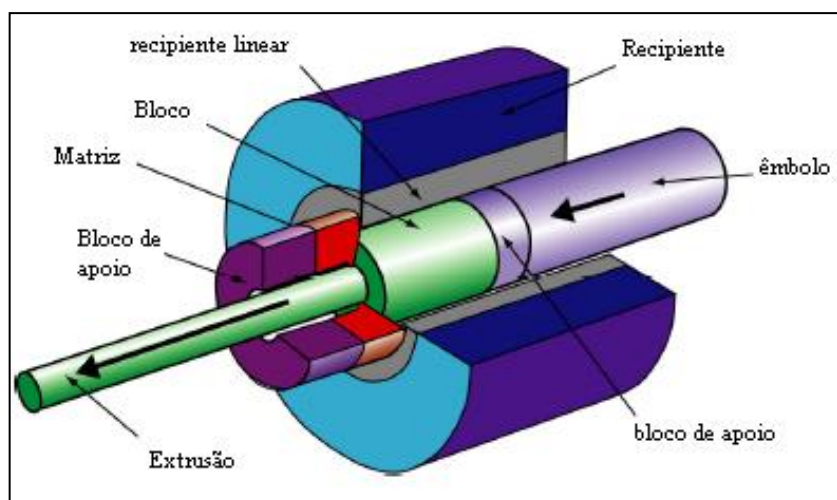


Figura 4.2 – Ilustração do processo de extrusão direta (PASSOS, 2006).

4.2.2 Extrusão Indireta

No processo de extrusão indireta o recipiente (camisa) é fechado em uma das extremidades, e o tarugo (bloco) é colocado dentro do mesmo. O material é submetido à ação de forças de compressões do êmbolo sobre matriz (ferramenta), fazendo com que o material escoe pelo êmbolo no sentido contrário ao seu movimento, conforme pode ser observado na Fig. (4.3). Nesse tipo de extrusão, as forças de atrito entre o movimento relativo do bloco de metal e das paredes do recipiente são muito pequenas, e as pressões necessárias são também menores do que na extrusão direta, permitido assim um produto mais homogêneo. Em contrapartida, devido ao êmbolo ser oco, existe uma limitação da carga a ser aplicada. E por essa razão, é mais difícil a produção de perfis com geometrias mais complexas (STOREN, 1993, BRESCIANI FILHO *et al.*, 2011).

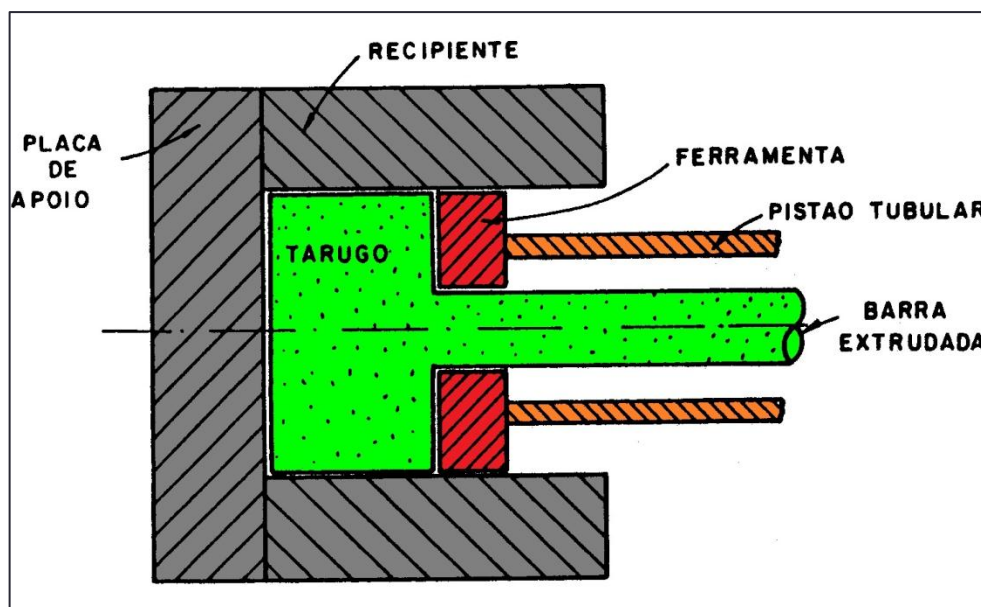


Figura 4.3 – Ilustração do processo de extrusão indireta (BRESCIANI FILHO *et al.*, 2011).

4.3 VARIÁVEIS DO PROCESSO DE EXTRUSÃO

No processo de extrusão existem muitas variáveis que influenciam diretamente na qualidade dos extrudados, as principais são: temperatura do material, a velocidade de extrusão, a pressão de extrusão, a Geometria da Matriz, a razão de extrusão e o tipo de lubrificante (DIETER, 1981, KALPAKJIAN, SCHMID, 2001, COSTA *et al.*, 2006). Tais variáveis são descritas abaixo:

4.3.1 Temperatura de Trabalho

A temperatura deve ser suficiente para melhorar a capacidade de conformação plástica do material conduzindo a recristalização. Contudo, não deve ser muito alta para evitar gasto excessivo de energia, desgaste das ferramentas de extrusão, evitar a oxidação excessiva do tarugo e a possibilidade de fragilização a quente, fenômeno esse devido à fusão de microconstituintes de ponto de fusão mais baixo.

A utilização da temperatura mínima que propicie ao metal a necessária plasticidade, sem a ocorrência de problemas é vantajoso. Pois devido à intensa deformação produzida durante o processo de extrusão é possível que ocorra um sensível aquecimento

do metal e, por isso, a temperatura máxima do processo deve ser inferior a de “liquação” que é a temperatura de fusão nos contornos de grãos (ABAL, 2008).

4.3.2 Velocidade de Extrusão

Quanto maior for a velocidade de extrusão maior será o calor gerado, e consequentemente maior será a temperatura. É preciso ter muito cuidado com o aumento da temperatura provocado pela velocidade de extrusão, pois esse aumento pode fazer o metal atingir seu ponto de fusão e, como consequência provocar fissuras superficiais ou mesmo esboroamento do extrudado. A velocidade de extrusão no centro do extrudado é maior do que na periferia, devido ao atrito do metal com a matriz (ABAL, 2008). O efeito da velocidade extrusão sobre o processo de extrusão de perfil de alumínio foi estudado através de simulações numéricas por ZHANG *et al.*, (2011).

4.3.3 Pressão de Extrusão

A pressão depende de vários fatores tais como: natureza do material, mudança das propriedades com a temperatura e com a velocidade de trabalho e geometria da ferramenta (matriz); sendo esse o fator mais influente. Outros fatores que afetam a pressão de extrusão são: a resistência mecânica da liga, grau de deformação do extrudado, a espessura, a relação comprimento do tarugo/diâmetro, a razão de extrusão, a temperatura do tarugo e das ferramentas (ABAL, 2008).

Uma maneira de determinar a pressão máxima para realizar a extrusão de um determinado material é utilizando a Eq.(4.1).

$$P_e = \sigma_e * (a + b * \ln R) \quad (4.1)$$

Onde:

σ_e – limite de escoamento do material;

R – razão de extrusão ($R = A_0/A_f$);

a e b – valores experimentais para o semiângulo da matriz.

Como as matrizes pode ser fabricadas com geometria diferente, consequentemente, elas possuem semiângulos diferentes. Segundo Coelho, (2001) para as

matrizes com semiângulo igual a 45° os valores de a e b são respectivamente 0,659 e 1,016.

A pressão é um parâmetro da extrusão que depende da resistência do material, da razão de extrusão, do atrito entre o recipiente e a matriz, e também da temperatura e velocidade de extrusão. Segundo Kalpakjian, Schmid, (2001) ela pode ser estimada calculando a força requerida para o processo de extrusão através da Eq. (4.2).

$$F = kA_0 \ln(A_0/A_f) \quad 4.2$$

Onde:

k - constante de extrusão que pode ser obtida do gráfico da Fig. (4.4);

A_0 - área da seção transversal inicial;

A_f - área da seção transversal final.

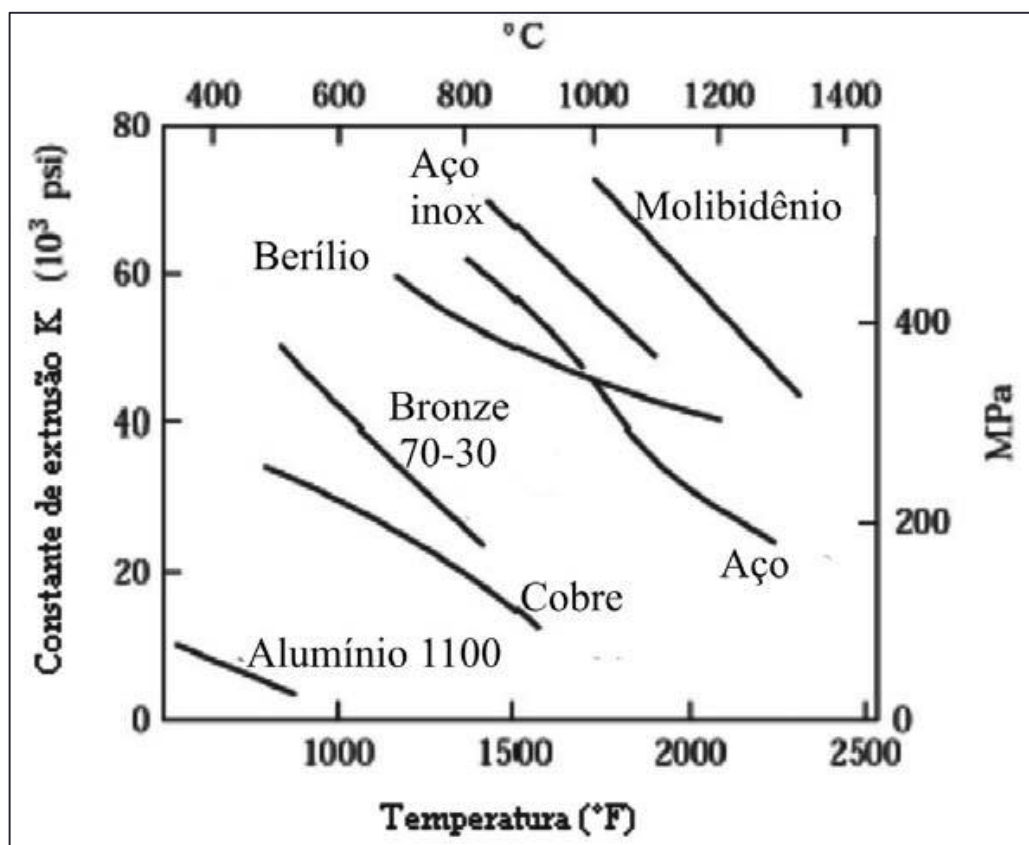


Figura 4.4 – Constante de extrusão para alguns materiais (KALPAKJIAN, SCHMID, 2001).

4.3.4 Geometria da Matriz ou Ferramenta

A geometria da ferramenta influencia diretamente na pressão de extrusão. Para matriz com abertura de cone maior a pressão tende a diminuir. Contudo, o maior contato entre o material e a ferramenta faz aumentar a pressão. É importante ressaltar que o aumento da parte cilíndrica da matriz usada para regularizar e calibrar as dimensões da seção transversal do extrudado, também eleva a força de atrito, durante a extrusão. Apesar de o esforço ser maior nas matrizes com abertura cônicas o escoamento é mais uniforme com relação às ferramentas de superfícies planas, de 180°. Porém, para a maioria das operações de extrusão, o ângulo ótimo da matriz (α) fica entre 45° e 60° (DIETER, 1981).

4.3.5 Razão de Extrusão

A razão de extrusão é um índice que mede a deformação na extrusão. Ela é razão da área inicial da seção transversal do tarugo com a área final da seção transversal depois da extrusão, e é calculada pela Eq. (4.3).

$$RE = A_0/A_f \quad 4.3$$

Onde:

RE – razão de extrusão;

A_0 - área da seção transversal da bucha do recipiente;

A_f - área da seção transversal do extrudado.

As razões de extrusão atingem cerca de 40:1 para a extrusão a quente do aço e podem ser muito altas para o alumínio, chegar a atingir 400:1 (DIETER, 1981). No caso do alumínio a razão mínima geralmente é de 6, o que corresponde a uma redução de área de 83%. Quando a razão de extrusão aumenta, a pressão necessária para extrusão também aumenta. Contudo, o uso de matrizes com aberturas múltiplas (furos) diminui a razão de extrusão e, portanto, a pressão necessária.

4.3.6 Condições de Lubrificação

Devem-se utilizar lubrificantes resistentes a altas temperaturas à base de óleos com grafita ou simplesmente grafita, para melhorar o acabamento superficial do extrudado e reduzir o desgaste da matriz.

Um lubrificante efetivo para a extrusão a quente deve ter uma resistência ao cisalhamento baixa e ser ainda estável o suficiente para evitar a decomposição em temperaturas elevadas. O filme de lubrificante para produzir os efeitos desejados deve ser completo e contínuo. Falhas no filme servem para iniciar zonas de cisalhamento que podem desenvolver superfícies trincadas. Porém, o lubrificante também pode ser levado para o interior da extrusão ao longo de bandas de cisalhamento, aparecendo assim, estrias longitudinais e estrias de óxido no produto final.

Para extrusão em temperaturas muito elevadas de aços e ligas à base de níquel, o lubrificante mais comum é o vidro fundido, processo “Ugine-Sejournet”. Nesse processo o tarugo é aquecido numa atmosfera inerte e recoberto com pó de vidro antes de entrar no container da prensa. O revestimento de vidro não serve apenas como lubrificante entre o tarugo e as paredes do container, mas serve também como isolante térmico para reduzir as perdas de calor (DIETER, 1981).

Outros fatores relevantes devem ser considerados no processo de extrusão. Porém, esses fatores estão ligados diretamente à montagem e ajustes dos equipamentos, mas podem ter grandes influências na qualidade do produto final.

4.4 DEFEITOS DE EXTRUSÃO

Segundo Bresciani Filho *et al.*, (2011) os defeitos que podem aparecer nos produtos extrudados, em função dos diversos fatores de influência referentes ao material, mas principalmente as condições de operação, são os seguintes:

- a) Vazios internos na parte final do extrudado, decorrentes ao problema do modo de escoamento; uma velocidade de extrusão muito grande, principalmente ao final do processo, pode acentuar a presença do defeito;

- b) Trincas de extrusão, de direção perpendicular à direção de extrusão, decorrentes de defeitos no lingote ou no tarugo, ao ser empregada uma temperatura de trabalho muito alta, associada ou não a uma velocidade elevada de extrusão;
- c) Escamas superficiais, ocasionadas pela aderência de partículas de material duro na superfície das ferramentas, provenientes da ação de desgaste ou da quebra de camadas superficiais do recipiente de extrusão; esse defeito pode ser causado também pelo desalinhamento do pistão ou por excessiva temperatura de trabalho;
- d) Riscos de extrusão, causados por irregularidades superficiais na ferramenta ou por resíduos de óxidos metálicos retidos em sua superfície;
- e) Inclusão de partículas de material estranho, que são arrastadas longitudinalmente, dando uma aparência de manchas provocadas por raspagens;
- f) Bolhas superficiais provenientes de gases retidos na fundição do lingote para extrusão ou no tratamento térmico de aquecimento para a mesma;
- g) Marcas transversais provocadas pela parada da prensa e retomada do movimento;
- h) Manchas e perda de cores, decorrentes da oxidação e contaminação superficial com substâncias estranhas ou provenientes do lubrificante.

Ainda podem ser encontrados defeitos provenientes da falta de homogeneidade estrutural, como granulação mais grosseira na superfície, ou segregações, provocadas pelos processos de preparação do lingote por fundição (ou tarugo por laminação) ou pela falta de uniformidade de temperatura através da secção transversal durante a extrusão.

Outro defeito que pode ser observado é a formação de uma cavidade no centro da superfície do material em contato com o pistão, também resultante da diferença entre a velocidade do núcleo e da periferia do lingote. Essa cavidade pode crescer em diâmetro e em profundidade de tal forma que pode transformar o que seria uma barra em um tubo. Esse defeito tem aspecto semelhante ao de um rechupe interno (KALPAKJIAN, SCHMID, 2001).

Também pode ser encontrado na extrusão o defeito de onda ou “corrida ruim”. Esse defeito é causado pelo desalinhamento do recipiente ou por um talão da matriz que não permita fluxo uniforme de metal. Ele também pode ser causado por resfriamento não uniforme na saída da prensa no caso de seções largas e delgadas (ABAL, 2008).

4.5 COMPÓSITO

Os materiais compósitos foram utilizados durante muito tempo para resolver problemas tecnológicos. Porém, somente em 1960 esses materiais começaram a despertar a atenção da indústria com a introdução de materiais compósitos à base de polímero. Desde então, os materiais compósitos tornaram-se comum na engenharia, e são projetados e fabricados para várias aplicações, incluindo componentes automotivos, artigos esportivos, peças aeroespaciais, bens de consumo, e nas indústrias naval e de petróleo. O crescimento no uso de materiais compósitos surgiu devido a melhoras em relação ao desempenho de seus produtos, bem como, aumento da concorrência no mercado mundial de componentes leves (MAZUMDAR, 2002).

As utilizações de materiais compósitos, que estão crescendo em importância, quantidade e campo de aplicação, possibilitaram o desenvolvimento de novos estudos na ciência dos materiais, ocasionando a produção de peças para diversas aplicações.

Como os materiais compósitos são uma combinação de vários materiais (metal, cerâmico e polimérico), suas propriedades terão seus valores relativos aos materiais individuais que compõem o mesmo. Além do mais, deve garantir que essas propriedades sejam melhores ou iguais às dos materiais para aplicações similares e que atenda as relações custo benefício.

Muitos materiais compósitos são constituídos por apenas duas fases: uma continua denominada matriz que envolve toda a outra fase que é chamada de dispersa. As propriedades dos compósitos são funções das propriedades dessas fases constituintes, de suas quantidades e da geometria da fase dispersa: forma, tamanho, distribuição e orientação dessas partículas. Para Kainer (2006) as partículas de reforço no material compósito podem ser classificadas como fibras contínuas, fibras curtas e partículas duras.

Uma das maneiras de classificação dos compósitos é quanto ao tipo de matriz, que podem ser Compósitos de Matriz Metálica (CMM's), Compósitos de Matriz Polimérica (CMP's) e os Compósitos de Matriz Cerâmica (CMCs). Em cada uma dessas classificações existem outras subclassificações, como por exemplo, para os CMM's existe uma classificação quanto ao reforço ser contínuo ou não, ou ainda quanto ao reforço ser cerâmico ou metálico.

A matriz dos compósitos exerce total influência nas suas propriedades. Além disso, contribui para uma maior ou menor facilidade de conformação na fabricação dos

mesmos e tem uma influência direta no custo final do produto. Os compósitos com matriz metálica têm por objetivo introduzir um material de reforço num material leve, de modo que a redução de peso abra possibilidade de aplicações destes materiais em outras áreas, bem como melhorar as propriedades dos componentes a serem produzidos (KAINER, 2006).

Os materiais compósitos vêm tendo, nos últimos anos, um progresso substancial no seu desenvolvimento, e um grande campo de aplicações comerciais nos setores automotivos, aeroespaciais e, notadamente, na indústria de eletrônicos (MORTENSEN, 2005). Recentemente, compósitos com matriz de alumínio reforçada com partículas de cerâmica foram desenvolvidos como componentes estruturais para aplicações nos setores automotivo e aeroespacial, devido as suas excelentes propriedades. Porém, a dificuldade inerente à fabricação desse tipo de compósito é a fraca molhabilidade entre as partículas cerâmica e a matriz (CHENG *et al.*, 2010).

4.6 PROCESSAMENTOS DE COMPÓSITOS

As técnicas de processamentos de compósitos com matriz metálica (CMM) dependem da combinação do reforço com a matriz, que podem estar na fase líquida, sólida e vapor. Segundo Mortesen (2005) a técnica de agitação do banho de metal fundido é a mais utilizada para a fabricação e comercialização de compósito com matriz metálica.

4.6.1 Processamento no Estado Líquido

Dentre as técnicas de processamento de compósitos no estado líquido destacam-se: a agitação do banho de metal fundido, por meio de pressão ou por deposição das partículas na matriz fundida (CLYNE, WITHERS, 1993). A técnica de Infiltração que consiste em injetar o metal líquido sob pressão para dentro dos interstícios do reforço formado por fibras curtas, chamadas de pré-formas (CLYNE, 2001, VIJAYARAM, *et al.*, 2006). E a técnica de deposição por “spray”, que consiste em ejetar partículas de reforço na superfície do substrato da matriz que se encontra com uma fina camada superficial no estado líquido ou semi-sólido (CLYNE, 2001).

4.6.2 Processamento no Estado Vapor

Deposição por vapor

Todos os processos de deposição por vapor são relativamente lentos. Porém, a evaporação envolvendo a vaporização térmica das espécies alvos em vácuo é rápida. Esse processo de evaporação é utilizado na fabricação de monofilamento reforçado com Ti. Nesse processo a fibra do metal passa através de uma região que tem uma pressão elevada de vapor do metal a ser depositado, nesse momento ocorre à condensação, produzindo assim, uma camada de revestimentos. O vapor é produzido de forma direta sobre a matéria prima através de um feixe de elétrons de alta potência (da ordem 10kW). As taxas típicas de deposição são da ordem de 5 a 10 μ m/min. A composição da liga pode ser controlada através das taxas de evaporação do soluto compensados por alterações na composição do banho da poça de fusão, até que seja alcançado um estado de equilíbrio, onde o teor da liga depositada seja a mesma da carga de alimentação. Um aspecto admirável é que quase não existe perturbação mecânica na região da interface, o que pode ter importância, quando as fibras têm uma camada de barreira de difusão, ou uma superfície química adaptada. A fabricação do composto geralmente é concluída, reunindo as fibras revestidas em um pacote e consolidando através de operações de prensagem a quente ou prensagem isostática a quente (CLYNE, 2001).

4.6.3 Processamento no Estado Sólido

Moagem de alta energia

Uma técnica de processamento no estado sólido é a moagem de alta energia (MAE) também conhecida como “mechanical-allaying”. Nessa técnica, os produtos se formam a partir da mistura dos pós dos elementos constituintes, utilizando a energia proveniente de colisões entre as esferas e entre esferas e as paredes do moinho de alta energia. Durante a moagem, os pós são submetidos repetidamente a um processo de fratura e de soldagem pela ação das colisões das esferas com as partículas, dentro do recipiente (jarra), até formar as fases finais da liga (BENJAMÍN, 1970; MURTY, RANGANATHAN, 1998).

Inicialmente, a MAE foi utilizada para produzir compósitos metálicos em pó. As pesquisas foram direcionadas no sentido de aumentar a resistência mecânica, elevando as temperaturas de aplicações de alguns elementos, como: alumínio, cobre e níquel (BENJAMÍN, 1970). Nos últimos anos essa técnica foi estabelecida como um método viável de processamento no estado sólido, principalmente, para a produção de fases quasicristalinas metaestáveis e estáveis (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Tendo sido desenvolvido nos anos 60, o processo de moagem de alta energia teve um grande desenvolvimento nos últimos anos. Essa técnica vem sendo usado para produção de vários tipos de materiais, como: ligas a base de alumínio, aços ferramentas, cerâmicos, compósitos, amorfos, nonocristalinos e quasicristalinos (MURTY, RANGANATHAN, 1998).

A moagem de alta energia é um processo complexo, uma vez que implica na otimização de muitas variáveis para alcançar o produto desejado. Essas variáveis, doravante chamadas de parâmetro externo são: tipo de moinho, tempo de moagem, velocidade de rotação, relação massa bolas/pó, natureza e quantidade de agente controlador do processo e Contaminação. Esses parâmetros têm influência sobre a constituição final do pó (SURYNARAYANA, 2001).

Mistura do pó e Consolidação

A mistura dos pós da matriz e do reforço seguida de consolidação é uma técnica bastante versátil para a produção de compósito com matriz metálica (MMC). Isso é geralmente seguido por compactação a frio, e uma fase de consolidação em alta temperatura, como prensagem isostática e/ou extrusão, ambos a quente (CLYNE, 2001, KACZMAR *et al.*, 2000).

A obtenção dos pós tanto da matriz como do reforço pode ser feita por atomização ou cominuição do material. As diversas formas adquiridas pelo pó, seu tamanho e a sua distribuição na matriz são fatores importantes na consolidação dos materiais compósitos.

A forma do pó depende do tipo de processo que foi utilizado, tais como: moagem, redução química, atomização, etc. O tamanho do pó é outra variável importante que influencia na resistência do material. Partículas finas preenchem os vazios deixados durante o processo de difusão e crescimento dos grãos da matriz, servindo de barreira para as deformações. Por outro lado, quanto menor o tamanho do pó maior a energia superficial,

concomitantemente, maior a tendência à formação de aglomerados (SURYNARAYANA, 2001).

Alguns materiais consolidados por extrusão a quente mantêm suas propriedades iniciais, desde que não seja ultrapassada a temperatura em que ocorre a transformação de fase. Além disso, dependendo do pó a ser consolidada, a temperatura no processo de extrusão é inferior à temperatura nos processos de sinterização ou de prensagem isostática a quente. Essa combinação da baixa temperatura com a deformação plástica do material, no processo de extrusão, resulta no refinamento da microestrutura e diminuição do tamanho de grão (NACHTRAB, ROBERTS, 1992).

Alguns compósitos obtidos por diversas técnicas, e posteriormente, extrudados apresentam melhorias em suas propriedades mecânicas e tribológica. Compósito de Alumínio com reforço de partículas SiC fabricado pelo processo de agitação do estado líquido, seguido por extrusão a 550°C com quatro razões diferentes foi obtido Ramesh *et al.*, (2011). Segundo os autores, os materiais produzidos por essa técnica apresentaram boa ligação entre a matriz e o reforço, favorecendo a formação de interface. Além disso, o aumento da razão de extrusão aumentou a microdureza e a resistência à tração em todas as composições.

Compósitos de alumínio com partículas cerâmicas de Si_3N_4 obtidos por fundição sob pressão, tiveram aumento de 76,6% da resistência à tração quando submetido à extrusão com razão de 10:1 e tratamentos térmico (ZI-YANG *et al.*, 2009).

A alta resistência e a deformação são propriedades de grande interesse nos materiais estruturais. Os compósitos que apresentam tais propriedades podem fornecer um alto desempenho na área de transporte automóveis, aeronáutico e etc. Até o momento, muitos materiais compósitos têm sido desenvolvidos na busca de melhorar essas propriedades. Nessa linha de pesquisa, Ohhashi *et al.*, (2011) desenvolveram compósitos de manganês com reforço da liga Zn-Mg-Zr quasicristalina processada por extrusão a quente a 350°C. Os compósitos apresentaram melhoras significativas na resistência a tração de 110MPa para 156MPa, e também, no alongamento 5,7% para 12,9 para o manganês puro e com reforço de 10% de QC respectivamente.

Outra vertente que vem se destacando é a extrusão de compósito obtido por metalurgia do pó. Nesse caminho, compósito de alumínio com 10% e 20% de reforço de quasicristal da liga AlMnPd foi obtido por moagem de alta energia em velocidades de 200rpm e 600rpm. Os pós compactados a frio e extrudado a 420°C com razão de 10:1,

apresentaram boa resistência a tração combinado com boa dureza, destacando-se, como melhor os compósitos com 10% de reforço de quasicristal moído 600rpm (WOLF *et al.*, 2012).

Outros trabalhos vêm se destacando nessa linha de pesquisa. KIM *et al.*, (2011) desenvolveram compósito de alumínio com 25% de quasicristal da liga AlCuFe, com adição de 0, 4 e 8% de Mn produzidos por moagem de alta energia. Os resultados comprovaram que a adição do Mn produziu um aumento excelente na resistência a tração, levando de 527 para 1113MPa para as composições de 0% e 8% de manganês respectivamente.

Alguns trabalhos sobre extrusão de ligas de alumínio e de compósitos obtidos por moagem de alta energia foram os precursores para o desenvolvimento dessa pesquisa. Dentre esses trabalhos, a extrusão a quente de ligas de Al-Fe-X-Si (X =V ou Nb) obtidas por moagem de alta energia (COELHO, 2001), e a fabricação de compósito de alumínio com reforço 0%, 3%, 6% e 10% de quasicristal da liga AlCuFeB obtido por extrusão a 350°C (PASSOS, 2006).

CAPITULO V

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

5.1 METODOLOGIA

Este capítulo é destinado à descrição dos procedimentos experimentais adotados no desenvolvimento deste trabalho. A metodologia utilizada seguiu as seguintes etapas:

A primeira fase da pesquisa foi destinada a obtenção e caracterização da liga quasicristalina $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$.

A segunda etapa do trabalho foi destinada a fabricação dos compósitos alumínio-quasicristal através da moagem de alta energia seguida por compactação dos pós e extrusão a quente.

Na terceira e última fase realizou-se os ensaios mecânicos e verificou-se a influência das variáveis temperatura e razão de extrusão nas propriedades mecânicas dos compósitos alumínio-quasicristal.

5.2 OBTENÇÃO DOS QUASICRISTAIS

Para a obtenção da liga quasicristalina utilizou-se a técnica de fundição convencional ao ar, com baixa taxa de extração calórica, durante a solidificação. Esse tipo de fundição envolve a fusão dos elementos constituintes puros ou a utilização de ligas precursoras, aqui chamadas de liga mãe.

O processo de obtenção da fase quasicristalina da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ estudada nesse trabalho esta descrita no fluxograma da Fig. (5.1).

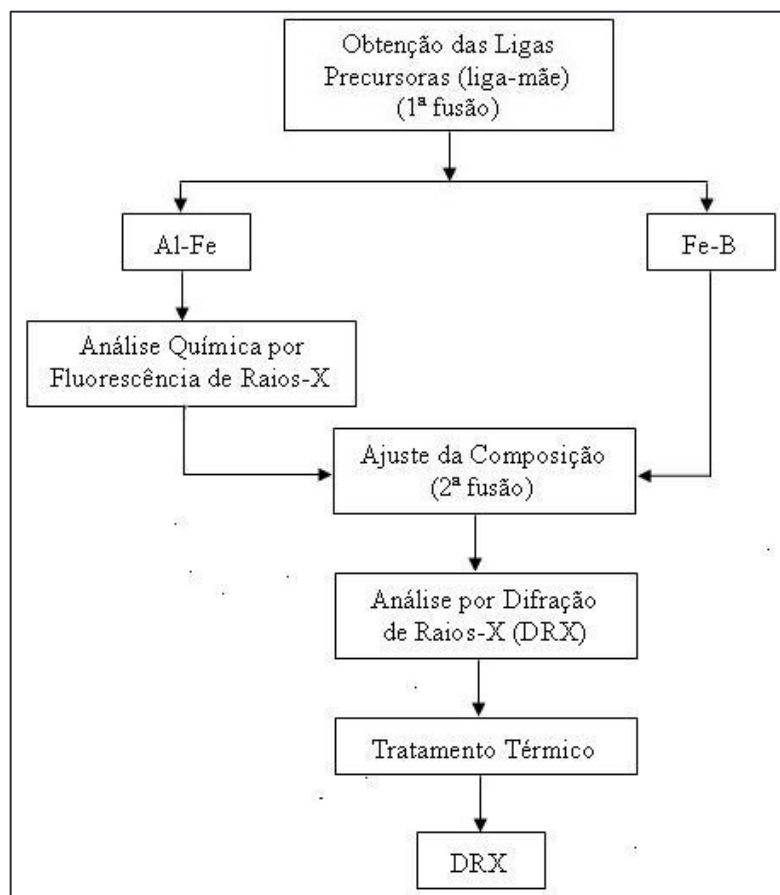


Figura 5.1 – Fluxograma do processo de obtenção dos Quasicristais.

5.2.1 Elaboração das Ligas Precursoras

Para a elaboração das ligas precursoras $\text{Fe}_{75,2}\text{B}_{24,8}$ e $\text{Al}_{82,8}\text{Fe}_{17,2}$ e também a liga quasicristalina $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$, utilizou-se os elementos ferro e boro fornecido pela Aldrich Chemical Company na forma de pedaços e com grau de pureza de 99,98% e 99,99% respectivamente. Já os elementos alumínio e cobre com grau de pureza 99,97% e 99,98% respectivamente, foram fornecidos em forma de barras.

i. Liga Ferro Boro

Com o objetivo de obter as “ligas mães” o mais próximo possível da composição nominal e com alto grau de pureza, utilizou-se um forno de indução que permite a

fabricação de ligas sob atmosfera controlada de elementos que contaminem o banho de metal fundido, como oxigênio e o nitrogênio.

Para a produção da liga $\text{Fe}_{75,2}\text{B}_{24,8}$ utilizou-se uma carga de 15g dos elementos ferro e boro.

Os elementos foram colocados em um cadinho de quartzo, material inerte a estes dois elementos, e submetidos à fusão em um forno de indução sob atmosfera protetora de argônio. O resfriamento ocorreu dentro do próprio forno.

ii. Liga alumínio ferro

Para a elaboração da liga $\text{Al}_{82,8}\text{Fe}_{17,2}$ foi utilizado um cadinho de grafite e argila. Para minimizar ou mesmo evitar a contaminação do banho de metal fundido o cadinho, foi revestido internamente com uma camada de nitreto de Boro, do tipo EKAMOLD WP fornecido pela Alfa Trend.

A fusão foi efetivada em um forno à indução, cuja potência é de 8kVA a 200kHz em bateladas de 300g, obedecendo a uma sequência iniciada com o alumínio seguida da adição do ferro. A carga fundida foi vazada em moldes metálicos e resfriada ao ar.

As ligas produzidas foram submetidas à análise por Espectroscopia de Fluorescência de Raio-X (EFRX) para o devido controle da composição.

5.2.2 Elaboração da Liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$

A liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ quasicristalina foi preparada, também por fusão ao ar. As fusões para a produção da liga quaternária foram feitas, igualmente, em sequência: primeiramente fundiu-se o cobre, seguindo-se da adição da liga $\text{Al}_{82,8}\text{Fe}_{17,2}$ depois o alumínio e finalmente a liga Fe-B. Devido a perda de alumínio por oxidação foi adicionado mais 1g desse elemento, a fim de equilibrar a composição durante a fusão. A liga assim preparada foi também vazada em molde de aço em bateladas que variaram entre 200g e 400g.

As ligas produzidas foram tratadas termicamente, sendo analisadas, por difração de raios-X, antes e após o tratamento térmico.

5.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS

A liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ bruta de fusão, geralmente apresenta a fase quasicristalina juntamente com uma solução sólida, cristalina, mais instável, que pode ser transformada, quase totalmente, na fase icosaedral, através de tratamento térmico (ROSAS, PÉREZ, 1998; YONG, *et al.*, 2005, ZHOU, *et al.*, 2006). Assim, estes tratamentos térmicos promovem a transformação peritética de fases fazendo, aumentar a fração de fase quasicristalina, substancialmente, podendo atingir os 100%, dependendo da composição da liga (DUBOIS, 2000). Para a realização do tratamento térmico, tomou-se como base o trabalho de Passos, (2006). Ele realizou tratamento térmico em amostras do sistema AlCuFeB a 750° por um período de 8 horas.

Utilizou-se um forno de resistência térmica modelo HDV 1407 fabricado pela Heatcon Indústria e Comércio Ltda e adaptado no LSR, para realização de tratamentos térmicos sob atmosfera inerte. Para diminuir a oxidação, o material foi colocado em um tubo de quartzo, onde foi protegido por atmosfera rarefeito de hélio. Devido às oscilações de temperatura do forno, o tratamento térmico foi realizado na temperatura de 720°C por um período de 12h, sendo a amostra resfriada dentro do próprio forno.

5.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Após as análises preliminares das ligas para o devido controle da composição, por Espectroscopia por Fluorescência de Raios-X, foram realizadas caracterizações microestrutural através de Difração de Raios-X em amostras colhidas em cada batelada. Essas análises foram realizadas no Núcleo de Estudos e Pesquisa em Materiais (NEPEM) da Universidade Federal da Paraíba e tem como objetivos:

- Acompanhar os teores dos elementos constituintes da liga durante o processo de fabricação;
- Análise qualitativa das fases presentes na liga.

5.4.1 Espectroscopia por Fluorescência de Raios-X

Na análise dos elementos constituintes da fusão da liga precursora (Al-Fe), utilizou-se a Espectroscopia por Fluorescência de Raios-X para determinar as possíveis

fugas de composições, permitindo assim, correções durante o processo de fusão, para manter os teores dos elementos constituintes o mais próximo possível da composição nominal. Desta forma, fazendo-se o controle da composição, foi possível a obtenção da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$.

A análise foi realizada através de um espectrômetro sequencial de fluorescência de raios-X (EFRX) Shimadzu Modelo XRF-1800, do laboratório de Solidificação Rápida da UFPB.

5.4.2 Difração de Raios-X

No desenvolvimento deste trabalho foi analisadas amostras das ligas quasicristalinas brutas de fusão, com tratamento térmico e também em pós das misturas após moagem. Os ensaios foram realizados em um difratômetro de raios-X da marca SIEMENS. Para análise utilizou-se um tubo de Cu, cujo comprimento de onda é $1,5406\text{\AA}$, onde se aplicou uma tensão de 40kVa com corrente de 30mA. Foi usado para o registro de dados do difratograma, passo de $0,01^\circ$, tempo por passo de 3s, no intervalo angular 2θ (2-theta), de 20 a 80 graus.

5.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma técnica de caracterização que permite a obtenção de informações microestruturais de amostras diversas. Na realização dos ensaios de MEV utilizaram-se as técnicas de elétrons secundários (ES) e de elétrons retroespalhados (ERE).

As análises foram feitas utilizando um microscópio eletrônico de varredura do tipo LEO 1430, do laboratório de Solidificação Rápida da UFPB. Essa análise foi usada para observar a microestrutura das misturas dos pós, dos compósitos extrudado e também para analisar as regiões de fratura dos corpos de prova submetidos a ensaios de tração e microdureza.

5.5 FABRICAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Para a fabricação dos compósitos, fez-se a mistura dos pós da matriz alumínio com as partículas quasicristalinas Al-Cu-Fe-B nas proporções de 0% QC, 3QC, 6% QC e 20% QC. Esse material foi submetido à moagem de alta energia. Os pós das misturas obtidos, através da moagem foram compactados em uma prensa uniaxial, assim, foram produzidos tarugos para o processamento por extrusão a quente. O fluxograma da Fig. (5.2) mostra as etapas do processo de produção dos compósitos.

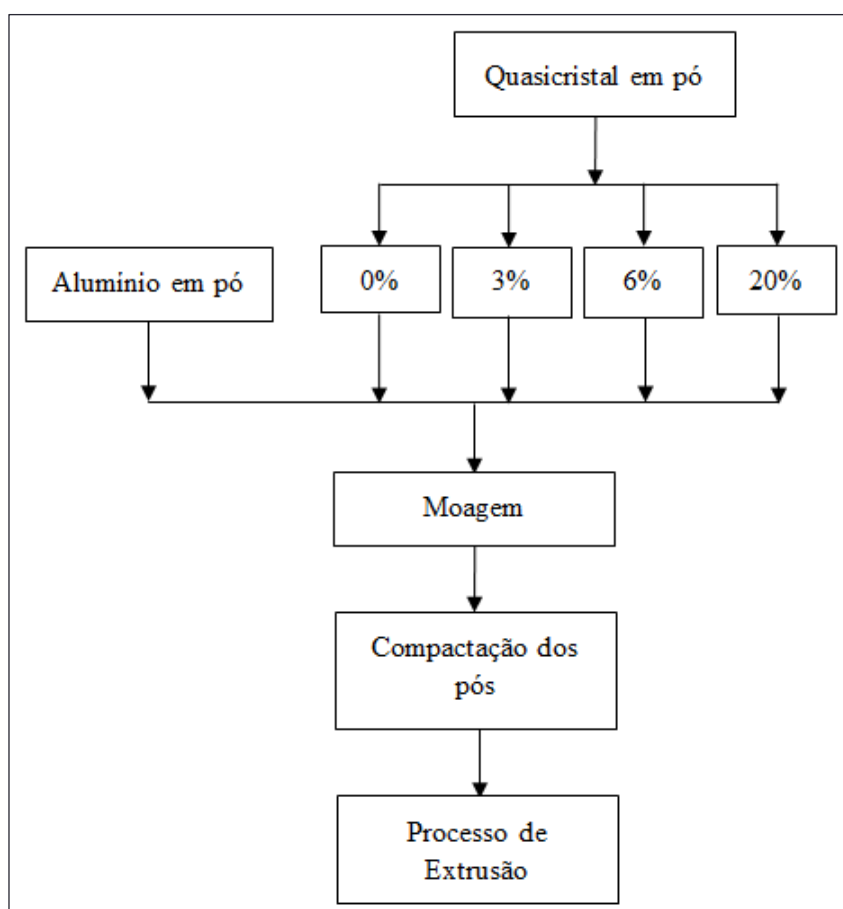


Figura 5.2 – Fluxograma do processo de fabricação dos compósitos.

A escolha das proporções de reforço da liga quasicristalina deu-se baseada no trabalho desenvolvido por (PASSOS, 2006). Segundo o autor, o reforço de 6% de fase quasicristalina produziu um aumento da dureza, bem como da resistência máxima a tração em relação ao alumínio puro. Ele não teve sucesso na obtenção de compósitos com 15% de

reforço. Para essa composição não foi possível obter extrudados. Baseado nesse, estudo buscou-se produzir compósitos nas proporções de 0%, 3%, 6% e 20%, buscando melhorar as propriedades mecânicas e avaliar a influência das variáveis de extrusão.

5.5.1 Moagem

A moagem foi realizada em um moinho planetário do tipo Pulver Fritsch, do Núcleo de Estudos e Pesquisa em Materiais (NEPEM) da UFPB. Para isso utilizou jarras e bolas de aço com uma razão bola/massa de 10/1, rotação de 200rpm e tempo de moagem de 3h. A fim de evitar-se algum tipo de reação e aderência a superfície das bolas e das paredes das jarras a moagem foi processada em ambiente úmido utilizando-se, para isso, álcool etílico na proporção de 2% do peso da massa.

Os parâmetros utilizados na moagem foram escolhidos a partir de um planejamento fatorial 2^2 . Esse planejamento teve como variáveis de entrada a rotação e tempo de moagem e como variável de saída a microdureza do compósito sinterizado a 400°C por 2h. Foram realizados experimentos variando o tempo de moagem de 2h e 3h e com rotação do moinho de 200rpm e 300rpm.

5.5.2 Compactação dos Pós

A compactação foi realizada a vácuo em um equipamento projetado e construído no LSR. Esse equipamento é composto por uma base apoiada por molas, com um recipiente de compactação e por dois êmbolos que fazem com que o pó seja compactado pela ação dupla dos dois êmbolos, Fig. (5.3). Os pós dos compósitos alumínio/quasicristal com uma carga de 50g, nas suas respectivas proporções, foram compactados a quente, utilizando-se uma prensa hidráulica manual com capacidade de 1000kN da FAREX Indústria e Comércio de Máquinas Ltda.

Para a compactação da mistura de componentes em pó, foi feita a desgaseificação do pó, colocando-o na câmara do equipamento de compactação descrito na Fig. (5.3), utilizando-se, para isto, uma bomba de vácuo primário de duplo estágio. Posteriormente, o recipiente foi preenchendo com argônio até uma pressão de 50cmHg seguindo-se, o bombeamento novamente. Esse processo, de lavagem com gás inerte, foi repetido por três vezes.

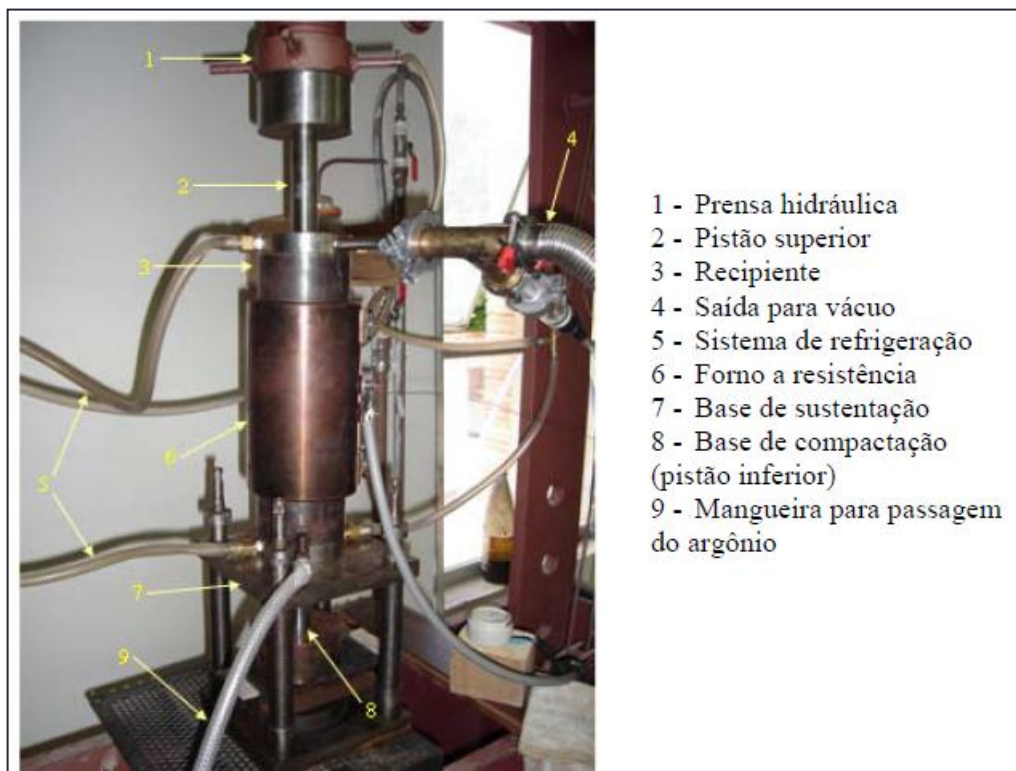


Figura 5.3 – Equipamento de compactação.

O aquecimento do material foi feito através de um aquecedor a resistência elétrica do tipo coleira, fabricada pela HEATCON Indústria e Comércio Ltda., com potência de 2800Watts. Para o controle da temperatura, usou-se um controlador do tipo INCON CNT 110 com uma programação específica. O modo de operação e a programação deste equipamento foram descritos por Passos (2006).

O compósito foi mantido sob vácuo na temperatura de 100°C por cinco horas. Posteriormente, foi aquecido até um patamar de 400°C, seguido de compactação com uma pressão de $P = 100\text{MPa}$ e mantido nessa pressão por 0,5h, para melhor promover interdifusão dos elementos da matriz e do reforço. A Fig. (5.4) mostra o gráfico das etapas de degaseificação, aquecimento e de compactação do compósito.

A fim de minimizar o atrito e facilitar a retirada do tarugo utilizou-se nitreto de boro como lubrificante dos pistões e da câmara da compactadora/extrusora. Porém, para a retirada do tarugo da câmara compactadora foi necessário aplicar carga três vezes maior que a carga utilizada na compactação, devido à soldagem das partículas do compósito com a câmara de extrusão e entre as bases e a câmara.

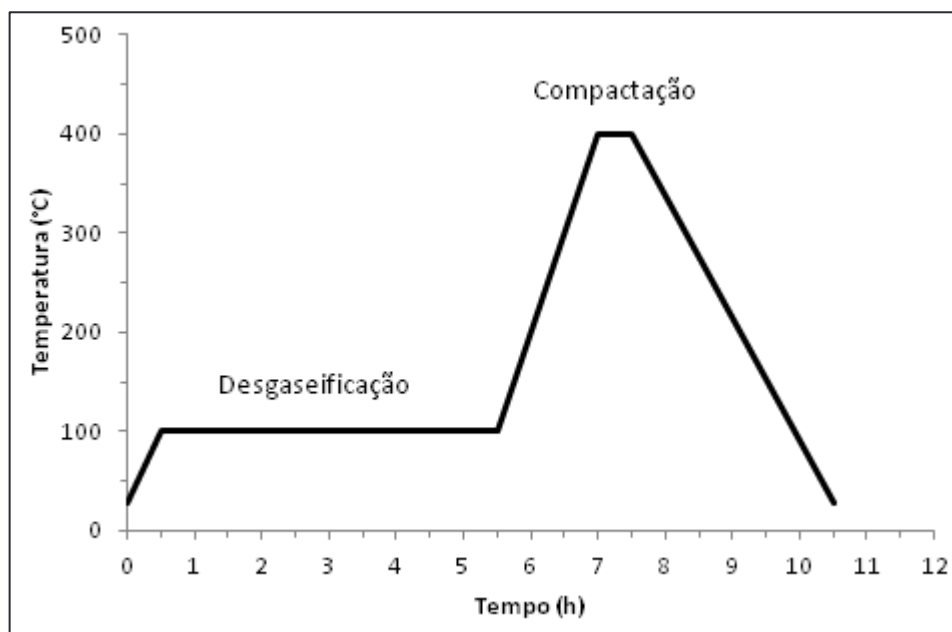


Figura 5.4 – Etapas do processo de compactação a quente.

Também foi realizada a compactação dos pós a frio. O processo é semelhante, porém não ocorre a desgaseificação e tão pouco o aquecimento do compósito.

5.5.3 Processo de Extrusão

O equipamento de extrusão indireta foi também projetado e construído no Laboratório de Solidificação Rápida (LSR) da UFPB. Esse equipamento possui uma câmara interna com diâmetro de 28mm onde é colocado o tarugo a ser extrudado. Para realizar o processo de extrusão indireta, uma das extremidades da mine-extrusora é colocada sobre a prensa e vedada com uma base de apoio. Na outra extremidade da extrusora coloca-se o tarugo seguido pela matriz de extrusão. Sobre a matriz coloca-se um pistão oco que serve para dar pressão sobre a matriz, bem como a saída do material extrudado. O aquecimento do material foi realizado com o mesmo dispositivo da compactação a quente. Ao atingir a temperatura de extrusão, manteve-se nesse patamar por 0,5h a fim de garantir-se a homogeneidade da temperatura em todo tarugo, antes da extrusão propriamente dita. Realizou-se a extrusão utilizando uma prensa hidráulica motorizada com capacidade de 60t da marca NOWAK, fabricado pela NOWAK IND. MAQ. HIDRAULICAS LTDA. Ver Fig. (5.5).



Figura 5.5 – Equipamento de Extrusão.

Foram realizadas extrusões nas temperaturas de 400°C, 450°C e 500°C e com razões de extrusões de 2:1 e 3:1 e para os compósitos com reforço de quasicristal de 0%, 3%, 6% e 20% de fração volumétrica. A velocidade de extrusão para os ensaios foi mantida fixa, em aproximadamente 3mm/s. Além disso, realizou-se extrusão em pós que foram compactados a quente e a frio. A Tab. (5.1) mostra os parâmetros usados no processo de extrusão dos compósitos.

Tabela 5.1 – Parâmetros usados no processo de Extrusão.

Composição	Temperatura de extrusão	Razão de extrusão
Al (puro)	400	2:1
	450	3:1
	500	
Al+3%QC	400	2:1
	450	3:1
	500	
Al+6%QC	400	2:1
	450	3:1
	500	
Al+20%QC	400	2:1
	450	3:1
	500	

5.6 TESTES DE DUREZA

As barras extrudadas foram seccionadas em partes. A primeira extremidade do extrudado foi destinada a confecção dos corpos de prova para ensaios de tração e a outra parte, no sentido centro extremidade foram obtidos os corpos de prova para ensaios de dureza e microdurezas conforme é ilustrado na Fig. (5.6). Os corpos de prova foram usinados e faceados em um torno mecânico, posteriormente foram lixadas e polidas, antes de serem submetidas a ensaios de dureza e microdureza.

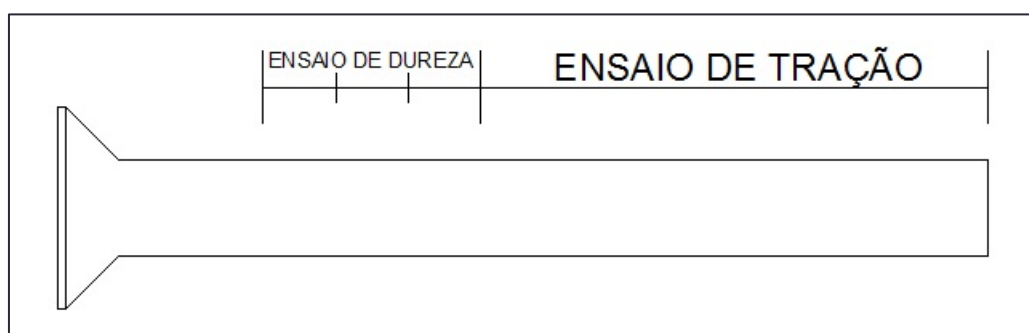


Figura 5.6 – Região dos extrudados destinados aos ensaios.

5.6.1 Ensaios de Microdureza

Foram realizados ensaios de microdureza Vickers, aplicando-se carga de 300g (2,942N), com tempo 15s de permanência da carga, conforme a Norma ASTM E384 – 11. Neste ensaio utilizou-se um microdurômetro SHIMADZU modelo HMV-2. Este equipamento possui um microscópio acoplado com lentes de 10 e 40 vezes para a leitura das diagonais da impressão deixada no corpo de prova. A dureza foi calculada a partir da carga de teste e da área da superfície penetrada obtida a partir do comprimento das diagonais do quadrilátero formado pela impressão do penetrador, conforme ilustra a Fig. (5.7) e a Eq. (5.3). Os valores obtidos foram calculados pelo software do próprio equipamento e salvos em um computador acoplado ao mesmo. Para os cálculos o software usa o valor da carga aplicada e o valor médio das diagonais da impressão, conforme mostra a Eq. (5.4). Cada amostra foi submetida a 50 identificações, mantendo-se uma distância entre elas de 0,5mm. Com os resultados obtidos determinou-se a dureza média e o desvio padrão para cada amostra.

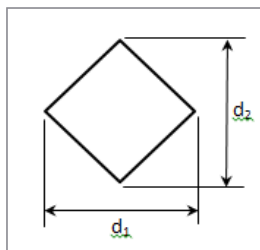


Figura 5.7 – Desenho esquemático da forma obtido por identador de base piramidal.

$$d = \frac{(d_1 + d_2)}{2} \quad (5.3)$$

$$HV = 1854,4 \frac{P}{d^2} \quad (5.4)$$

Onde HV é a dureza Vickers, P é força de teste (gf) e d é o valor médio do comprimento das diagonais obtidas (μm).

5.6.2 Ensaios de Dureza

Os ensaios de dureza Rockwell B foram feita em amostras com superfície plana e lixada. Os testes foram realizados no Núcleo de Estudo e Pesquisa em Materiais (NEPEM) da UFPB. Para o ensaio utilizou-se um durômetro da marca RASN – RBD fabricado pela PANAMBRA industrial e técnica S. A. A carga aplicada foi de 60 kgf e o penetrador de esfera com diâmetro de 1/16 polegadas. Os ensaios foram feitos baseados na norma ASTM E18 – 08b. Com os resultados obtidos nos ensaios determinou-se a dureza média em cada amostra e o desvio padrão. Devido às amostras possuírem área de secções transversais diferentes, não foi possível realizar o mesmo número de identações em cada amostra. Portanto, o número de identações variou de 5 a 10 para cada amostra.

5.7 ENSAIO DE TRAÇÃO

Os ensaios de tração foram realizados em corpos de prova usinados segundo a norma ASTM E8/E8M - 09, conforme mostrado na Fig. (5.8). Nestes ensaios utilizou-se uma

máquina universal, servohidráulica, estática/dinâmica 75/50N, da marca SHIMADZU modelo SERVOPULSER, controla por um computador. A velocidade de deformação empregada em todos os ensaios foi mantida constante em 1,0mm/min. Os resultados dos ensaios foram armazenados, através de software, no próprio computador de controle.

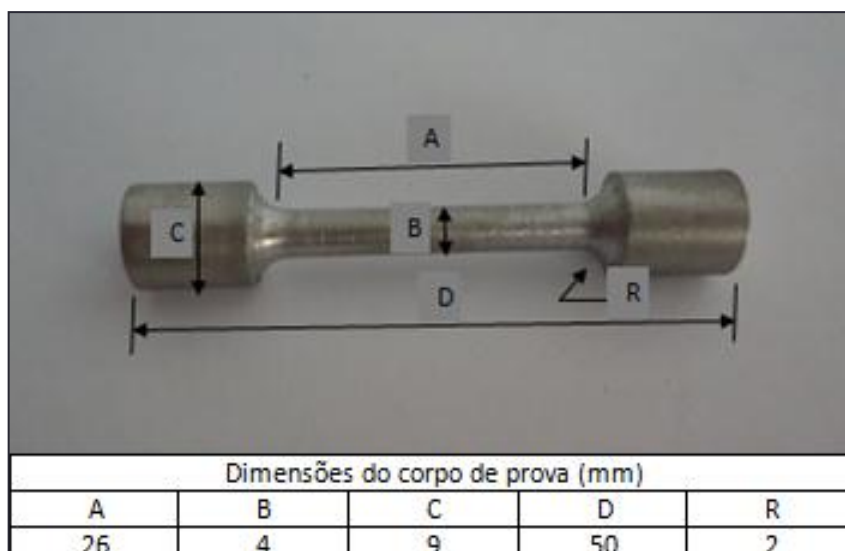


Figura 5.8 – Corpo de prova usado no ensaio de tração.

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Solidificação Rápida (LSR) da UFPB. A Fig. (5.9) ilustra o ensaio de tração realizado nos corpos de prova dos compósitos extrudados.

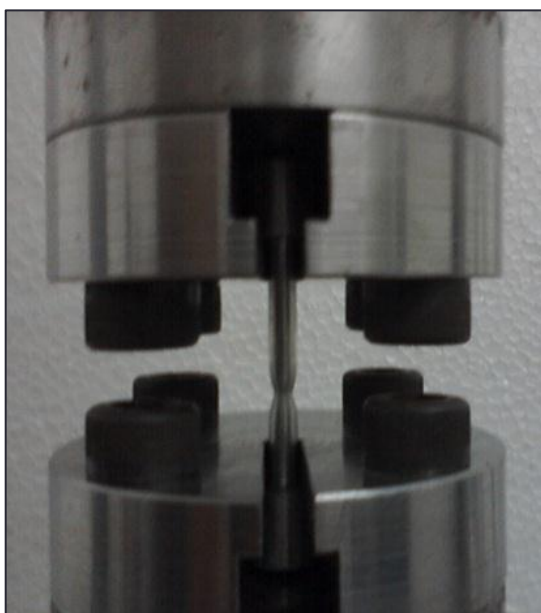


Figura 5.9 – Corpo de prova submetido ao ensaio de tração.

CAPITULO VI

RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 ELABORAÇÃO DAS LIGAS PRECURSORAS

i. Liga Ferro Boro ($\text{Fe}_{75,2}\text{B}_{24,8}$)

As ligas precursoras Fe-B elaborada no forno de indução, sob atmosfera protetora de argônio, apresentaram-se porosas, com superfície irregular. Na Fig. (6.1) vê-se a foto de uma amostra bruta de fusão. O material bruto da fusão foi fragmentado através de martelamento em pedaços menores, para a adição do boro na liga quasicristalina.



Figura 6.1 – Amostras da liga Fe-B obtida no forno de indução.

ii. Liga alumínio ferro ($\text{Al}_{82,8}\text{Fe}_{17,2}$)

As ligas precursoras Al-Fe foram produzidas em um forno de indução, porém sem atmosfera protetora. Apresentaram porosidade reduzida, com uma fina camada superficial de óxido, e baixa fragilidade. Veja Fig. (6.2). O óxido foi removido por escovamento e amostras foram analisadas por Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X (EFRX), para análise de composição. Esta liga foi fragmentada por serragem e adicionada ao banho de alumínio, para suprir a liga com o teor necessário de ferro, em conformidade com a composição nominal da liga quasicristalina.

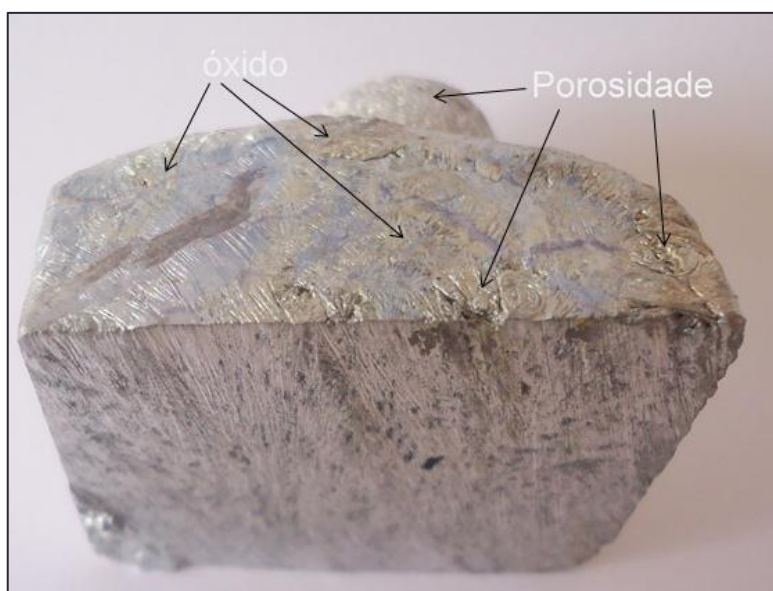


Figura 6.2 – Amostras da liga Al-Fe obtida no forno de indução.

6.2 ELABORAÇÃO DA LIGA $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$

A liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ bruto de fusão produzidas em lingotes 20x50x50mm e pesando aproximadamente 180g, conforme descrito no Capítulo Procedimento Experimental. Como mostrada na Fig. 6.3, são altamente porosas e naturalmente frágeis, característica dos quasicristais. Por esta razão, apresentam grande número de trincas oriundas do processo de solidificação, que favorecem a fragmentação e a cominuição.

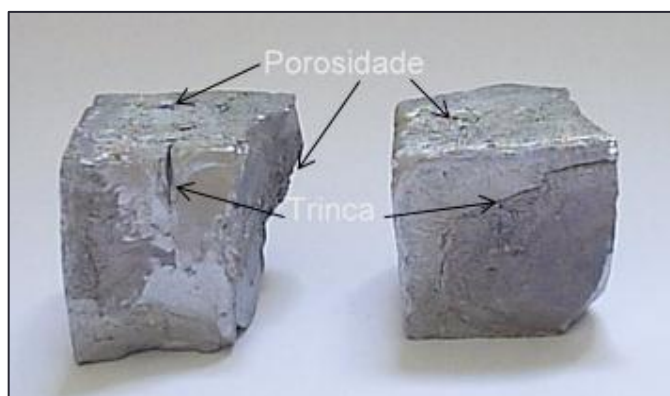


Figura 6.3 – Amostras da liga quasicristalina $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ bruta de fusão.

6.3 DIFRATOGRAMA DA LIGA $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$

Os Difrtoqramas de Raios-X das amostras da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ brutas de fusão e tratada termicamente estão representado na Fig. (6.4). O difratograma da liga bruta de fusão revela a presença de três fases mais evidentes, que podem ser indexadas comparando-as com as cartas JCPDS's. A fase quasicristalina icosaedral i- $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$, a solução sólida desordenada, β - $\text{Al}(\text{Fe},\text{Cu})$ de estrutura cúbica e a fase monoclinica do tipo λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. Na tab. (6.1) estão representadas as fases e os respectivos números de carta JCPDS.

Tabela 6.1 – Fases presentes no difratograma de Raios-X das amostras bruta de fusão e as suas respectivas cartas JCPDS.

Fase	Número da carta JCPDS
i - $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$	00-049-1511
β - $\text{Al}(\text{Fe},\text{Cu})$	00-045-0983
λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$	00-029-0042

Após o tratamento térmico a 720°C por 12h, observou-se que a quantidade da fase quasicristalina aumentou, restando apenas traço da fase β - $\text{Al}(\text{Fe},\text{Cu})$, possivelmente ordenada, identificada a partir do pequeno pico em $2\theta=43,585$ do DRX da Fig. (6.4), que com base no trabalho VIANA (2009), através de análise qualitativa, esse valor é inferior a

5%. A fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ -(λ) desapareceu completamente, o que também pode ser constatado no mesmo difratograma.

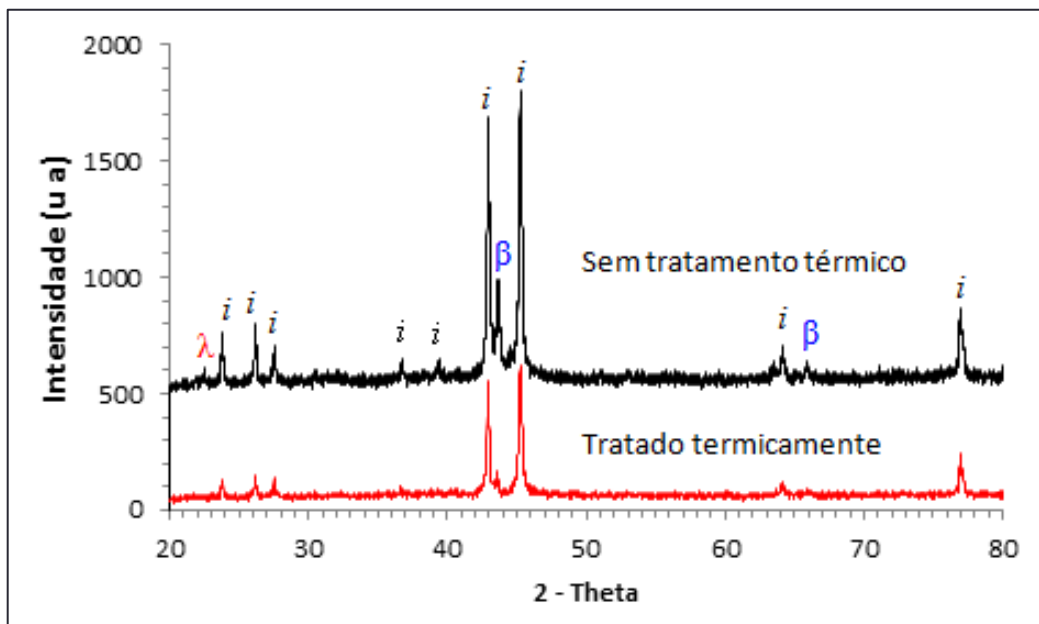
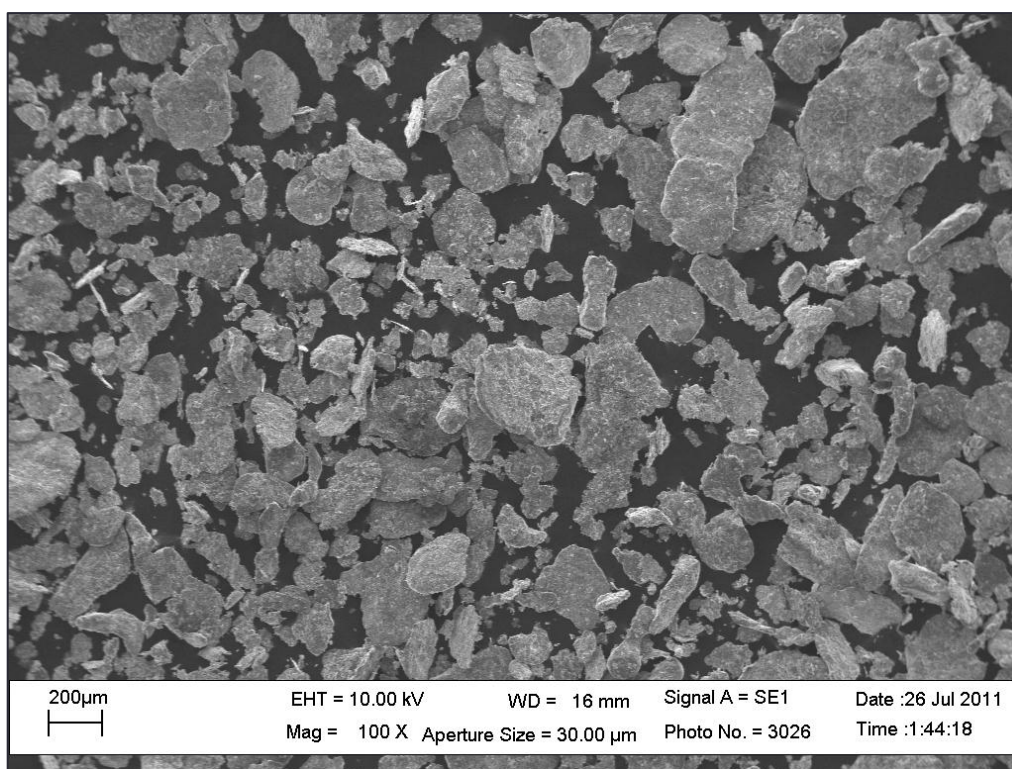


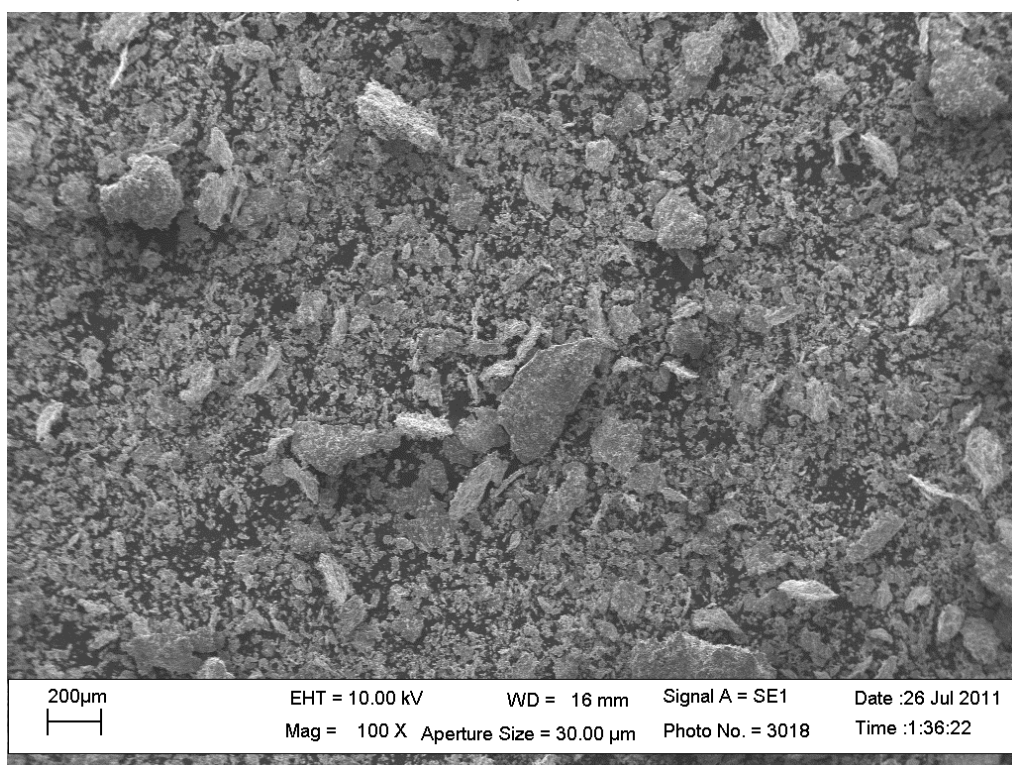
Figura 6.4 – Difratograma da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$: amostras bruta de fusão e tratada termicamente.

6.4 OBTENÇÃO DO COMPÓSITO ALUMÍNIO QUASICRISTAL

Para determinar os parâmetros de moagem das misturas, foi realizado um planejamento fatorial 2^2 , conforme citado no capítulo anterior e que está apresentado no apêndice A. Através das micrografias, obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando-se elétrons secundários, com amostras de pós da mistura $\text{Al}+20\% \text{ QC}$ moído por 2h e com rotação de 200rpm e 240rpm respectivamente. Observam-se poucas mudanças na morfologia das partículas dos pós, produzidos nestas duas condições, os quais têm formas irregulares, com tamanhos variados e a maioria deles apresenta arestas pontiagudas. Ver Fig. (6.5).



a)



b)

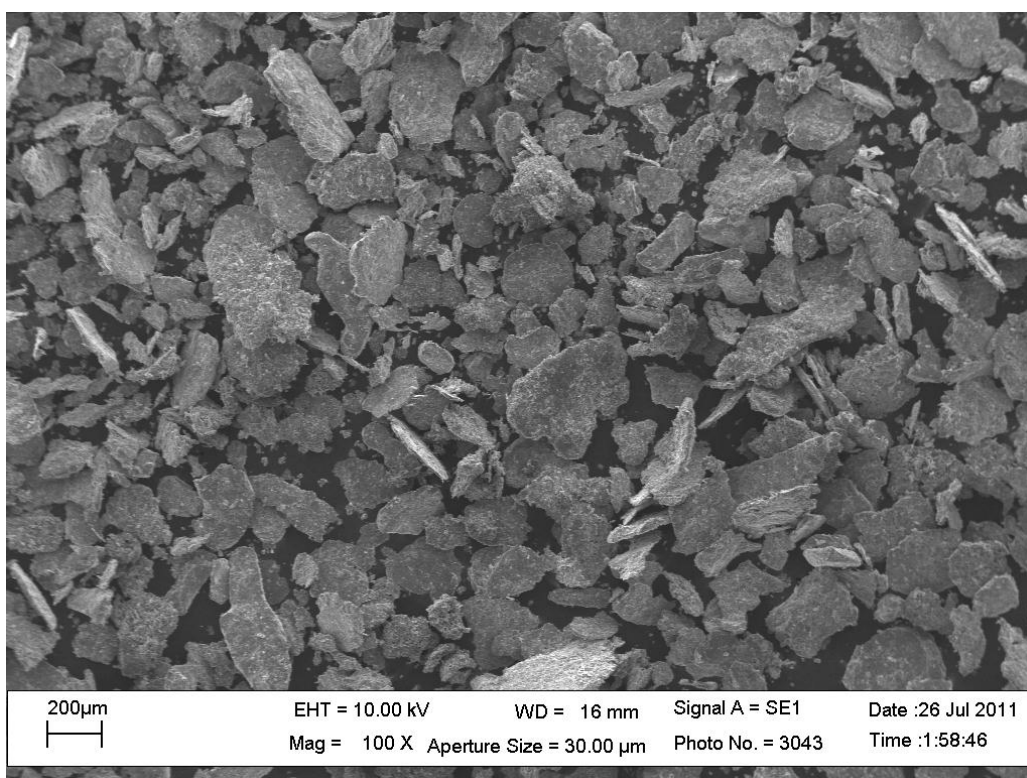
Figura 6.5 – Compósito Al+20% QC moído por 2h: a) 200rpm; b) 240rpm.

Os pós da mistura Al+20% QC também foram moídos utilizando os parâmetros de 3h e rotações de 200rpm e 240rpm. A Fig. (6.6) apresenta a micrografia desses pós obtidos com o recurso da técnica de elétrons secundário do MEV. Pode-se observar que os pós da mistura obtidos nessas condições apresentam formas irregulares, porém, o tamanho médio das partículas tem um comportamento mais homogêneo. Ainda é possível observar com os recursos do MEV que a mistura obtida a 240rpm e 3h apresentam em sua maioria partículas inferior a 100 μ m.

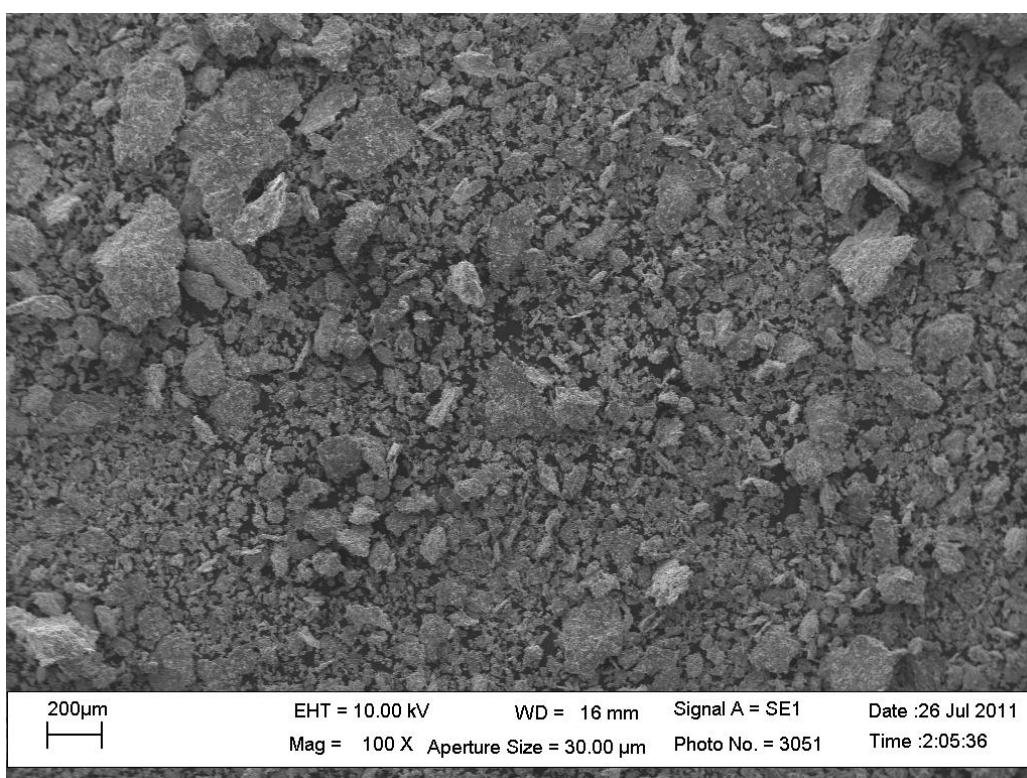
Através do MEV, observa que, os pós da mistura Al+20% QC moídos a 200rpm e com os tempos de 2h e 3h, Fig. (6.5 a) e Fig. (6.6 a) respectivamente, apresentam formas e tamanhos mais homogêneo que os pós moídos a 240rpm, Fig. (6.5 b) e Fig. (6.6 b). Além disso, as partículas obtidas por moagem a 200rpm possuem um formato mais plano que as misturas obtidas a 240rpm. Isso permite maior área de contato entre as partículas de quasicristal e a matriz de alumínio. Segundo a literatura Wolf *et al.*, (2012), esse fato é de grande importância na microestrutura final do compósito, bem como nas suas propriedades mecânicas.

Verifica-se através das micrografias das Fig. (6.5) e Fig. (6.6) que os pós moídos a 200rpm apresentam em sua grande maioria partículas no formato de placas, o que favorece a compactação. Já os pós moídos 240rpm apresentam granulometria mais fina, porém formas irregulares com tendência a formação de aglomerados, que pode ser prejudicar a dispersão do quasicristal na matriz de alumínio. Além disso, os pós que foram obtidos por 3h a 200rpm Fig. (6.6 a) possuem formato mais homogêneo que os pós obtidos com os outros parâmetros de moagem.

Outro fato que justifica a escolha dos pós moídos por 3h e 200rpm é que esses parâmetros produziram uma maior dureza do compósito Al+20% QC. Essa análise foi realizada através do planejamento fatorial 2² em amostras sinterizadas por 2h, obtendo uma microdureza máximo de 41Hv, ver apêndice A.



a)



b)

Figura 6.6 – Compósito Al+20% QC moído por 3h: a) 200rpm; b) 240rpm.

6.5 PROCESSO DE COMPACTAÇÃO

Os pós das misturas contendo, respectivamente, 0%, 3%, 6% e 20% em frações volumétricas de quasicristal foram compactados. Os tarugos compactados com diâmetro de 27,30mm e 36mm de comprimento, conforme mostra a Fig. (6.7), onde pode-se observar uma boa uniformidade geométrica e um pequeno descascamento da superfície, quando da sua retirada da câmara de compactação.



Figura 6.7 – Tarugos de compósitos compactados.

6.6 PROCESSO DE EXTRUSÃO

Os tarugos compactados foram extrudados a quente, conforme já descrito anteriormente. Obtiveram-se barras de seção transversal circular com diâmetro 13,30mm e 9,30mm e comprimentos de 110mm e 180mm, respectivamente, para razão de extrusão 2:1 e 3:1. Os produtos da extrusão dos pós compactados a frio apresentaram boa uniformidade geométrica conforme mostra as Fig. (6.8), enquanto que as hastes extrudadas com pós compactados a quente apresentaram superfície escamada conforme mostra a Fig. (6.9). Esse defeito ocorreu apenas superficialmente e foram removidos por usinagem.



Figura 6.8 – Barras de compósito compactado a frio e extrudado com razão de extrusão: a) 2:1, b) 3:1.

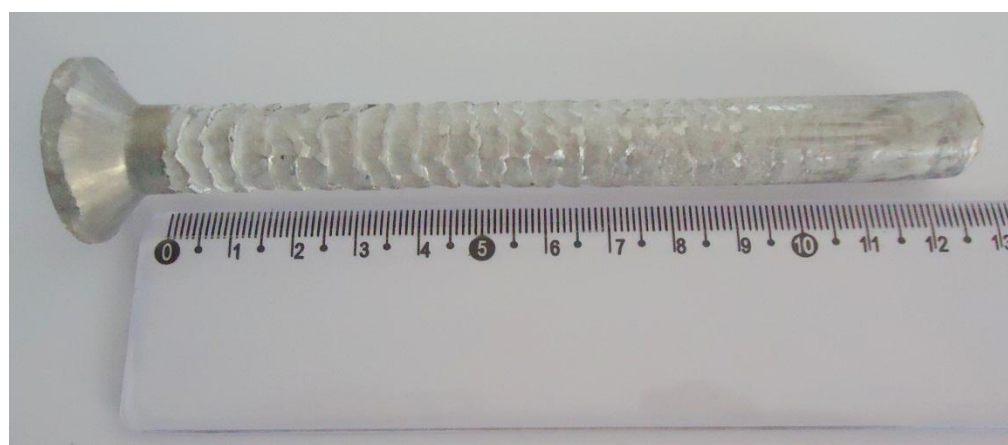


Figura 6.9 – Barras de compósito compactado a quente e extrudado com razão de extrusão 2:1.

Muitos fatores podem influenciar na qualidade dos extrudados. Dentre esses, o processo de moagem, a pressão e a temperatura de desgaseificação e a montagem e ajuste dos equipamentos de extrusão, bem como o desgaste dos mesmos.

Segundo BRESCIANI FILHO *et al.*, (2011), os defeitos de escamas superficiais nos extrudados pode ser ocasionadas pela aderência de partículas de material duro na superfície das ferramentas, provenientes da ação de desgaste ou da quebra de camadas superficiais do recipiente de extrusão ou também pelo desalinhamento do pistão.

Durante a realização dos extrudados, observou-se a aderência de partículas na matriz, formando muitas vezes camadas na superfície da mesma. Com base na literatura (BRESCIANI FILHO *et al.*, 2011), provavelmente um dos fatores que contribui para o defeito de escamação ocorridos nos extrudados foi ocasionado pela aderência dessas partículas que possuem uma maior dureza, devido à absorção de energia mecânica durante o processo de moagem.

Outro fato que pode ter influenciado na qualidade da superfície dos extrudados, e principalmente nas suas propriedades mecânicas é presença de gases nos compactados. É possível que a temperatura e a pressão de desgaseificação não tenha sido suficiente para eliminar todos os gases presentes. Segundo Mourisco (1995) os principais gases são H_2 , CO , CO_2 e H_2O . E eles podem ser eliminados por desgaseificação a quente com temperaturas entre 200 a 550°, que é superior a realizada nesse trabalho. A presença de gases promove a formação de porosidade que tem um efeito nocivo sobre as propriedades mecânicas, principalmente sobre a ductilidade e a resistência a fadiga (CAMPOS, 2008).

As barras produzidas por extrusão a quente dos pós compactados a frios são de fácil usinabilidade, destacando-se como a melhor os extrudados a 450°C. Já para os pós compactados e extrudado a quente ocorreram algumas fratura durante a usinagem, principalmente para os compósitos com reforço de 20% de QC. Portanto, não foi possível a confecção de muitos corpos de prova para realização dos ensaios.

Analisando-se as secções transversais das barras extrudadas, através do MEV, utilizando-se o detector de elétrons retro-espalhados, verifica-se uma distribuição homogênea do quasicristal na matriz de alumínio, tanto com a carga de 6%vol. quanto com 20%vol, ver Fig. (6.10) e Fig. (6.11), embora se constate a presença de pequenos aglomerados em algumas regiões.

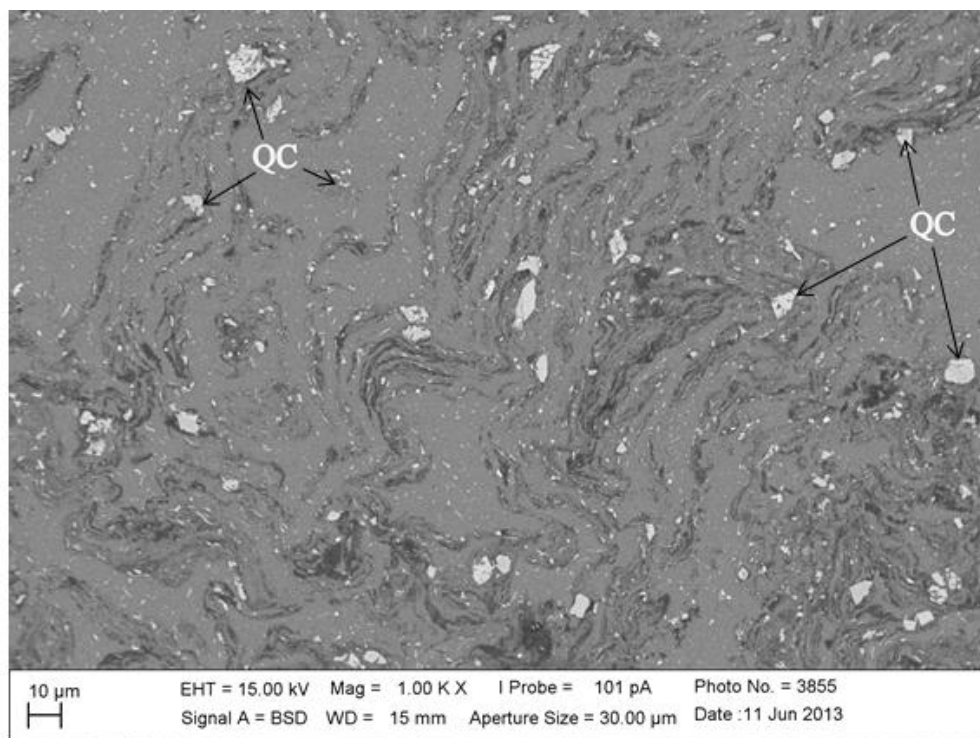


Figura 6.10 – Compósito alumínio com 6% de reforço de partículas quasicristalinas extrudado a 400°C com razão de extrusão de 2:1 (1000x).

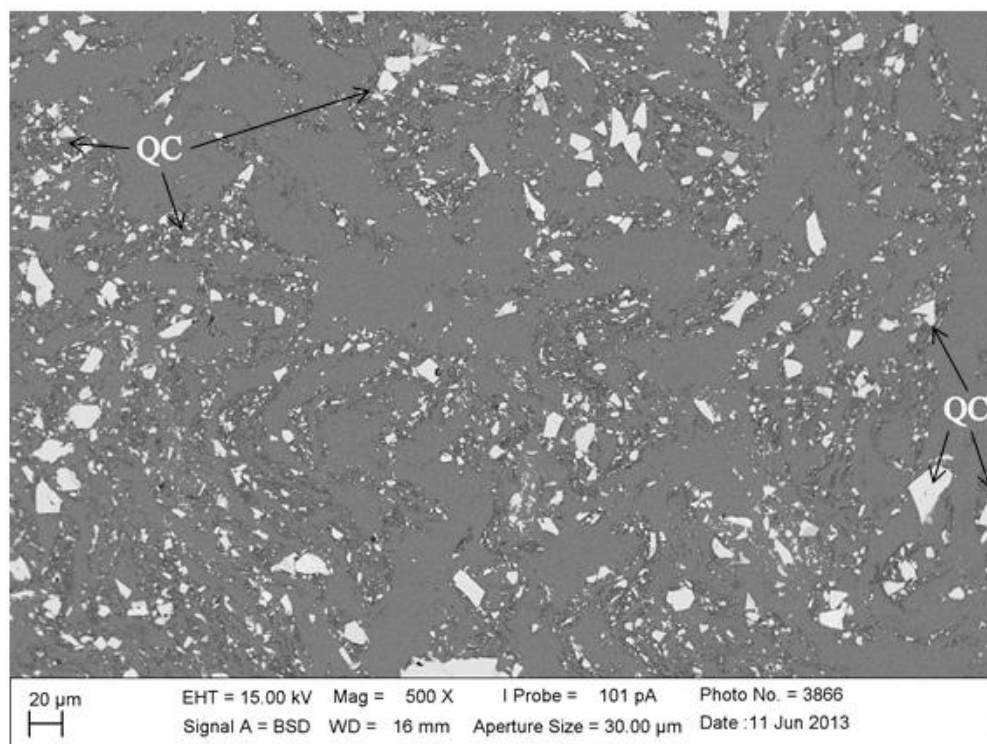
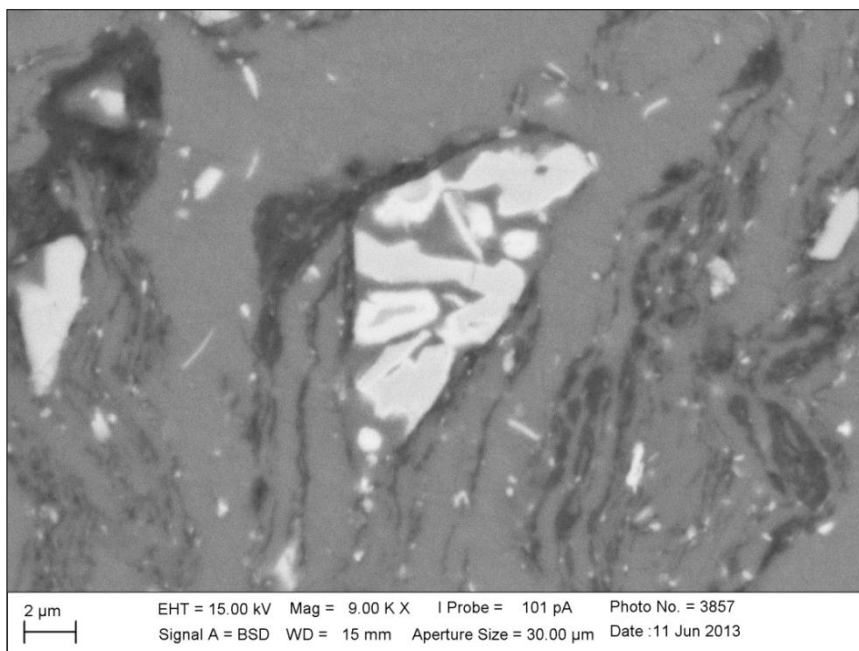


Figura 6.11 – Compósito alumínio com 20% de reforço de partículas quasicristalinas extrudado a 450°C com razão de extrusão de 2:1 (500x).

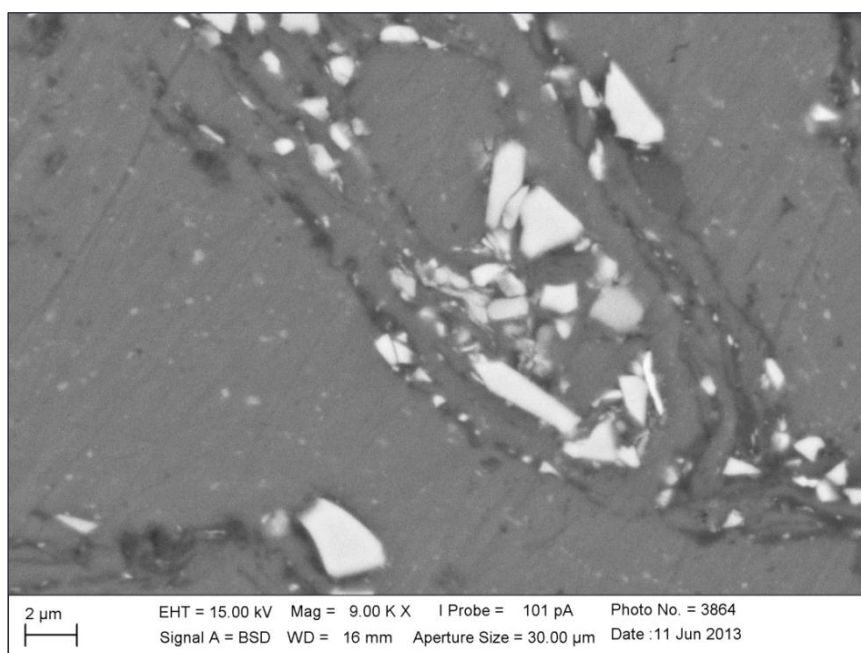
Embora exista uma boa dispersão das partículas de quasicristal na matriz, ver Fig. (6.10), Fig. (6.11). Observa-se que os compósitos com 6% de quasicristal Fig. (6.10), apresentam uma microestrutura mais refinada. Já os compósitos com maior quantidade de reforço (20%), apresentam partículas de quasicristal com tamanho mais heterogêneo, além disso, a presença de formação de aglomerados é mais definida Fig. (6.11). A formação de aglomerados provavelmente aumenta a quantidade de poros, afetando assim, as propriedades mecânicas dos compósitos. Segundo Wolf *et al.*, (2012) os compósitos obtidos por extrusão a quente com 10% de reforço apresentaram uma melhor dispersão que os compósitos com 20% de reforço de quasicristal da liga $\text{Al}_{70.5}\text{Mn}_{8.5}\text{Pd}_{21}$, consequentemente, apresentaram propriedades mecânicas superiores.

Nas amostras extrudadas e analisadas através do MEV Fig. (6.12), verificou-se que não houve formação de interface entre a matriz (cinza) e o reforço de quasicristal (branco). Segundo Kenzari *et al.*, (2008) a fragilização da interface entre a matriz e as partículas de quasicristal reduz as propriedades mecânicas dos compósitos, e essa fragilização pode ser devido a camada de óxido. Além disso, outro fato que pode contribuir é a baixa adesão do quasicristal com a matriz.

Pode-se notar através da Fig. (6.12), que a matriz de alumínio circunda toda a partícula quasicristalinas. Entretanto, nas regiões de aglomerações, a existência de poros pode aumenta com a quantidade de reforço de quasicristal na matriz. Observa-se também que a presença de aglomerados ocorre nas regiões de deformação dos extrudados com aparência de contornos de grãos.



a)



b)

Figura 6.12 – Regiões de aglomerados nas barras extrudadas com: a) 6%vol. de reforço (9000x), b) 20%vol. de reforço (9000x).

6.7 ENSAIO DE DUREZA

Os ensaios de dureza e de microdureza, com já dito anteriormente, foram realizados em amostra na forma de discos obtidos por seccionamento das barras extrudadas.

6.7.1 Ensaio de Microdureza

A microdureza Vickers foi obtida conforme descrição no capítulo procedimento experimental. Foram realizadas cinquenta impressões em cada amostra.

A Tab. (6.2) mostra a média das microdureza Vickers com os respectivos desvios padrão para os compósitos compactados a quente. Os resultados são apresentados em funções da fração de reforço de quasicristal e também da temperatura de extrusão. Observou-se um aumento da microdureza do compósito, da ordem de 35%, em relação ao alumínio extrudado com 0% de reforço na mesma temperatura. Levando-se em conta apenas a fração de reforço, o aumento da dureza sobe para 39% em relação ao compósito com 0% de reforço. O aumento máximo da microdureza ocorreu para o reforço de 6% de quasicristal obtido a 400°C, porém, a dureza aumenta com o aumento da fração de reforço. Como as análises microestruturais não apresentaram interdifusão entre a matriz e o reforço, esse aumento provavelmente é devido à dureza das partículas de quasicristal ancoradas na matriz de alumínio, bem como, ao refinamento dos grãos durante o processamento por extrusão.

Tabela 6.2 – Microdureza Vickers em função da fração volumétrica do reforço da liga quasicristalina e dos parâmetros de extrusão para compósitos compactados a quente.

Fração de vol.(%)	Temperatura de extrusão	Dureza Vickers Hv	Desvio Padrão
0	400	55,28	4,50
	450	54,75	5,02
	500	53,79	4,94
6	400	75,12	3,40
	450	59,45	6,81
	500	67,75	9,44
20	400	63,61	7,42
	450	69,63	11,21
	500	73,04	9,83

A Tab. (6.3) apresenta a média das microdureza Vickers e o desvio padrão obtida em amostras dos compósitos compactados. Verifica-se que a microdureza varia em função das frações volumétricas do reforço e dos parâmetros de extrusão. Para os compósitos compactados a frio e extrudado a quente, observou-se um aumento da microdureza da ordem de 25%, em relação ao alumínio extrudado com 0% de reforço obtido na mesma temperatura e razão de extrusão. Esse aumento sobe para 28%, quando se leva em conta temperatura e razão de extrusão diferente.

Tabela 6.3 – Microdureza Vickers em função da fração volumétrica do reforço da liga quasicristalina e dos parâmetros de extrusão para compósitos compactados a frio.

Razão de extrusão (RE) 2:1			
Fração de vol.(%)	Temperatura de extrusão	Dureza Vickers Hv	Desvio Padrão
0	400	56,29	4,95
	450	53,82	4,88
	500	55,39	4,32
6	400	57,86	4,64
	450	58,9	3,30
	500	60,59	4,28
20	400	58,27	6,31
	450	59,81	7,24
	500	65,44	7,69
Razão de extrusão (RE) 3:1			
0	400	55,78	2,65
	450	56,46	3,41
	500	55,24	2,82
6	400	56,52	3,11
	450	57,78	3,38
	500	69,09	4,59
20	400	62,62	6,21
	450	59,42	5,32
	500	56,31	5,30

Os valores do desvio padrão exposto nas Tab. (6.2) e Tab. (6.3) foram muito elevado. Esse fato é atribuído às regiões onde ocorrem as identações, ver Fig. (6.13). Observa-se através da microscopia óptica da Fig. (6.13) que embora tenha havido boa dispersão das partículas quasicristalina na matriz, as identações ocorreram tanto em regiões de maior concentração de partículas de quasicristais de dureza mais elevada, como também, em regiões de menor quantidade de reforço de dureza inferior, provocando assim, essa grande dispersão da microdureza Vickers para os compósitos aqui estudados.

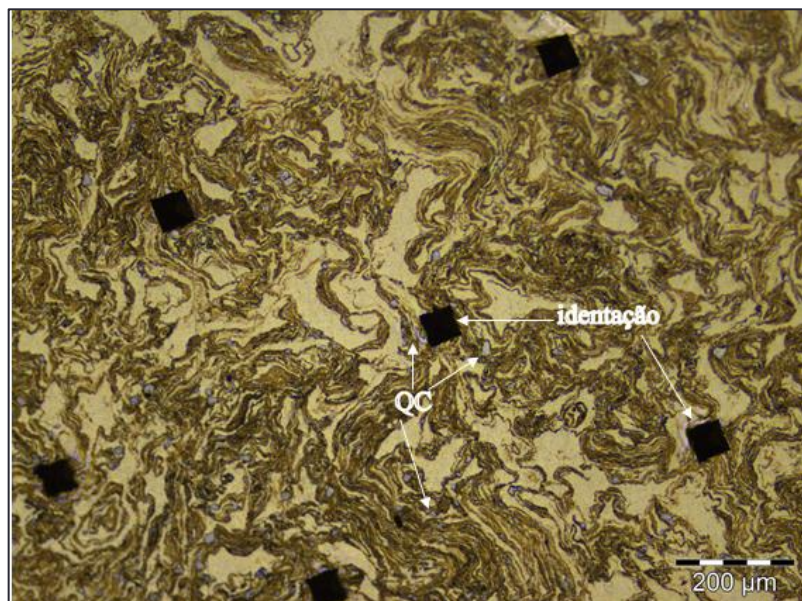


Figura 6.13 – Microscopia óptica mostrando as identações nas barras extrudadas (100x).

As amostras submetidas à microdureza Vickers também foram analisada por MEV, Fig. (6.14). Observa-se através das micrografias que as identações ocorrem em regiões de ampla concentração de quasicristal, provocando assim durezas mais elevadas. Também ocorreram leituras em regiões onde praticamente só existia a matriz de alumínio, conforme pode ser observada na Fig. (6.14). Essas variações nas regiões de medidas das microdurezas geraram valores distintos para microdureza, o que corrobora para os valores das Tab. (6.2) e Tab. (6.3).

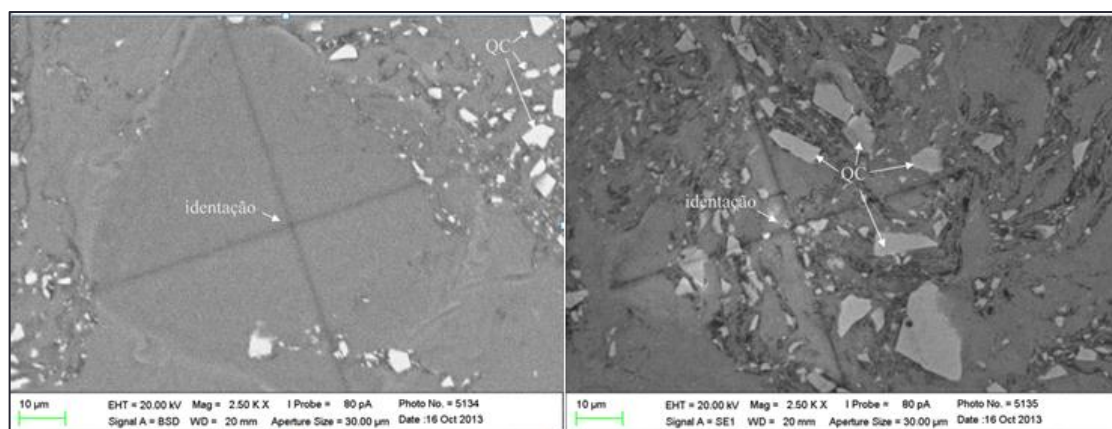


Figura 6.14 – MEV das identações nas barras extrudadas (1500x).

O gráfico da Fig. (6.15) mostra o comportamento da microdureza em função da fração volumétrica do reforço na matriz para os compósitos compactados e extrusão a quente.

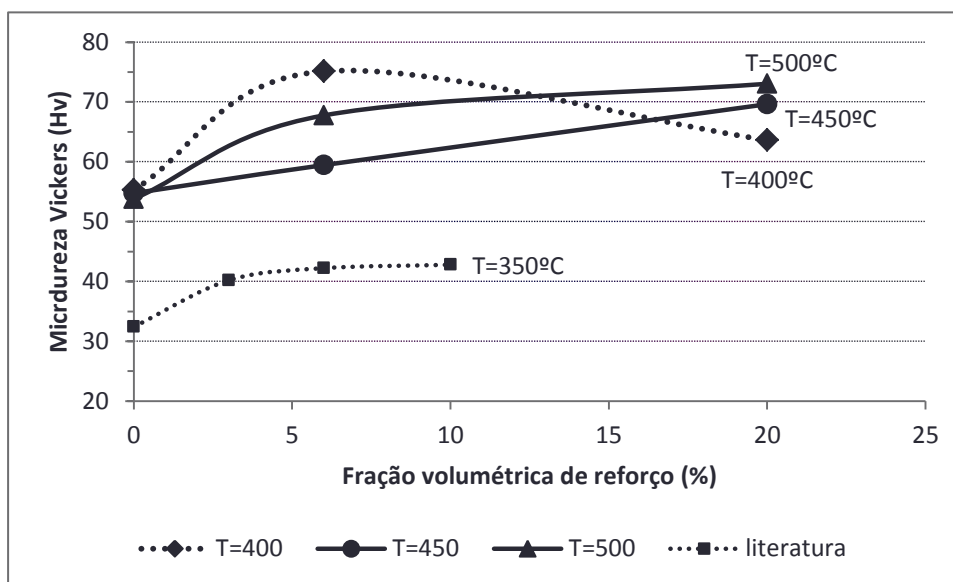


Figura 6.15 – Gráfico da Microdureza Vickers em função da fração volumétrica e da temperatura de extrusão para compósito compactado a quente.

Observa-se no gráfico que a microdureza do compósito aumenta com o aumento da fração de reforço para as temperaturas de extrusão de 450°C e 500°C. Para as amostras extrudadas a 450°C o aumento da dureza é praticamente linear com o aumento da quantidade de reforço. No caso dos extrudados a 500°C a curva passa a ter um aumento mais suave entre os as frações de reforços de 6% e 20%. Esse comportamento se assemelha com o comportamento do compósito alumínio quasicristal com frações de reforço de 0%, 3%, 6% e 10% obtidos por extrusão a 350°C, (PASSOS, 2006). Portanto, o comportamento da curva a 500°C é a que melhor representa a microdureza dos compósitos, pois ela aumenta com o aumento do reforço, como esperado, e esse valor tende a se estabilizar com o aumento da quantidade de reforço. Além disso, os extrudados a 500°C possuem microdurezas superiores aos extrudados aos demais (exceto 6% a 400°C), o que mostra que essa temperatura melhora o desempenho dos extrudados com relação a essa propriedade.

Para os extrudados a 400°C obtém-se o valor máximo dos compósitos. Mas, esse valor é obtido para a fração de reforço de 6% de quasicristal. Porém, para a fração de

reforço de 20% de quasicristal a microdureza possui o menor valor, contrariando o esperado. Nesse caso, é possível que a temperatura de extrusão tenha sido baixa para a realização com essa composição.

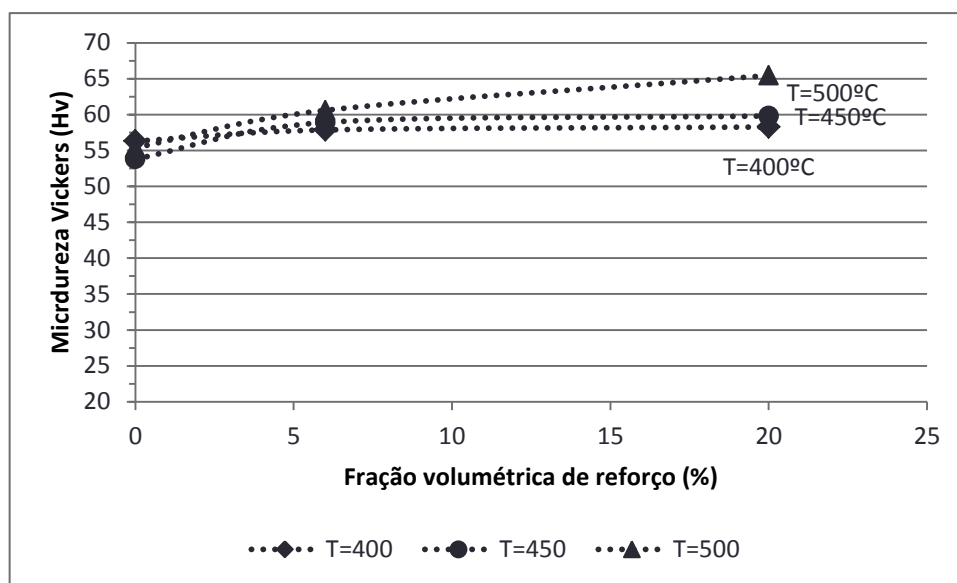
Como a dureza dos compósitos é uma propriedade que está intrinsecamente relacionada com a distribuição do reforço na matriz, é possível que a presença de aglomerados e de porosidades ocasionados pelo reforço tenha influenciado na microdureza do compósito. Outro fato importante a ser levado em consideração é desgaseificação do compósito. É possível que a temperatura e a pressão de desgaseificação não tenham produzido o efeito desejado. Nesse caso, a presença de gases nocivos como H_2 e H_2O (na forma de vapor) juntamente com Al tenha produzido a formação de óxido (MOURISCO, 1995). É possível que esse fato tenha ocorrido para os compósitos com 20% de reforço compacto a quente e extrudado na temperatura de 400°C, fragilizando os mesmos.

A microdureza média obtida nas amostras de alumínio compactado e extrudado a quente foi 54,61Hv, em amostras do compósito com 6% de reforço de quasicristal foi de 67,44Hv e, para os compósito com 20% de quasicristal foi de 68,76Hv. Passos (2006) encontrou $H_v = 32,42, 42,22$ e $42,79$ respectivamente, para os compósitos com 0%, 6% e 10% de reforço de quasicristal obtido por extrusão a 350°C e com a mesma razão de extrusão.

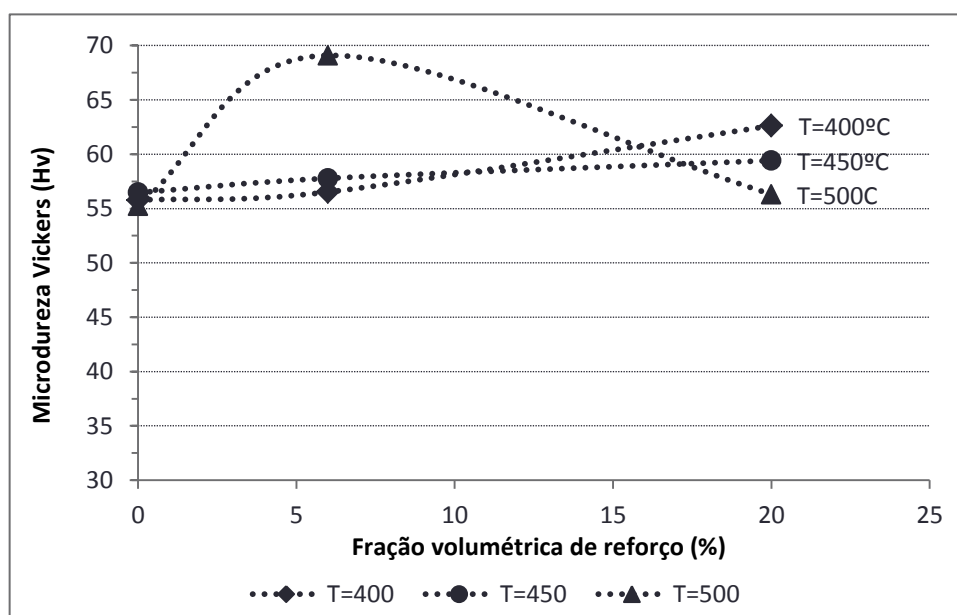
Para os pós dos compósitos compactados a frio e extrudado a quente a média das microdureza Vickers foram de 55,17Hv, 60,12Hv e 60,31Hv para os compósitos com fração de reforço 0%, 6% e 20% respectivamente. Esses resultados foram superiores aos obtidos por Wolf *et al.*, (2012). Eles obtiveram microdureza Vickers de 46,95Hv e 50,30Hv para compósitos alumínio com reforço 10% e 20% respectivamente da liga quasicristalina AlMnPd, compactada a frio e extrudado a 420°C com razão de extrusão de 10:1.

O gráfico da Fig. (6.16) mostra o comportamento da microdureza Vickers com relação à variação de reforço na matriz de alumínio, e também com relação aos parâmetros de extrusão para compósito alumínio quasicristal compactados a frio e extrudado a quente.

Para a razão de extrusão de 2:1 Fig. (6.16 a), observou-se que, para as temperaturas de 400°C e 450°C, as curva tem o mesmo comportamento, isto é, apresenta uma tendência a assintótica com o aumento do reforço na matriz. Com a extrusão à 500°C verifica-se que a dureza aumenta monotonicamente com o aumento da fração de reforço, pelo menos até os valores de fração volumétrica aqui estudada.



a)



b)

Figura 6.16 – Gráfico da Microdureza Vickers em função da fração volumétrica e dos parâmetros de extrusão para compósito compactado a frio: a) 2:1, b) 3:1.

Para a razão de extrusão de 3:1 Fig. (6.16 b), observou-se, para as temperaturas de 400°C e 450°C, que a dureza apresenta um comportamento linear com o aumento de reforço na matriz, porém, esse aumento é muito pequeno. Para os extrudados a 500°C ocorre um aumento máximo da microdureza para os compósitos de 6% de reforço e uma

redução para o compósito com 20% de reforço, contrariando o esperado. Como se trata de microdureza, essa diferença pode ser atribuída às regiões onde ocorreram as indentações, uma vez que essas são selecionadas aleatoriamente na amostra e medidas em uma direção, conforme pode ser observada nas micrografias das Fig. (6.13) e Fig. (6.14). Observa-se que para os compósitos com 6% reforço de quasicristal, as microdurezas aumentam com o aumento da temperatura. Já para os compósitos com 20% de reforço o aumento da temperatura reduz a microdureza para a razão de extrusão de 3:1. Isso mostra que a temperatura 500°C produz uma melhor conformação para os compósitos com 6% de quasicristal, extrudado com razão de 3:1, provavelmente através do refinamento da microestrutura, e como consequência a melhora na microdureza.

O comportamento das variáveis de extrusão é analisado através do planejamento fatorial do apêndice A. Através da análise das equações que descrevem o comportamento, verifica-se que a temperatura e a razão de extrusão produzem melhoras na microdureza dos compósitos, porém, as interações entre essas variáveis, e também com a variável reforço, produzem efeitos negativos sobre a microdureza. Esse comportamento, também pode ser observado nos gráficos da Fig. (6.16). Para a razão de 2:1 a microdureza aumenta com o aumento da temperatura e da fração volumétrica, já para a razão de 3:1 a microdureza diminui com o aumento da temperatura e da fração volumétrica.

Com os valores da Tab. (6.2) verificou-se o comportamento da microdureza com relação à temperatura de extrusão para compósitos compactados a quente, conforme mostra os gráficos das Fig. (6.17).

Verificou-se que para o alumínio puro praticamente não ocorre variação da microdureza com relação à mudança de temperatura de extrusão. Já para os compósitos com 6% e 20% de reforço a microdureza tende a aumentar com o aumento da temperatura, exceto para o caso do compósito com 6% de reforço compactado a quente. Nesse caso, a microdureza dos extrudados a 400°C foi superior às demais, conforme pode ser vista na Fig. (6.17). Como os compósitos foram compactados a quente e passaram pelo processo de desgaseificação, pode ter ocorrido uma boa conformação para essa composição, melhorando assim, a sua microestrutura através das deformações e consequentemente melhorando suas propriedades.

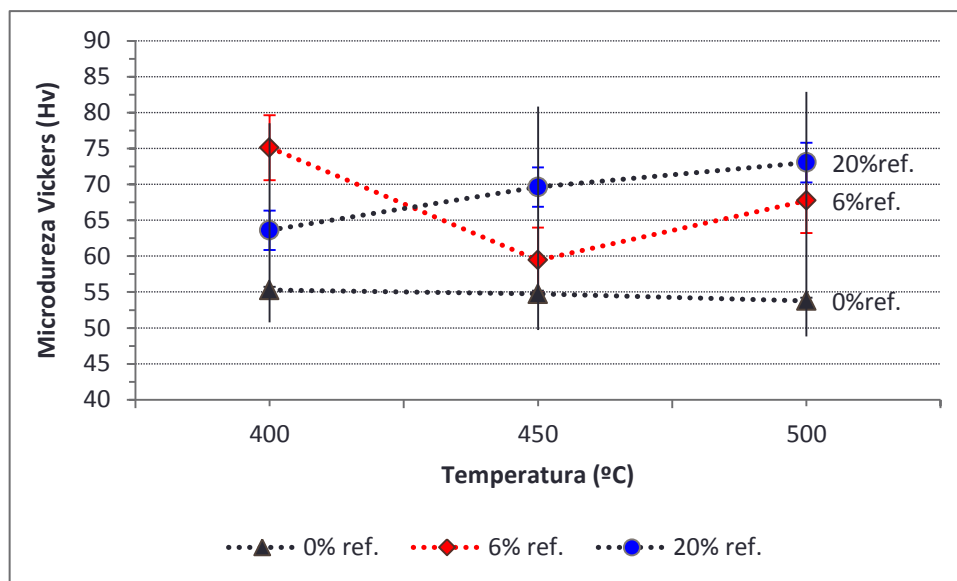
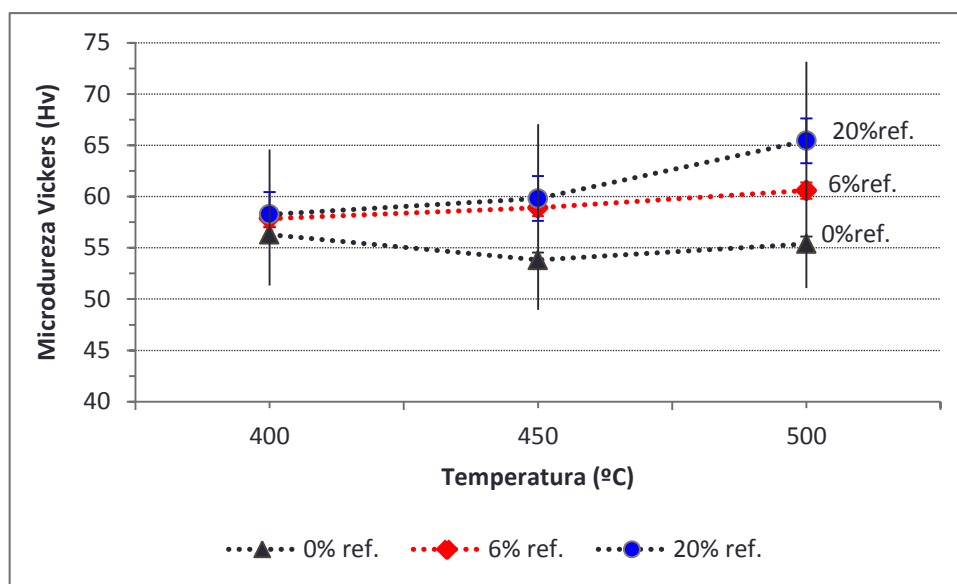


Figura 6.17 – Gráfico da Microdureza Vickers em função da temperatura de extrusão para compósito compactado a quente.

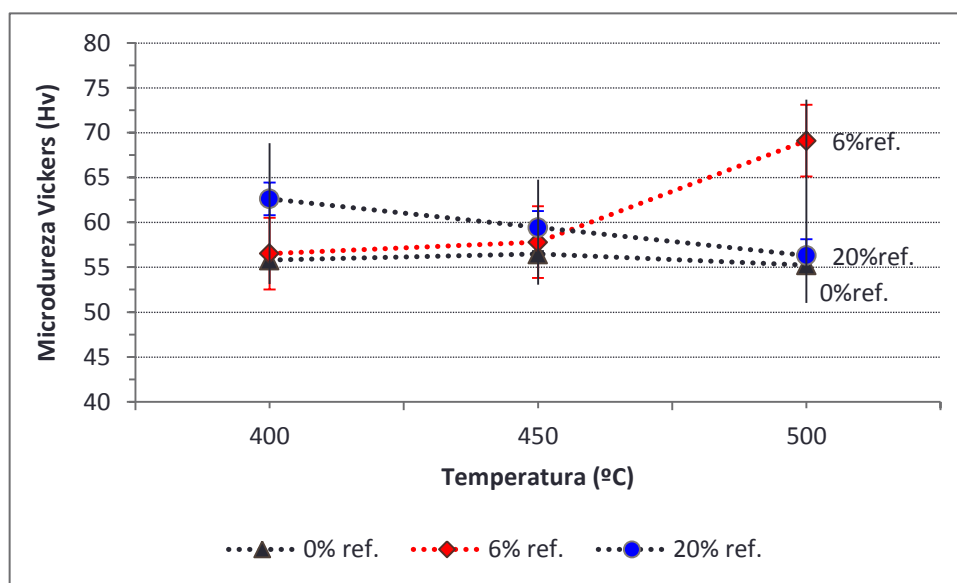
Para os compósitos compactados a frios e extrudados a quente com razão de 2:1, verificou-se que não há variações significativas da microdureza com a mudança de temperatura de extrusão. Ver, Fig. (6.18 a).

Para os extrudados com razão de 3:1, Fig. (6.18 b), a microdureza dos compósitos com 6% de quasicristal aumenta com o aumento da temperatura, sendo esse aumento mais acentuado para a temperatura de 500°C. A melhora na microdureza provavelmente estar relacionado com a adição de partículas ligeiramente dissolvido na matriz devido ao aumento da temperatura, afetando assim, a microestrutura (LEE *et al*, 2000).

Para os compósitos com 20% de quasicristal a microdureza aumenta com o aumento da temperatura para os compósitos extrudado na razão de extrusão de 2:1, Fig. (6.18 a), e ocorre uma redução de maneira linear com o aumento da temperatura para os compósitos extrudado com razão de extrusão de 3:1, Fig. (6.18 b). Essa mudança provavelmente esta relacionada com as deformações ocorridas no processo de extrusão. Entretanto, esperava-se para a razão de extrusão de 3:1 um aumento maior na microdureza, devido as maiores taxas de deformação. Porém, outros fatores devem ter contribuído negativamente, como pode ser observado no planejamento fatorial.



a)



b)

Figura 6.18 – Gráfico da Microdureza Vickers em função da temperatura de extrusão para compósito compactado a frio: a) RE 2:1 e b) RE 3:1.

Através do modelo matemático do planejamento fatorial do apêndice A, verificou-se que a o aumento da temperatura de extrusão de 400°C para 500°C eleva a microdureza dos compósitos, porém, as interações com as outras variáveis envolvidas no planejamento produziram efeitos negativos na microdureza dos compósitos.

Para os compósitos compactados a frio e extrudado, analisou-se também o comportamento da microdureza em função da razão de extrusão. A Tab. (6.4) apresenta a microdureza Vickers e o desvio padrão em função da composição e dos parâmetros de extrusão.

Observa-se através dos valores da Tab. (6.4) que a mudança na razão de extrusão de 2:1 para 3:1, praticamente não afetou a microdureza do compósito, as pequenas variações ocorridas para as composições estudadas estão dentro do desvio padrão. Esse fato também é confirmado através do planejamento fatorial do apêndice A, que mostra que a mudança da razão de extrusão contribuiu muito pouco para o aumento da microdureza do compósito.

Tabela 6.4 – Microdureza Vickers do compósito em função da razão de extrusão.

Fração de vol.(%)	Temperatura (°C)	Razão de Extrusão	Microdureza Vickers Hv	Desvio Padrão
0	400	2:1	56,29	4,95
		3:1	55,78	2,65
	450	2:1	53,82	4,88
		3:1	56,46	3,41
	500	2:1	55,39	4,32
		3:1	55,24	2,82
6	400	2:1	57,86	4,64
		3:1	56,52	3,11
	450	2:1	58,90	3,30
		3:1	57,78	3,38
	500	2:1	60,59	4,28
		3:1	69,09	4,59
20	400	2:1	58,27	6,31
		3:1	62,62	6,21
	450	2:1	59,81	7,24
		3:1	59,42	5,32
	500	2:1	65,44	7,69
		3:1	56,31	5,30

6.7.2 Ensaio de Dureza

Análise semelhante à microdureza foi realizada para a macrodureza dos compósitos. A dureza Rockwell B foi calculada através da medida da profundidade da impressão deixado na amostra e da carga aplicada.

Na Tab. (6.5) são apresentadas a média das durezas Rockwell B para cada composição estudada, e o respectivo desvio padrão, em função da fração de reforço de quasicristal e das temperaturas de extrusão.

Tabela 6.5 – Dureza do compósito em função da fração volumétrica de reforço de quasicristal e da temperatura de extrusão para compósitos compactados a quente.

Fração de vol.(%)	Temperatura de extrusão	Dureza Rockwell B	Desvio Padrão
0	400	41,60	1,54
	450	38,23	1,77
	500	40,55	1,00
3	400	59,60	1,20
	450	45,11	1,91
	500	49,18	2,87
6	400	75,70	0,63
	450	48,66	2,95
	500	62,10	2,14
20	400	51,26	0,78
	450	59,58	1,74
	500	67,74	1,34

Verificou-se que ocorre um aumento significativo na dureza, chegando a atingir 81% em relação ao alumínio puro extrudado a mesma temperatura. Considerando apenas a variação de reforço, esse aumento chega a atingir 98% em relação ao alumínio extrudado com 0% de reforço. Kenzari *et al.*, (2008) desenvolveram compósitos de alumínio com reforço de partículas quasicristalina AlCuFeB por sinterização e obtiveram dureza de 41HB, 50HB e 70HB com frações de reforço de 0%, 15% e 30% respectivamente. Embora a técnica de processamento utilizada nesse trabalho tenha sido diferente, os valores obtidos com reforço de 0% são os mesmos e para o reforço de 20% esta em acordo com a literatura, pois o mesmo encontra-se entre 50HB e 70HB, conforme a Tab. (6.5).

O gráfico da Fig. (6.19) mostra o comportamento da dureza Rockwell B em relação ao aumento da fração de reforço de quasicristal na matriz.

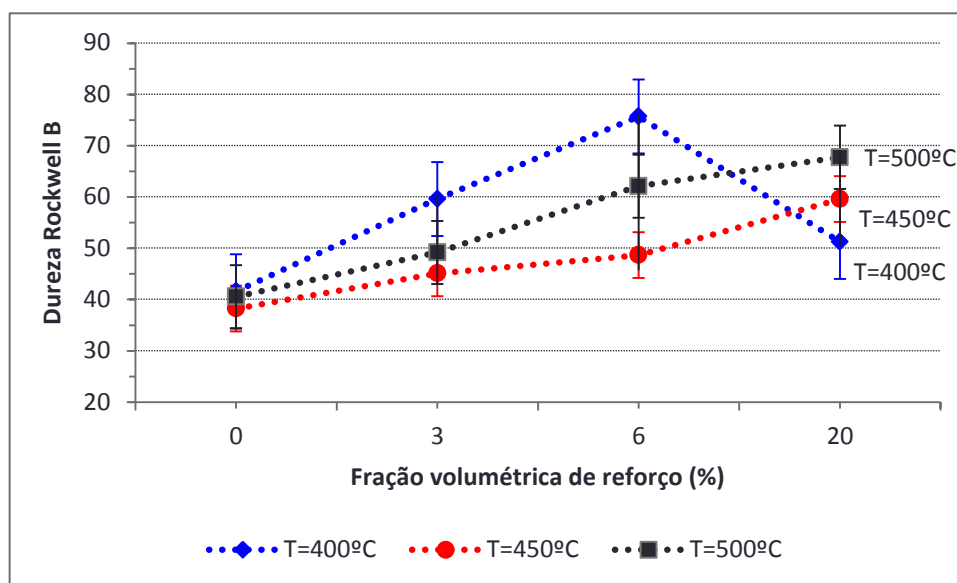
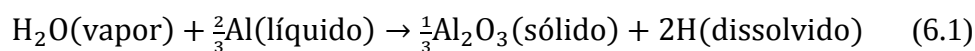


Figura 6.19 – Gráfico da dureza em função da fração volumétrica para compósitos compactados a quente.

Observa-se no gráfico da Fig. (6.19) que a dureza dos compósitos aumenta com o aumento da fração de reforço de acordo com a literatura (PASSOS, 2006, KENZARI *et al.*, 2008, WOLF *et al.*, 2012). Porém, para o compósito com 20% de reforço e extrudado a 400°C ocorreu o oposto. Nesse caso, é possível que tenha havido contaminação por absorção de gases nocivos, como Hidrogênio e oxigênio. Segundo CAMPOS, (2008) a absorção de hidrogênio pelo metal ocorre através da redução do vapor de água, pela reação da Eq. (6.1).



Como os compósitos compactados e extrudados a quente foram submetidos a um duplo aquecimento, tanto para compactar como também para extrusão, é provável que a desgaseificação não tenha causado o efeito esperado. Sendo assim, a presença de gases pode ter contribuído para a formação de porosidades em algumas regiões. E segundo a literatura a presença dessa porosidade é nociva às propriedades mecânica, principalmente sobre a ductilidade e a resistência á fadiga, e que foi confirmado nos ensaios de tração, que será apresentado posteriormente.

Outro ponto a ser considerado é a temperatura de extrusão. É possível que 400°C não seja adequada para realiza à extrusão dos compósitos com 20% de reforço de quasicristal. Segundo Tavighi *et al.*, (2013) a temperatura de extrusão tem um papel importante na eficácia do refinamento da segunda fase do compósito. Porém, baixas temperaturas ou distribuição não uniforme da mesma podem causar rupturas das partículas.

Para os compósitos compactados a frio e extrudado a quente os resultados da dureza Rockwell B estão mostrados na Tab. (6.6) em função da fração de reforço e dos parâmetros: temperatura e razão de extrusão.

Tabela 6.6 – Dureza Rockwell B em função da fração volumétrica do reforço da liga quasicristalina e dos parâmetros de extrusão para compósitos compactados a frio.

Razão de extrusão (RE) 2:1			
Fração de vol.(%)	Temperatura de extrusão	Dureza Rockwell B	Desvio Padrão
0	400	40,94	1,53
	450	41,53	1,00
	500	41,52	0,99
6	400	44,44	1,80
	450	50,03	0,96
	500	51,23	0,73
20	400	50,70	1,96
	450	51,27	2,25
	500	57,50	3,59
Razão de extrusão (RE) 3:1			
0	400	40,40	1,98
	450	39,87	3,22
	500	38,29	2,17
3	400	44,22	2,14
	450	48,02	2,77
	500	50,98	1,98
6	400	45,13	0,91
	450	52,40	1,62
	500	53,26	2,84
20	400	45,15	3,76
	450	52,10	1,28
	500	57,34	2,67

Observou-se um aumento na dureza da ordem de 49% em relação ao alumínio puro extrudado nas mesmas condições. Levando-se em consideração, como variável, apenas a fração de reforço, esse aumento chega a atingir 50% em relação ao alumínio extrudado puro.

A dureza dos compósitos compactados a frio e extrudados a quente é inferior a dos compósitos compactados a quente. Porém, percentual de aumento é superior ao encontrado por Passos (2006), que foi da ordem de 40%, obtidos com compósitos compactados e extrudado a quente.

Os valores dos compósitos com 20% de reforço estão próximo dos valores de dureza obtidos por Kenzari *et al.*, (2008), que foi de 50HB, porém, com frações de reforço de 15% e obtidos por sinterização.

O processo de extrusão a quente tem como características o refinamento de grão e a dispersão da fase icosaédrica na matriz (YUAN *et al.*, 2008). Para o caso da compactação e extrusão a quente, os pós são submetidos a um tratamento térmico durante a compactação. Além disso, nesse tipo de processo os pós são desgaseificado, diminuído assim a porosidade. Esse fato, provável contribuiu para o aumento da dureza.

O gráfico da Fig. (6.20) mostra o comportamento da dureza Rockwell B em relação ao aumento da fração de reforço de partículas quasicristalina para os compósitos compactados a frio e extrudados a quente com razão de 2:1.

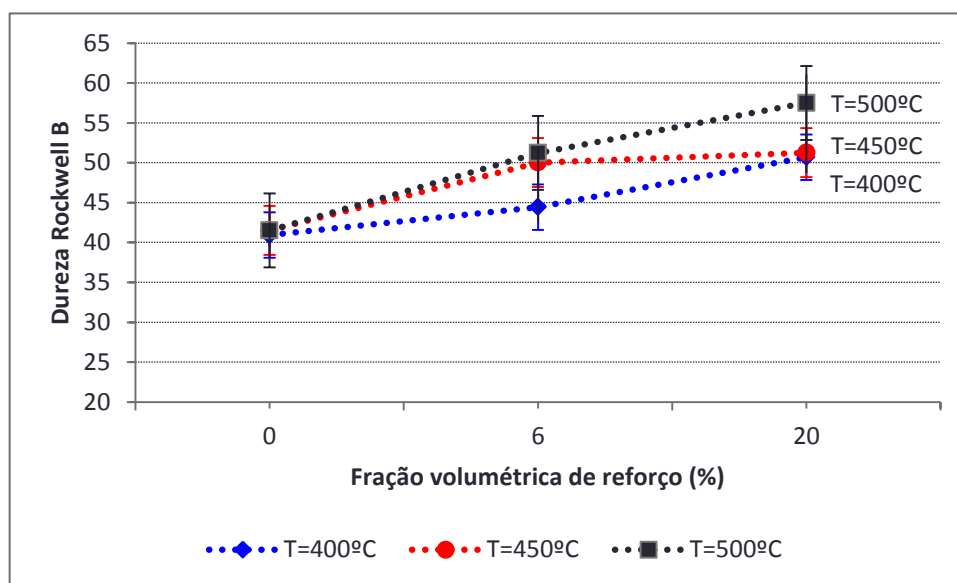


Figura 6.20 – Gráfico da dureza em função da fração volumétrica para compósitos compactados a frio e extrudado a quente com razão de 2:1.

Observou-se no gráfico acima que dureza aumenta com o aumento da fração de reforço de quasicristal, corroborando com as literaturas. Para as temperaturas de 400°C e

500°C a dureza aumenta, gradativamente, com o aumento de reforço, porém, para a temperatura de 450°C existe uma tendência a uma curva assintótica com o aumento da fração de reforço de 6% para 20%, pelo menos para a composição estudada, conforme mostra a Fig. (6.20).

O comportamento da dureza Rockwell B em relação ao aumento da fração de reforço de partículas quasicristalina para os compósitos compactados a frio e extrudado a quente com razão de 3:1 são mostrados na Fig. (6.21).

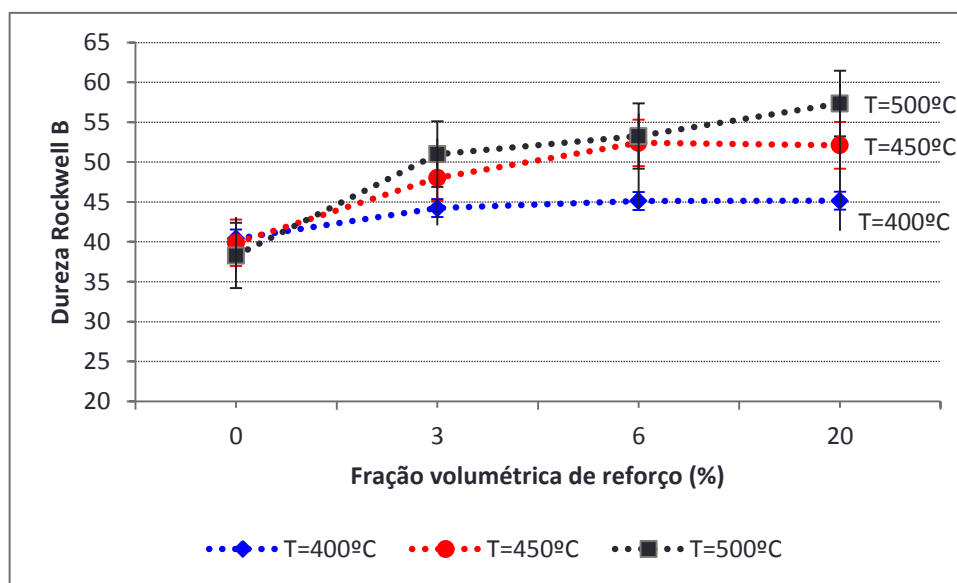


Figura 6.21 – Gráfico da dureza em função da fração volumétrica para compósitos compactados a frio e extrudado a quente com razão de 3:1.

Observou-se no gráfico da Fig. (6.21) que dureza Rockwell B aumenta com o aumento da fração de reforço de quasicristal, mostrando que os valores estão em acordo com as literaturas estudadas. Para os extrudados nas temperaturas de 400°C e 450°C o gráfico da dureza apresenta uma tendência assintótica com o aumento da fração de reforço. O aumento da quantidade de quasicristal na matriz, provavelmente necessita de um aumento da temperatura de extrusão para melhorar a conformação. Esse fato pode ser observado na Fig. (6.21). Para a temperatura de 400°C, o aumento da dureza ocorre para as frações de 0% a 3%, permanecendo praticamente constante para as outras composições analisadas. Para a temperatura de 450°C verifica-se um aumento gradativo até a fração de reforço de 6%, e permanece praticamente a mesma para a composição com 20% de

reforço. Já para os extrudados a 500°C, ocorre um aumento acentuado com o aumento da fração de reforço de 0% até 20%, mostrando que essa temperatura proporciona melhorias nas propriedades. Segundo Tavighi *et al.*, (2013), baixas temperaturas ou distribuição não uniforme da temperatura na extrusão podem causar rupturas das partículas. Além disso, a temperatura de extrusão tem um papel importante no refinamento da microestrutura do compósito, e consequentemente, nas propriedades.

No planejamento fatorial do apêndice A, verifica-se através do modelo matemáticos desenvolvido que os efeitos principais da temperatura, razão de extrusão e fração de reforço, bem como a interação razão de extrusão reforço contribuem de forma positiva para o aumento da dureza dos compósitos, porém, as demais interações entre as variáveis envolvidas produzem efeitos negativos para o aumento da dureza.

Com os valores da dureza da Tab. (6.5) construiu o gráfico da dureza Rockwell B em função da temperatura, para os compósitos compactados e extrudado a quente, ver Fig. (6.22).

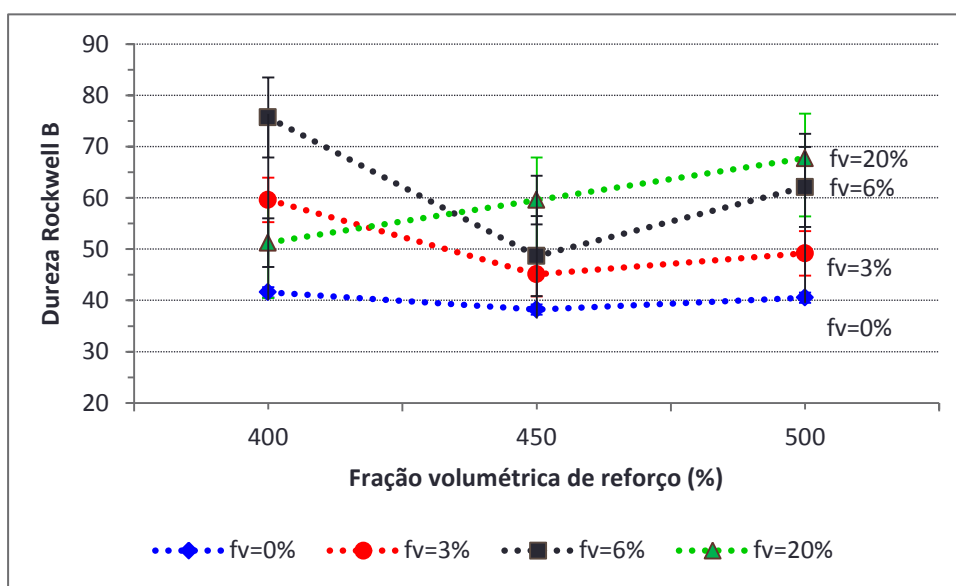


Figura 6.22 – Gráfico da dureza em função da temperatura de extrusão para compósito compactado a quente.

Observou-se nos compósitos compactados e extrudado a quente que, a temperatura de extrusão não tem influência significativa sobre a dureza do alumínio puro, porém a 450°C obtém-se a menor dureza. Mesmo assim, os valores da dureza encontram-se

dentro do desvio padrão. Para os compósitos com 20% de reforço de quasicristal a dureza aumenta monotonicamente, com o aumento da temperatura segundo uma reta. Já para o compósito com 3% e 6% ocorre uma redução no valor da dureza para os extrudados na temperatura de 450°C. Para essa temperatura ocorre uma dureza mínima para os compósitos com 0%, 3% e 6%, conforme ilustra o gráfico da Fig. (6.22). Tavighi *et al.*, (2013) estudou o efeito da temperatura de extrusão sobre a microestrutura de compósitos a base de alumínio. Segundo eles, existe uma temperatura crítica do processo de extrusão e temperaturas acima ou abaixo dela modifica a microestrutura dos compósitos.

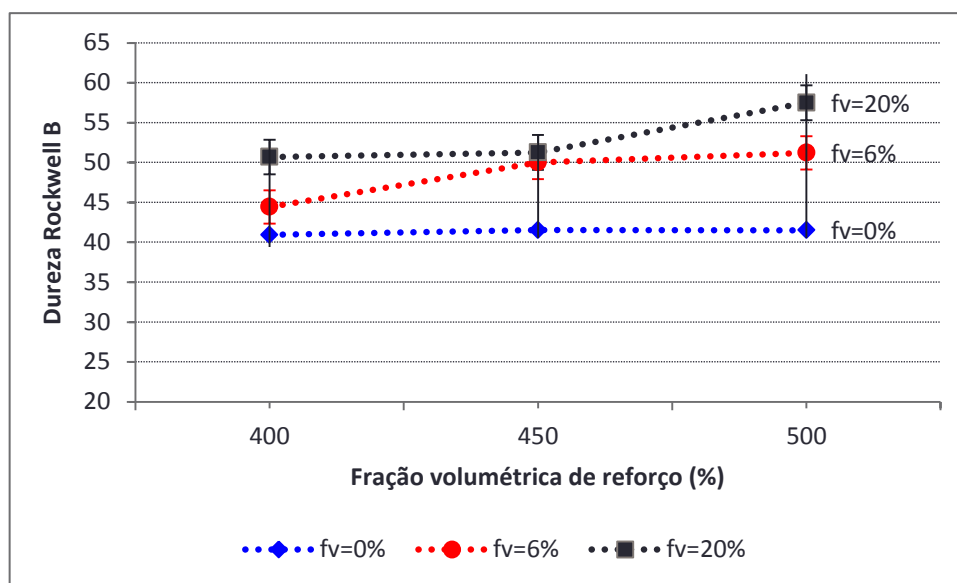
Para as amostras extrudadas a 450°C é possível que tenha havido a contaminação por gases nocivos, e estes podem fragilizar a microestrutura, e consequentemente as propriedades mecânicas dos compósitos (MOURISCO, 1995, CAMPOS, 2008).

A dureza Rockwell B em função da temperatura para os compósitos compactados a frio e extrudado a quente são apresentados na Fig. (6.23). No caso do alumínio puro (0% de reforço) verificou-se que não existe variação expressiva da dureza com a mudança na temperatura de extrusão, apenas uma pequena redução para os extrudados a 500°C com razão de 3:1, porém, essa variação está dentro do desvio padrão. Para as demais composições estudadas a dureza aumenta com o aumento da temperatura, tanto para os extrudados com razão de extrusão de 2:1 quanto para os com 3:1, conforme mostra as Fig. (6.23 a) e Fig. (6.23 b). Esse comportamento comprova o que foi encontrado na literatura, mostrando que a temperatura de extrusão tem um papel importante nas propriedades dos compósitos.

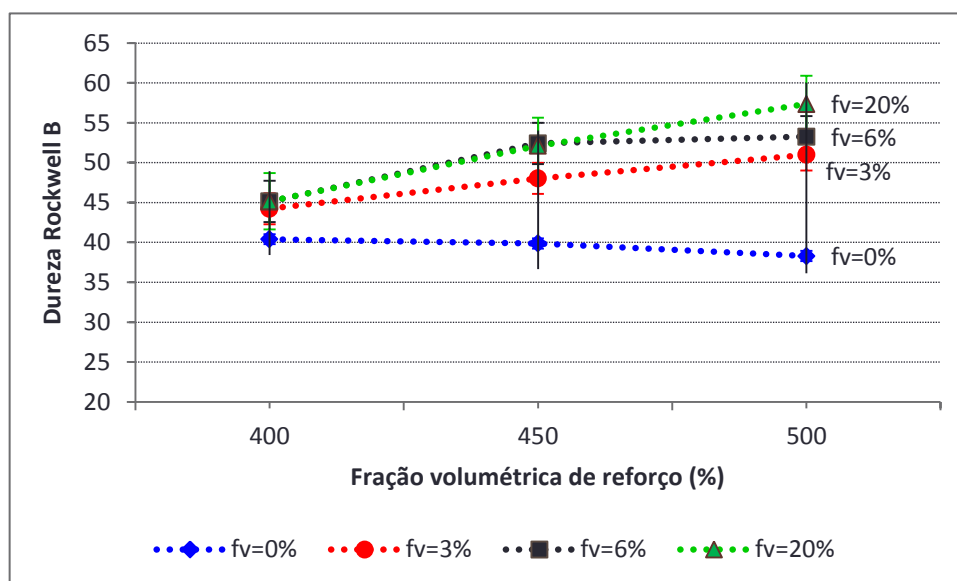
Observou-se para os extrudado com razão de 3:1 a 400°C que a dureza dos compósitos com fração de reforço de 3%, 6% e 20% praticamente tem o mesmo valor. E para os extrudados a 450°C a dureza dos compósitos com 6% e 20% também tem valores praticamente iguais Fig. (6.23 b). Com base no estudo realizado por Tavighi *et al.*, (2013) é possível que estas temperatura de extrusão de 400°C não seja ideal para a realizar extrusões com frações de reforço de 6% e 20% de reforço de quasicristal, e 450°C também não seja adequada para as extrusões de compósitos com 20% de quasicristal com razão de extrusão de 3:1.

Verifica-se através da Tab. (6.7) e dos gráficos da Fig. (6.23 a) e Fig. (6.23 b) que praticamente não teve variação significativa da dureza com o aumento da razão de extrusão. Segundo Soltani *et al.*, (2014) o aumento na razão de extrusão provoca melhoria

significativa na dureza devido a redução no tamanho médio e uma melhor distribuição das partículas, e consequentemente uma diminuição na porosidade.



a)



b)

Figura 6.23 – Gráfico da dureza em função da temperatura de extrusão para compósito compactado a frio: a) RE 2:1 e b) RE 3:1.

A dureza Rockwell B e o desvio padrão em função da razão de extrusão para os compósitos compactados a frio são mostrados na Tab. (6.7). Observa-se que, a mudança na razão de extrusão de 2:1 para 3:1, praticamente não afetou a dureza do compósito

extrudado na mesma temperatura. As pequenas variações ocorridas, praticamente estão dentro do desvio padrão, frustrando as expectativas. Espera-se um aumento significativo da dureza com o aumento da razão de extrusão, uma vez que o processo de extrusão a quente proporciona o refinamento do grão e a dispersão da fase quasicristalina na matriz (YUAN *et al.*, 2008). E essas melhorias podem ser alcançadas pela redução no tamanho médio das partículas, e consequentemente pela diminuição na porosidade através do aumento da razão de extrusão (SOLTANI *et al.*, 2014).

Tabela 6.7 – Dureza Rockwell B do compósito em função da razão de extrusão.

Fração de vol.(%)	Temperatura (°C)	Razão de Extrusão	Dureza Rockwell B	Desvio Padrão
0	400	2:1	40,94	1,53
		3:1	40,40	1,98
	450	2:1	41,53	1,00
		3:1	39,87	3,22
	500	2:1	41,52	0,99
		3:1	38,29	2,17
6	400	2:1	44,44	1,80
		3:1	45,13	0,91
	450	2:1	50,03	0,96
		3:1	52,40	1,62
	500	2:1	51,23	0,73
		3:1	53,26	2,84
20	400	2:1	50,70	1,96
		3:1	45,15	3,76
	450	2:1	51,27	2,25
		3:1	52,10	1,28
	500	2:1	57,50	3,59
		3:1	57,34	2,67

Embora os valores exposto na Tab. (6.7) não evidencia o aumento da dureza com o aumento da razão de extrusão, o planejamento fatorial, do apêndice A, mostra que a mudança da razão de extrusão de 2:1 para 3:1 tem um efeito positivo para o aumento da dureza dos compósitos, embora as interações com as demais variáveis envolvidas no processo tenham efeitos negativos.

6.8 ENSAIO DE TRAÇÃO

Corpos de prova para os ensaios de tração foram confeccionados, por usinagem, a partir das barras extrudadas dos compósitos de alumínio com reforço da liga quasicristalina $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$. Todas as barras compactadas a frios e extrudadas a quente tiveram boa usinabilidade. Todavia, para os compósitos com 20% de reforço compactado e extrudado a quente, ocorreram fratura dos corpos de prova durante a confecção, provavelmente devido a maior concentração de quasicristal, propiciando a formação de aglomerados em algumas regiões ou por defeitos provenientes da extrusão que tenha fragilizado os mesmos. Porém, foi possível a obtenção de corpos de prova em todas as composições estudadas, mas os resultados não foram satisfatórios para os compactados a quente. A Fig. (6.24) mostra os corpos de prova obtidos através da usinagem dos extrudados.



Figura 6.24 – Corpo de prova dos compósitos utilizado nos ensaios de tração.

As curvas tensão deformação para os compósitos em estudo encontram-se na Fig. (6.25). Os resultados dos ensaios de tração mostraram que a resistência à tração aumentou para o reforço de 6% de partículas quasicristalina na matriz de alumínio em relação ao alumínio puro. Para a fração de reforço de 3% e os valores da resistência foi inferior a de 6%, como esperado. Porém, em algumas temperaturas de extrusão, também foi inferior ao alumínio puro conforme são mostrados na Fig. (6.25) e na Tab. (6.8). Já para os

compósitos com 20% de reforço, a resistência à tração não superou a do alumínio obtida nas mesmas condições.

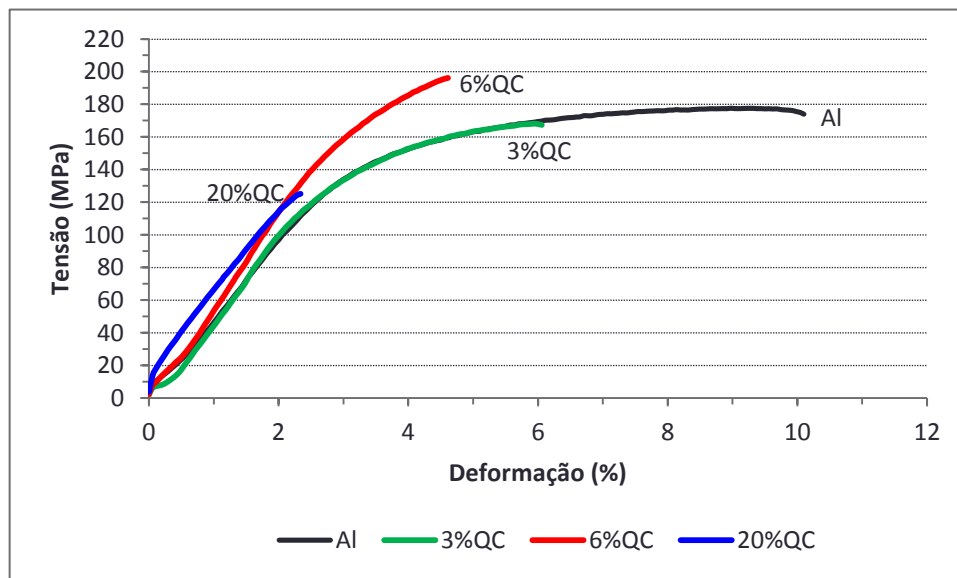


Figura 6.25 – Gráfico da Tensão x Deformação dos extrudados.

Pelo comportamento do gráfico da tensão versus deformação mostrado na Fig. (6.25), observa-se que, à medida que a quantidade de reforço de quasicristal aumenta o compósito torna-se mais frágil, essa característica é atribuída ao aumento do módulo de elasticidade do material, e consequentemente uma redução na deformação (SOUZA, 1982).

A Tab. (6.8) apresenta os valores máximos obtidos para a resistência à tração e a deformação em função da temperatura e da razão de extrusão para o compósito alumínio quasicristal.

Para os compósitos compactados e extrudados a quente verifica-se para o compósito com 0% de reforço (alumínio puro) a tensão máxima foi de 138MPa com deformação de 3,5%, para os compósitos com 3% de reforço obteve-se uma tensão máxima de 128 MPa com deformação de 2,8%. Já para o compósito com 6% de reforço a tensão máxima foi de 157MPa com 2,8% de deformação. Este valor caiu significativamente quando o percentual de reforço foi de 20% atingindo-se apenas uma tensão de 65MPa com deformação de 1,4%. Todavia, os valores da resistência superaram os obtidos por Passos (2006), porém, a deformação foi bem inferior. Ele obteve 72MPa

com 26% de deformação para o alumínio puro, 98 MPa com deformação de 13% para os compósitos com 3% e 129MPa com 5% de deformação para compósito com reforço de 6% de quasicristal, extrudando a 350°C e com a mesma razão de extrusão.

Tabela 6.8 – Resistência à tração em função dos parâmetros de extrusão para os compósitos.

Fração de vol.(%)	Razão de Extrusão	Temperatura de Extrusão (°C)	Tensão máxima (MPa)	Deformação (%)
Compactado a quente				
0	2:1	400	94,36	3,23
		450	138,14	3,51
		500	111,96	2,30
3	2:1	400	110,50	2,34
		450	114,85	2,61
		500	128,11	2,81
6	2:1	400	157,20	2,78
		450	124,40	1,63
		500	110,43	2,10
20	2:1	400	13,0947	0,35
		450	65,8871	1,43
		500	50,0037	1,19
Compactado a frio				
0	2:1	400	139,63	2,74
	3:1		181,75	7,27
	2:1	450	154,82	4,70
	3:1		186,61	9,93
	2:1	500	147,20	4,49
	3:1		178,87	9,49
3	3:1	400	137,14	3,15
	3:1	450	168,11	5,94
	3:1	500	168,18	3,70
6	2:1	400	86,99	1,62
	3:1		110,43	2,10
	2:1	450	85,60	1,45
	3:1		172,38	6,15
	2:1	500	111,45	2,41
	3:1		196,13	4,61
20	2:1	400	93,46	2,23
	3:1		76,15	1,62
	2:1	450	87,67	1,73
	3:1		117,23	2,34
	2:1	500	95,88	1,76
	3:1		125,13	2,34

A baixa resistência mecânica e principalmente às pequenas deformações obtidas para os compósitos alumínio quasicristal, provavelmente esta ligada à ausência da formação de interfase entre a matriz e o reforço. E essa ausência ou a fragilização dela reduz as propriedades mecânicas dos compósitos (KENZARI *et al.*, 2008). Além disso, essa fragilização esta ligada a formação de óxido. A formação de óxido pode ser decorrente do processo de desgaseificação ineficaz (MOURISCO, 1995, CAMPOS, 2008).

Os compósitos compactados a frio e extrudados apresentou para o alumínio puro uma tensão máxima de 186MPa com uma deformação de 9,9%, para os compósitos com 3% de reforço a tensão máxima foi de 168 MPa com deformação de 5,9%, já para o compósito com 6% de reforço a tensão máxima foi de 196MPa com 4,6% de deformação e com 20% de reforço a tensão máxima foi de 125MPa e a deformação 2,3%.

Verifica-se na Tab. (6.8) que a grande maioria dos compósitos compactados a frio e extrudada a quente a resistência mecânica aumento com o aumento da temperatura. Esse aumento provavelmente melhorou a conformação plástica dos compósitos, produzindo melhorias na microestrutura. Segundo Tavighi *et al.*, (2013) o refinamento da microestrutura é de fundamental importância para o progressos nas propriedades mecânicas dos compósitos.

Para algumas composições (principalmente 20% QC) o aumento da temperatura de extrusão não melhorou nem a resistência mecânica e nem tão pouco a deformação. Este fato confirma o que foi observado por Yuan *et al.*, (2008) para algumas ligas extrudadas.

Para o aumento da fração de reforço de 6% para 20%, ocorre um decréscimo na resistência a tração, contrariando o esperado. Esse fato, também foi verificado para os compósitos com reforço de 10% e 20% da liga quasicristalina AlMnPd, extrudado a 420°C com razão de 10:1, obtida Wolf *et al.*, (2012).

Os valores da resistência a tração dos compósitos extrudados, também estão próximos dos compósitos obtidos por Kenzari *et al.*, (2008) que foi de 104MPa, 127MPa e 183MPa, com fração de reforço de 0%, 15% e 30% de partículas icosaedral da liga AlCuFeB obtidos por sinterização.

Os compósitos extrudados com razão de extrusão 3:1 apresentaram resistência à tração superior aos extrudados com razão de 2:1, chegando atingir aumento da ordem de 75%. Isto mostra que a razão de extrusão é um parâmetro importante para as melhorias das propriedades mecânicas, comprovando o que foi encontrado nas literaturas (YUAN *et al.*, 2008, KIM *et al.*, 2011, SOLTANI *et al.*, 2014). Contudo, esses valores ainda são

inferiores aos obtidos por Lee (2000). Ele obteve tensões da ordem de 150MPa até 220MPa para compósitos com frações volumétricas de 5% até 20% de reforço de AlCuFe quasicristalina, utilizando o processo de vazamento do compósito líquido em molde. Já KIM *et al.*, (2011) obtiveram resistência a tração da ordem de 1113MPa para compósito formado por Al+25QC+8%Mn através do processo de moagem de alta energia seguido por extrusão a quente, porém com razão de extrusão superior as utilizadas nesse trabalho.

O comportamento da resistência mecânica em função da temperatura de extrusão para os compósitos compactados e extrudados a quente são apresentados na Fig. (6.26).

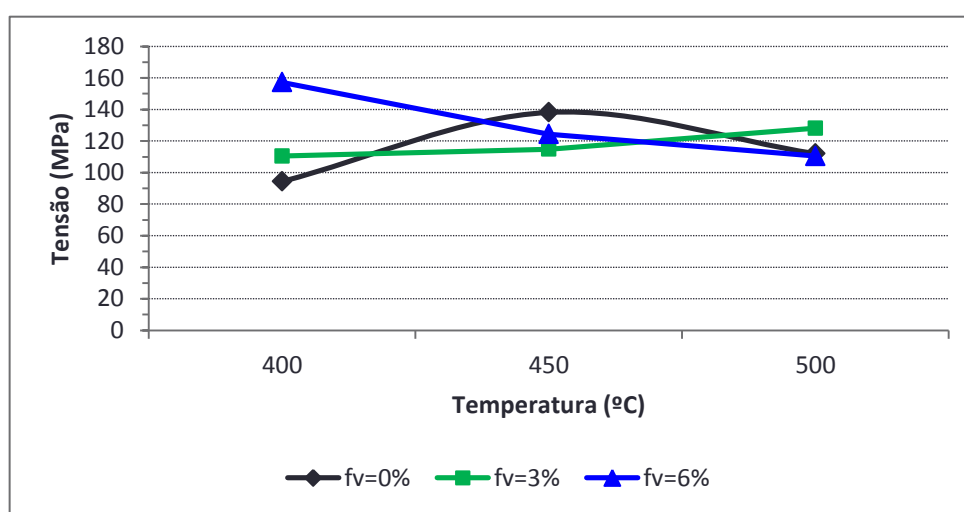


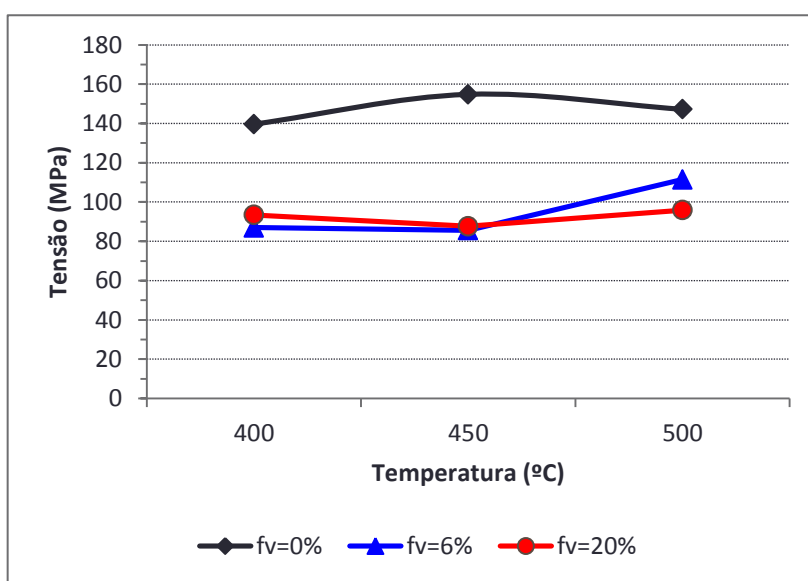
Figura 6.26 – Gráfico da Tensão em função da temperatura de extrusão para os compósitos compactados e extrudado a quente.

Para o alumínio puro a curva da tensão em função apresenta um valor máximo para temperatura de 450°C. Para os compósitos com 3% de reforço a tensão aumenta suavemente com o aumento da temperatura. Já para a fração de reforço de 6% a resistência à tração decresce com o aumento da temperatura. Para os compósitos com 20% de quasicristal, os valores obtidos são insuficientes para qualquer conclusão.

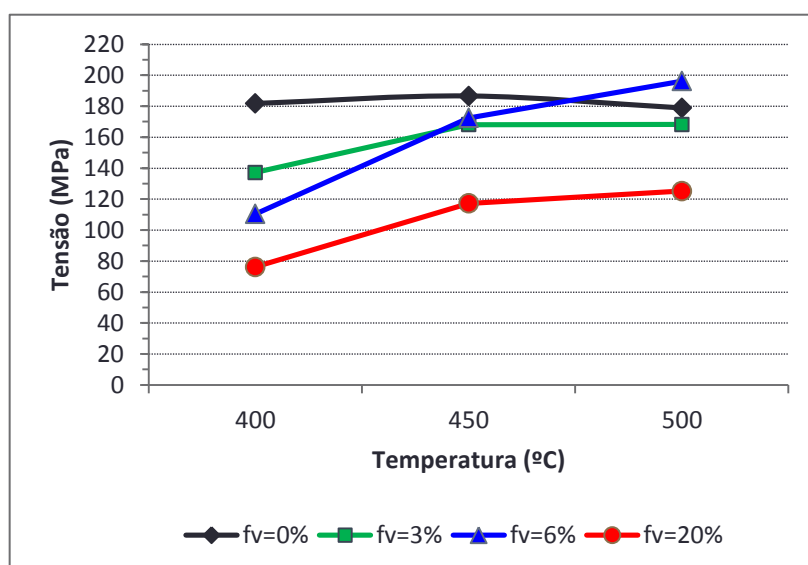
Esperava-se que a dureza dos compósitos majorasse com o aumento da temperatura, principalmente para as maiores frações de reforço. Entretanto, ocorreu o oposto. Esse comportamento aleatório da dureza pode está associado à formação de aglomerados com o aumento da quantidade de reforço, provocando assim um aumento de porosidade ou pela formação de óxido, decorrente de uma desgaseificação impotente.

Neste caso, a microestrutura pode ficar fragilizada comprometendo as propriedades (MOURISCO, 1995, CAMPOS, 2008). Outro ponto a ser considerado, é que não foi observado a formação de interface matriz reforço com o auxílio do MEV e também do força atômica. A existência de interfase provavelmente é muito fraca, e segundo Kenzari *et al.*, (2008) esse é um fator que reduz as propriedades.

A resistência a tração em função da temperatura de extrusão para os compósitos compactados a frio e extrudados a quente são apresentados na Fig. (6.27).



a)



b)

Figura 6.27 – Gráfico da Tensão em função da temperatura de extrusão para os compósitos compactados a frio: a) RE 2:1, b) RE 3:1.

Observa-se para o alumínio puro que a resistência máxima ocorre para a temperatura de 450°C tanto para a razão de extrusão 2:1 como para 3:1. Para as demais composições a resistência aumenta com o aumento da temperatura. Porém, para os extrudados com razão de 2:1 o aumento só é significativo para a temperatura de 500°C, conforme pode ser observado na Fig. (6.27 a) Fig. (6.27 b). Nota-se também que na temperatura 450°C todas as curvas, empiricamente traçadas, sofrem mudança no sinal da inclinação.

Verifica-se na Tab. (6.8) e nos gráficos das Fig. (6.27 a) Fig. (6.27 b), que o aumento da razão de extrusão de 2:1 para 3:1 melhora consideravelmente a resistência dos compósitos, exceção feita para os extrudados a 400°C com 20% de quasicristal. Nesse caso, é possível que a temperatura de extrusão seja baixa para a extrusão desse compósito. Segundo Tavighi *et al.*, (2013), temperatura baixas ou não uniforme causa problemas a microestrutura, provocando redução nas propriedades. Por outro lado, a melhoria na resistência mecânica com o aumento da razão de extrusão esta relacionadas com as maiores taxas deformações provenientes do processo de extrusão a quente. O aumento na deformação plástica dos metais proporciona uma redução do tamanho médio das partículas através do refinamento do grão e uma diminuição da porosidade (YUAN *et al.*, 2008, SOLTANI *et al.*, 2014), e esses fatores são fundamentais para se obter melhorias nas propriedades.

A importância dessa variável no aumento da resistência a tração dos compósitos extrudados é bem evidenciada através do planejamento fatorial desenvolvido no apêndice A. O modelo matemático desenvolvido para a resposta a resistência à tração mostrou que o aumento da temperatura de 400°C para 500°C, juntamente com o aumento da razão de extrusão de 2:1 para 3:1, bem como a interação entre essas duas variáveis produziram aumento na resistência a tração do compósito. Já o efeito do aumento de reforço de 6% para 20% de quasicristal, bem como a interação dessa variável com as demais produziu um efeito negativo para a resistência a tração.

Com base no planejamento fatorial desenvolvido nesse trabalho, as extrusões realizadas a 500°C, com razão de extrusão de 3:1 e reforço de 6% produz uma melhoria na resistência a tração. Do ponto de vista da dureza as melhores condições encontradas foram temperatura de 500°C, razão de extrusão de 2:1 e fração de reforço de 20%. Já para a microdureza as condições encontradas foram temperatura de 500°C, razão de extrusão de 3:1 e fração de reforço de 6%.

Analizando todas as variáveis envolvidas no processo, as condições mais adequadas para aumento da dureza, a microdureza e a resistência a tração são: temperatura de 500° C, razão de extrusão de 3:1 e reforço de 6% de quasicristal, conforme análise do planejamento fatorial, do apêndice A.

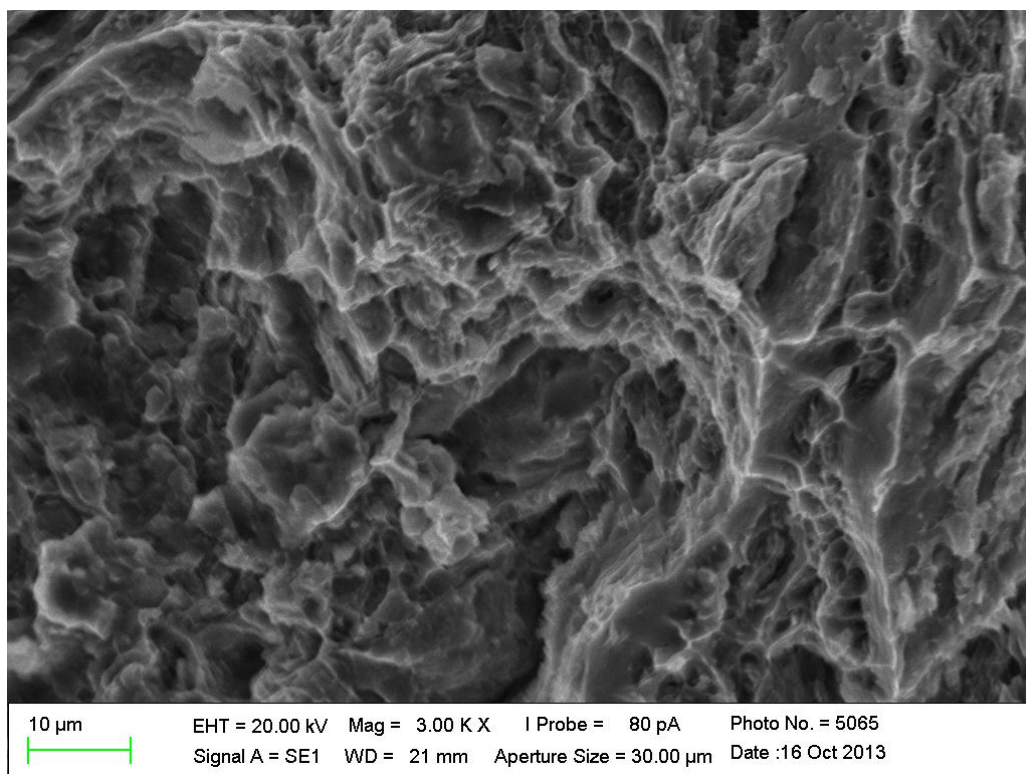
6.9 ANÁLISE DA FRATURA

O rompimento dos corpos de prova extrudados mostrou que a ruptura se deu com uma determinada inclinação, Fig. (6.28) evidenciado a propagação de trincas, isto, provavelmente devido à porosidade ocasionada pela formação de aglomerados, facilitando essa propagação.

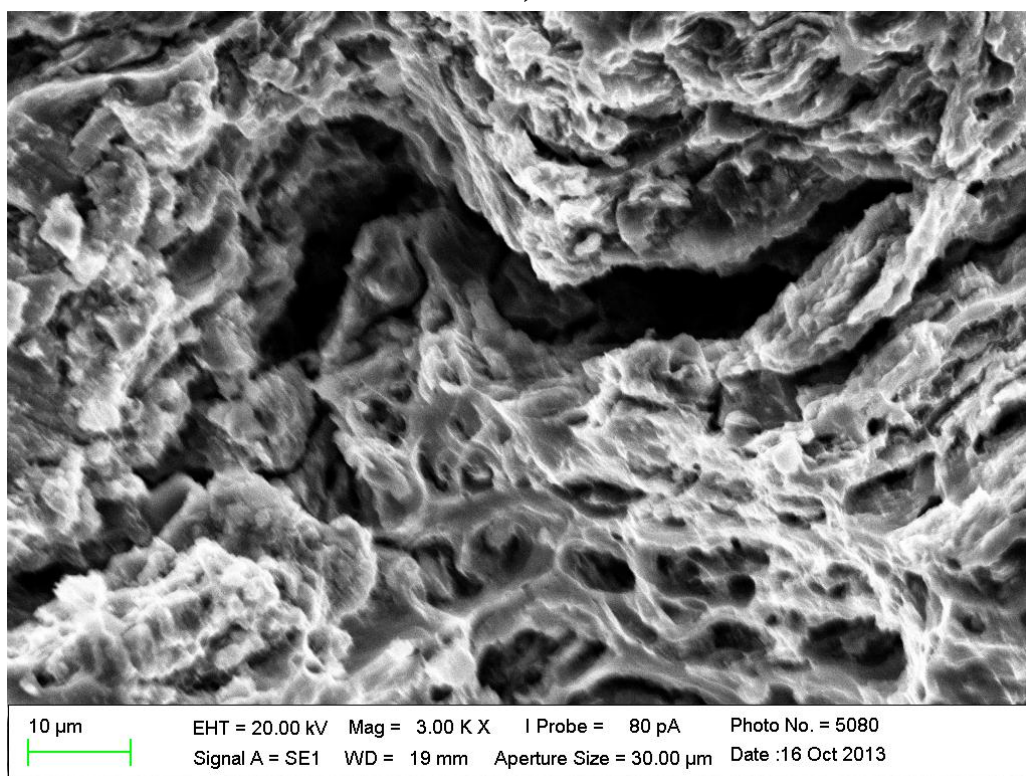


Figura 6.28 – Corpo de prova rompido durante o ensaio de tração.

A estrutura da fratura pode ser observada na Fig. (6.29). Observa-se a presença de veios de microcavidades devido à ductilidade da matriz, e também, a presença de fendas entre a matriz e as partículas maiores de quasicristal (cinza claro) formando um desprendimento de ambos. Um dos motivos é a fraca adesão do quasicristal devido às baixas tensões superficiais Fig. (6.29 b).



a)



b)

Figura 6.29 – Visualização do aspecto de ruptura dos compósitos (3000x). a) 6% QC, b) 20% QC.

Utilizando-se imagens de back-scattered vê-se a distribuição das partículas da liga quasicristalina (branco) na matriz, Fig. (6.30). Observa-se formação de aglomerados e a presença de algumas fendas separando matriz e reforço. Outro fato observado é a ausência de formação de interfase, o que justifica o baixo resultado das propriedades mecânicas.

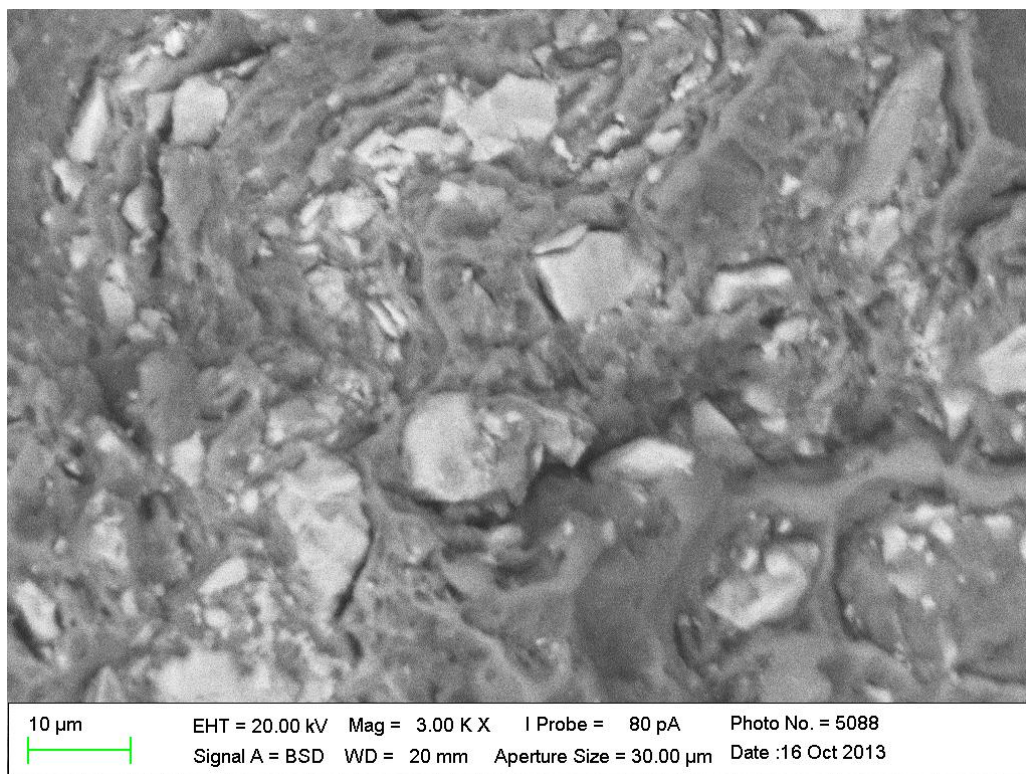


Figura 6.30 – Distribuição das partículas quasicristalinas na fratura para compósitos com 20% de reforço (3000x).

E importante salientar que partículas de óxido proveniente do processo de extrusão ou do alumínio puro podem dificultar a difusão dos elementos do reforço como Cu e o Fe. Além do mais, como existe muitas variáveis envolvidas no processo, os resultados obtidos mostraram que é preciso aperfeiçoar o controle das mesmas, a fim de melhorar as interações entre elas, e consequentemente, melhorar as propriedades dos compósitos.

CAPITULO VII

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

7.1 CONCLUSÕES:

- Houve um aumento na dureza do compósito da ordem de 81% em relação ao alumínio para os compósitos compactados e extrudados quente. E um aumento da ordem de 50% para os compósitos compactados a frio e extrudados a quente.
- A resistência máxima a tração ocorreu os compósitos com 6% de reforço da liga quasicristalina.
- A microscopia eletrônica de varredura mostrou uma boa distribuição da fase quasicristalina na matriz dúctil, embora ocorra em algumas regiões a formação de aglomerados.
- O aumento na temperatura de extrusão produz um aumento na dureza dos compósitos com 6% e 20% e uma pequena redução na dureza do alumínio puro.
- A mudança na razão de extrusão de 2:1 para 3:1 produz pequenas variações na dureza dos compósitos. Porém, a máxima dureza foi obtida foi a 500°C com razão de 2:1.
- Ocorre uma pequena redução da dureza do alumínio quando a razão de extrusão é aumentada de 2:1 para 3:1.

- O aumento da temperatura de extrusão produz um aumento significativo na resistência à tração dos compósitos compactados a frio e extrudado a quente.
- Para a temperatura de 450° obtém-se a máxima resistência à tração para o alumínio puro extrudado, tanto para a razão de 2:1 como de 3:1.
- A resistência mecânica e a deformação dos compósitos aumentam significativamente com mudança da a razão de extrusão de 2:1 para 3:1.
- Os compósitos compactados e extrudados a quente apresentaram dureza e microdureza superior aos compósitos compactados a frio e extrudado a quente.
- O aumento da fração de reforço de 6% para 20% aumenta a dureza e a microdureza dos compósitos e reduz a resistência a tração e a deformação.
- Os compósitos compactados a frio e extrudado a quente apresentaram resistência mecânica e deformação superiores aos compactados e extrudados a quente.

7.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS:

- Obter compósitos extrudados com razões de extrusão maiores.
- Obter, caracterizar e analisar as propriedades mecânicas de compósitos com outras frações de reforço.
- Realizar extrusão variando a velocidade e a pressão de extrusão e analisar os efeitos desses parâmetros nas propriedades mecânicas.
- Realizar tratamentos térmicos nos compósitos extrudados e analisar os efeitos desses nas propriedades mecânicas.
- Obter compósitos extrudados variando também os parâmetros de moagem, e analisar os efeitos dos mesmos sobre as propriedades.

REFERÊNCIAS

- ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. *Guia técnico do alumínio: Extrusão*. 4. ed. v. 1, São Paulo: ABAL, 2008.
- ANDERSON, B. C., BLOOM, P. D., BAIKERIKAR, K. G., SHEARES, V. V., MALLAPRAGADA, S. K., Al–Cu–Fe quasicrystal/ultra-high molecular weight polyethylene composites as biomaterials for acetabular cup prosthetics // *Biomaterials*, v. 23, p. 1761–1768, 2002.
- ASM Handbook, *Properties and Selection: Nonferrous alloys and Special-Purpose Materials*, v. 2, 10 ed., ASM International, 1992.
- AVAR, B., GOGEBAKAN, M., YILMAZ, F., Characterization of the icosahedral quasicrystalline phase in rapidly solidified Al—Cu—Fe alloys. *Z. Kristallogr*, v. 223, p. 731–734, 2008.
- BARROS NETO, B., SCARMINIO, I. S., BRUNS, R. E. *Como Fazer Experimentos: Pesquisa e Desenvolvimento na Ciência e na Indústria*. 4. ed. Porto Alegre: Bookman, 2010.
- BAUSER, M., SAUER, G., SIEGERT, K., *Extrusion*, 2. ed. ASM International, 2006.
- BENJAMIN, J. S. Mechanical Alloying. *Scientific American*, v.234, p. 40-8, 1976.
- BENJAMIN, J. S., Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying, *Metal. Trans.*, 1, 2943-2951, 1970.
- BRADLEY, A. J., GOLDSMITH, H. J., *J. Inst. Met.*, v. 65, p. 403-418, 1939.
- BRESCIANI FILHO, E., SILVA, I. B., BATALHA, G. F., BUTTON, S. T., *Conformação Plástica dos Metais*. 6 ed. São Paulo: EPUSP, 2011.
- CAI, T., SHI, F., SHEN, Z., GIERER, M., GOLDMAN, A. I., KRAMER, M. J., JENKS, C. J., LOGRASSO, T. A., DELANEY, D. W., THIEL, P. A., VAN HOVE, M. A.,

- (2001), *Structural aspects of the fivefold quasicrystalline Al-Cu-Fe Surface from STM and dynamical LEED Studies*. Surface Science, 495; p. 19-34.
- CAMPOS, C. J., *Redução das perdas de alumínio no processo de fabrico de peças Sonafi*. 2008. Relatório do Projecto Final / Dissertação do MIEM, Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica, FEUP (Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto).
- CAVALCANTE, D. G. L., *Desenvolvimento de Compósitos Auto-lubrificantes de ligas Quasicristalinas/Bi, Sn*. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - PPGEM, UFPB, João Pessoa.
- CHAMPIER, G. New Light AUoys. Lecture Series, *Advisory Group for Aerospace Research Development*. n.174, 6E1-21, 1990.
- CHENG, Su-ling, YANG, Gen-cang, ZHU M., WANG Jin-cheng, ZHOU, Yao-he. *Mechanical properties and fracture mechanisms of aluminum matrix composites reinforced by $Al_9(Co, Ni)_2$ intermetallics*. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, v. 20, p. 572-576, 2010.
- CHERDYNTSEV, V. V., KALOSHKIN, S. D., TOMILIN, I. A., SHELEKHOV, E. V., LAPTEV, A. I., STEPASHKIN, A. A., DANILOV, V. D., *Structure and Properties of Mechanically Alloyed Composite Materials Al/Al-Cu-Fe Quasicrystal*. The Physics of Metals and Metallography, v. 104, n. 5, p. 497-504, 2007.
- CLYNE, T. W., WITHERS, P. J., (1993), *An Introduction to Metal Matrix Composites*. Cambridge University Press, Cambridge.
- CLYNE, T.W. (2001), *Metal Matrix Composites: Matrices and Processing*, A Mortensen (ed.), Elsevier.
- COELHO, R. E., *Obtenção das Ligas Al-Fe-X-Si (X=V ou Nb) por Moagem de Alta Energia e Extrusão a Quente*. 2001. Tese de doutorado, IPEN, USP.
- COSTA, C. E., CERBATO, G., TOMIYAMA, M., VITORINO, C. R., *Influência das Variáveis de Conformação nas Características Estruturais e Propriedades Mecânicas de Liga de Alumínio P/M Extrudada*. Tecnologia em Metalurgia e materiais. São Paulo, v.2, n.3, p. 48-52. 2006.

- DIETER, G. E. *Metalurgia Mecânica*. 2 ed. Rio de Janeiro: Guanabara dois, 1981.
- DONG, C., ZHANG, L. M., FERRÉ, E. B., BRUNET, P., DUBOIS, J. M., “*Surface properties of the B2-based approximants in relation to quasicrystals*”, *Materials Science and Engineering A*, v. 304-306, pp. 172-177, 2001.
- DUBOIS J., M., FERRÉ, E., B., FEUERBACHER M., 2008, *Introduction to the Science of Complex Metallic Alloys*. Basic of Thermodynamics and Phase Transition in Complex Intermetallics – cap. 1, v. 1, França, *World Scientific*.
- DUBOIS, J. M., New prospects from potential applications of quasicrystalline materials, *Materials Science and Engineering*, v. 294-296, p. 4-9, 2000.
- FAUDOT, F., QUIVY, A., CALVAYRAC, Y., GRATIAS, D., HARMELIN, M., *Mater. Sci. Eng., A* 133, p. 383-387, 1991.
- FAUDOT, F., *The AlCuFe phase diagram: Aluminium-rich corner and icosahedral region*, 1993, *Annales de Chimie, Science de Matériaux*, v. 18, n. 7, p. 445-456.
- GOGEBAKAN, M., AVAR, B., TARAKCI, M., *Microstructures and mechanical properties of conventionally solidified $Al_{63}Cu_{25}Fe_{12}$ alloy*. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 509S, p. 316–319, 2011.
- HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E., *Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al-Cu-Fe alloys: a review*. *Journal of Alloys and Compounds* 363; P. 150-174, 2004.
- HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E., VUORINEN, J., *Preparation and characterisation of melt-spun Al–Cu–Fe quasicrystals*, *Intermetallics*, v.13, pp. 885–895, 2005.
- IBGE: Instituto brasileiro de geografia e estatística. Indicadores de desenvolvimento sustentável (IDS). *Estudos e pesquisas informação geográfica*, n. 9, 2012.
- INOUE, A., Amorphous, nanoquasicrystalline and nanocrystalline alloys in Al-based systems, *Progress in Materials Science* 43, p. 365-520, 1998.

- INOUE, A., KIMURA, H. M., SASAMORI, T., MASUMOTO, T., *Microstructure and Properties of Nanocrystalline and Nanoquasicrystalline Alloys Prepared in Al-based Systems by Rapid Solidification*. Sci. Rep. RITU A42, n.1, pp. 165-178, 1996.
- INOUE, A., KIMURA, H., *Fabrications and mechanical properties of bulk amorphous, nanocrystalline, nanoquasicrystalline alloys in aluminum-based system*. Journal of Light Metals, v.1, p. 31-41, 2001.
- JANOT, C., DUBOIS, J. M., *Les Quasicristaux Matière a Paradoxes*, 1998, 1 Ed, France, EDP Sciences.
- JENKS, C. J.; THIEL, P. A., (1998), "Quasicrystals: A Short Review from a Surface Science Perspective", *Langmuir*, 14, 1392-1397.
- KACZMAR, J.W., PIETRZAK, K., WLOSINSKI, W., *The production and application of metal matrix composite materials*. Journal of Materials Processing Technology, v. 106, p. 58-67, 2000.
- KAINER, K. U., (2006), *Metal Matrix Composites*. Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- KALOSHKIN, S. D., TCHERDYNTSEV, V. V., LAPTEV, A.I., STEPASHKIN, A. A., AFONINA, E. A., POMADCHIK, A. L., BUGAKOV, V. I., *Structure and Mechanical Properties of Mechanically Alloyed Al/Al-Cu-Fe Composites*. Journal of Materials Science, v. 39, p. 5399 – 5402, 2004.
- KALPAKJIAN, S., SCHMID, S., (2001), *Manufacturing Engineering and Technology* 4th ed., Prentice Hall. Traducción; GARCIA, G. S., México, 2002.
- KENZARI, S., BONINA, D., DUBOIS, J. M., FOURNÉE, V., *Quasicrystal–polymer composites for selective laser sintering technology*. Materials and Design, v. 35, p. 691-695, 2012.
- KENZARI, S., WEISBECKER, P., CURULLA, M., GEANDIER, G., FOURNEE, V., DUBOIS, J. M. *Formation and properties of Al composites reinforced by*

quasicrystalline AlCuFeB particles. Philosophical Magazine, v. 88, n. 5, p. 755–766, 2008.

KIM, H. S., WARREN, P.J., CANTO, B., LEE, H.R., *Mechanical Properties of Partially Crystallized Aluminum Based Amorphous Alloys*, NanoStructured Materials, v. 11, n. 2, pp. 241–247, 1999.

KIM, Sung-Dae, KO, Dong-Su, JANG, W. K., SHIN, K. S., KIM, Young-Woon, *Precipitation hardening through sacrificial phase in aluminum–quasicrystal metal matrix composites*. Materials Science and Engineering A 528, p. 4845–4848, 2011.

LEE, S.M., JUNG, J.H., FLEURY, E., KIM, W.T., KIM, D.H., *Metal matrix composites reinforced by gas-atomised Al-Cu-Fe powders*, Materials Science and Engineering, v. 294–296, p. 99–103, 2000.

LI, X. Z., MARKS, L. D., MACIEJEWSKI, J., FEHRENBACHER, L., ZABINSKI, J., O'NEILL, J., *Stable Quasicrystalline Phase in Al-Cu-Fe-Cr coating materials*, Metallurgical and Materials Transactions, v. 33a, p. 675-679, 2002.

MAZUMDAR, S. K., *Composites manufacturing: materials, product, and process engineering*. CRC Press LLC, N. W, Florida, 2002.

MORTESEN, A., (2005), *Metal Matrix Composite in industry: an overview*, Ecole polytechnique Lausanne.

MOURISCO, A. J., *Preparação e Caracterização de Compósito de Matriz de Alumínio 1100 com Partículas de SiC por Metalurgia do Pó*. 1995. Dissertação de Mestrado. IPEN, São Paulo.

MURTY, B. S., RANGANATHAN, S., *Novel materials synthesis by mechanical alloying/milling*, International Materials Reviews, 43, n.3, p. 101-141, 1998.

NACHTRAB, W. T., ROBERTS, P. R., *A Review of Powder Metal Extrusion Technology*, Advanced Powder Metallurgy Particulate Materials, v.4. p.32-35, 1992.

- OHHASHI, S., KATO, A., DEMURA, M., TSAI, A.P., *Textures and mechanical properties in rare-earth free quasicrystal reinforced Mg–Zn–Zr alloys prepared by extrusion*. Materials Science and Engineering A, v. 528, p. 5871-5874, 2011.
- PADILHA, F. A., *Materiais de Engenharia: Microestrutura e propriedades*, Ed. Hemus, 1997.
- PASSOS, T. A., *Estudo da Viabilidade Tecnológica de Fabricação de Compósitos Alumínio Quasicristal por Extrusão a Quente*. 2006. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - PPGEM, UFPB, João Pessoa.
- PENG, H. X., FAN, Z., MUDHER, D. S., EVANS, J. R. G., *Microstructures and mechanical properties of engineered short fibre reinforced aluminium matrix composites*. Materials Science and Engineering A, v.335, p. 207–216, 2002.
- RAMESH, C. S., KESHAVAMURTHY, R., NAVEEN, G. J., *Effect of extrusion ratio on wear behaviour of hot extruded Al6061–SiCp (Ni–P coated) composites*. Wear, v. 271, p. 1868-1877, 2011.
- ROBERTS, S.G., (2000), High Performance Alloys: HT 2000, Engineering “C”.
- ROSAS, G., PÉREZ, R., *On the nature of quasicrystal phase transitions in AlCuFe alloys*. Materials Letters. v.36, p. 229–234, 1998.
- ROUXEL, D., PIGEAT, P., 2006, *Surface oxidation and thin film preparation of AlCuFe quasicrystals*. Progress in Surface Science, v. 81, p. 488-514.
- SHAITURA, D. S.; ENALEEVA, A.A., *Fabrication of Quasicrystalline Coatings: A Review*, Crystallography Reports, 52, n. 6, 945-952, 2007.
- SHECHTMAN, D., 2011, “The Discovery of Quasicrystals”, *Scientific Background on the Nobel Prize in Chemistry 2011*, The Royal Swedish Academy of Sciences, Stocolmo-Suiça.
- SHECHTMAN, D., BLECH, I., GRATIAS, D., CAHN, J. W., *Metallic phase with Long-Range Orientational Order and no Translational Symmetry*, Physical Review Letters. v. 53, p. 1951–1953, 1984.

- SHECHTMAN, D., GRATIAS, D., CAHN, J. W., *Metallic Phase with Long-Range Orientational Order and no Translational Symmetry*, Physical Review Letters, 53, n. 20, p. 1951-1954, 1984.
- SOLTANI, N., NODOOSHAN, H. R. J., BAHRAMI, A., PECH-CANUL, M. I., LIU, W., WU, G., *Effect of hot extrusion on wear properties of Al–15 wt.% Mg₂Si in situ metal matrix composites*, Materials and Design, v. 53, p. 774-781, 2014.
- SORDELET, D. J., BESSER, M. F., LOGSDON, J.L., *Abrasive wear behavior of Al–Cu–Fe quasicrystalline composite coatings*, Materials Science and Engineering A, v. 255, p. 54–65, 1998.
- SORDELET, D.J, DUBOIS, J. M., Quasicystals: Perspectives and potential applications, Materials Res. Soc. Bulletin, v. 11, p. 34-37, 1997.
- SOUZA, S. A., Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos. 5. Ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1982.
- STOREN, S. (1993), *The Theory of Extrusion--Advances And Challenges*, Int. J. Mech. Sci.,v. 35, n. 12, p. 1007-1020.
- SURYANARAYANA, C., *Mechanical alloying and milling*. Progress in Materials Science, v. 46 ,1-184, 2001.
- TAVIGHI, K., EMAMY, M., EMAMI, A.R., *Effects of extrusion temperature on the microstructure and tensile properties of Al–16 wt% Al₄Sr metal matrix composite*. Materials and Design, v. 46, p. 598–604, 2013.
- TCHERDYNTSEV, V.V., KALOSHKIN, S.D., SHELEKHOV, E.V., SALIMON, A.I., SARTORI, S.G., PRINCIPI, G., *Quasicrystalline phase formation in the mechanically alloyed Al–Cu–Fe system*. Intermetallics, v. 13, p. 841-847, 2005.
- TSAI, A. P.; INOUE, A.; MASUMOTO, T., *A Stable Quasicrystal in Al-Cu-Fe System*, Japanese Journal of Applied Physics, v.26, Issue 9, p. 1505-1507, 1987.

- VIANA, S. G., *Produção da Liga Quasicristalina do sistema AlCuFe Utilizando Moagem de Alta Energia*. 2009. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - UFPB, João Pessoa.
- VIJAYARAM, T. R., SULAIMAN, S., HAMOUDA, A. M. S., AHMAD, M. H. M., *Fabrication of fiber reinforced metal matrix composites by squeeze casting technology*. Journal of Materials Processing Technology 178, p. 34–38, 2006.
- WANG, Y., TIAN, Y., WANG, Y., GENG, H., ZHANG, Z., *On phase transformations in mechanically alloyed and subsequently annealed Al₇₀Cu₂₀Fe₁₀*. Intermetallics, v.16, p. 121-129, 2008.
- WOLF, W., ALIAGA, L. C. R., TRAVESSA, D., CARDOSO, K. R., JORGE Jr, A. M., BOLFARINI, C., KIMINAMI, C.S., BOTTA, W. J., *Caracterização Microestrutural e Mecânica de Compósitos de Matriz de Al Reforçados com Fases Quasicristalinas*. CBECimat – 313-053, metallum, 2012.
- YIN, S., BIAN, Q., QIAN, L., ZHANG, A., *Formation of Al₇₀Cu₂₀Fe₁₀ icosahedral quasicrystal by mechanically alloyed method*. Materials Science and Engineering A465, p. 95-99, 2007.
- YOKOYAMA, Y., FUCAURA, K., SUNADA, H. NOTE, R., HIRAGA, K., INOUE, A., *The production of single Al₆₄Cu₂₃Fe₁₃ icosahedral quasicrystal with the Czochalski method*, Materials Science and Engineering, v. 294-296, p. 68-73, 2000.
- YONG, X., CHANG, I. T., JONES, I. P., *Formation of a quasicrystalline phase in mechanically alloyed Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅*. Journal of Alloys and Compounds, v. 387; p. 128-133, 2005.
- YUAN, G., LIU, Y., LU, C., DING, W., *Effect of quasicrystal and Laves phases on strength and ductility of as-extruded and heat treated Mg–Zn–Gd-based alloys*, Materials Science and Engineering A, v. 472, p. 75–82, 2008.
- ZHANG, C., ZHAO, G., CHENA, Z., CHEN, H., KOU, F., *Effect of extrusion stem speed on extrusion process for a hollow aluminum profile*. Materials Science and Engineering B, 2011.

ZHOU, C., CAI, R., GONG, S., XU, H., *Hot corrosion of AlCuFeCr quasicrystalline coating on titanium alloys with NaCl deposit*. Surface & Coatings Technology, v. 201, p. 1718-1723, 2006.

ZI-YANG, X., GUO-QIN, C., YAN-MEI, L., WEN-SHU, Y., GAO-HUI, W., *Effects of extrusion deformation on mechanical properties of sub-micron Si_3N_4 /2024 composite*. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, v. 19, p. 373-377, 2009.

APÊNDICE A

PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTO

Neste apêndice estudou-se o planejamento de experimento e sua finalidade dentro de uma pesquisa. Também foi realizado planejamento fatorial para analisar o comportamento das variáveis de extrusão a quente sobre a resistência a tração e a dureza dos compósitos alumínio-quasicristal obtidos por moagem de alta energia e conformado por compactação e extrusão a quente.

8.1 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTO

Um problema muito comum para quem realiza experimentos é saber como determinadas variáveis de um processo influenciam diretamente em outras variáveis que são de interesses. A solução para esse tipo de problema não é tão simples. Uma técnica utilizada para trabalhar com muitas variáveis durante a realização de uma pesquisa é o planejamento de experimento. Essa técnica permite avaliar a influência de uma determinada variável sobre as demais.

Quando se faz um planejamento de experimento, o primeiro passo é definir com clareza quais são as variáveis de entrada, chamadas de fatores, e quais as variáveis de saída que são conhecidas como resposta. Os fatores são todas as variáveis que o pesquisador é capaz de controlar durante a realização do experimento e que podem afetar as respostas. Por sua vez, as resposta são todas as variáveis de saída do sistema, nas quais o pesquisador tem interesse, e que podem, ou não, ser afetadas por modificações provocadas nos fatores.

O planejamento de experimentos, isto é, as especificações detalhadas de todas as operações experimentais que devem ser realizadas, dependem do objetivo particular que se

deseja atingir, qual seja: descobrir uma função, ou pelo menos uma aproximação satisfatória para ela, e através desse conhecimento entender melhor a natureza da reação em estudo, e assim selecionar as melhores condições de operação do sistema (BARROS NETO, SCARMINIO, BRUNS, 2010).

8.2 PROJETO FATORIAL

Ao realizar um planejamento fatorial, o primeiro passo é especificar os níveis em que cada fator será estudado. Em geral, para um planejamento de experimento de k fatores, onde o fator 1 varia em n_1 níveis, o fator 2 em n_2 níveis, até o fator k varia em n_k níveis, o planejamento de experimento será um fatorial $n_1 \times n_2 \times n_3 \times \dots \times n_k$. Esse resultado é a quantidade mínima de experimento que se deve realizar no planejamento fatorial completo. Porém, se desejarmos estimar o erro experimental a partir dos ensaios, é necessário repetir os experimentos (BARROS NETO, SCARMINIO, BRUNS, 2010).

Para estudar os efeitos de qualquer fator sobre uma determinada resposta, é necessário variar de nível e observar o resultado que essa variação produz sobre a resposta. Para isso, é preciso que o fator varie em pelo menos dois níveis diferentes. Quando todos os fatores variam em dois níveis tem-se o planejamento fatorial conhecido como planejamento fatorial 2^n .

8.3 PLANEJAMENTO FATORIAL 2^n

Definidas as variáveis de entrada e os seus repetíveis níveis inferior e superior, adotam-se os sinais (-) e (+) para representá-los respectivamente. No caso das variáveis qualitativas os níveis serão representados por letras maiúscula do nosso alfabeto.

Para fazer o planejamento devem-se realizar os ensaios e registrar as respostas em todas as possíveis combinações dos níveis escolhidos. Nesse trabalho, o planejamento de experimento foi utilizado para verificar a influência das variáveis do processo de extrusão a quente sobre as seguintes resposta resistência mecânica e dureza. A Tab. (8.1) apresenta planejamento fatorial 2^3 para estudar o efeito das variáveis de extrusão a quente sobre as propriedades mecânicas dos compósitos alumínio com reforço de partículas quasicristalinas.

Tabela 8.1 - Planejamento fatorial 2^3 para estudar o efeito das variáveis de extrusão a quente.

Fatores		(-)	(+)
1:	Temperatura (°C)	400	500
2:	Razão de extrusão	2:1	3:1
3:	Reforço de quasicristal (%vol.)	6	20
Ensaio	1	2	3
1	-	-	-
2	-	-	+
3	-	+	-
4	-	+	+
5	+	-	-
6	+	-	+
7	+	+	-
8	+	+	+

Feita todas as combinações possíveis do planejamento, o passo seguinte é coletar as resposta e calcular os efeitos. É importante ressaltar, que num planejamento com muitos fatores, os cálculos dos efeitos tornam-se trabalhoso e passível de erro. Para esses casos, é aconselhável trabalhar com o planejamento na forma matricial ou fazer uso de software para efetuar os cálculos dos efeitos.

8.4 CÁLCULO DOS EFEITOS

Com o planejamento fatorial da Tab. (8.1), determinam-se todas as interações possíveis, multiplicando os sinais das colunas apropriadas. No planejamento 2^3 têm-se as seguintes interações **12**, **13**, **23** e **123**. Com esses valores obtidos e adicionando ao lado esquerdo da Tab. (8.1) uma coluna referente à média com todos os sinais positivos, obtém-se a Tab. (8.2) que representação os coeficientes de contrastes.

Tabela 8.2 - Representação dos coeficientes de contraste para o processo de extrusão a quente.

M	1	2	3	12	13	23	123
+	-	-	-	+	+	+	-
+	-	-	+	+	-	-	+
+	-	+	-	-	+	-	+
+	-	+	+	-	-	+	-
+	+	-	-	-	-	+	+
+	+	-	+	-	+	-	-
+	+	+	-	+	-	-	-
+	+	+	+	+	+	+	+

Substituindo os sinais (-) e (+) pelos valores (-1) e (1) respectivamente, obtém-se Tab. (8.3) que representa a matriz dos coeficientes de contraste.

Tabela 8.3 - Representação da matriz do planejamento substituindo os sinais algébricos que identificam os níveis superior e inferior por coeficientes para o processo de extrusão a quente.

M	1	2	3	12	13	23	123
1	-1	-1	-1	1	1	1	-1
1	-1	-1	1	1	-1	-1	1
1	-1	1	-1	-1	1	-1	1
1	-1	1	1	-1	-1	1	-1
1	1	-1	-1	-1	-1	1	1
1	1	-1	1	-1	1	-1	-1
1	1	1	-1	1	-1	-1	-1
1	1	1	1	1	1	1	1

A Tab. (8.4) representando as respostas obtidas nos ensaios de dureza, microdureza e tração para os compósitos obtidos por extrusão a quente.

Tabela 8.4 - Representação das respostas (resultados dos ensaios) para a extrusão de compósito alumínio com reforço de quasicristal.

Dureza HrB	Microdureza Hv	Tensão de Ruptura (MPa)
44,44	57,86	86,99
50,70	58,27	93,46
45,13	56,52	110,43
45,15	62,62	76,15
51,23	60,59	111,45
57,50	65,44	95,88
53,26	69,09	196,13
57,34	56,31	125,13

Os cálculos dos efeitos são obtidos através de uma única equação matricial. Nesse caso associamos as Tab. (8.3) e Tab. (8.4) as matrizes X e Y respectivamente.

Para isso, determinou a transposta da matriz dos coeficientes de contraste X^t . No caso geral de um planejamento de dois níveis com k fatores, onde foi realizado um total de 2^k ensaios, o cálculo de cada efeito é obtido, pelo produto interno do seu vetor na matriz transposta dos coeficientes de contraste X^t pelo vetor das respostas Y. O resultado do produto X^tY é dividido por 2^{k-1} para os efeitos e 2^k para a média. Portanto, deve-se dividir a primeira linha da matriz X^tY por 2^k e as demais linhas por 2^{k-1} (BARROS NETO, SCARMINIO, BRUNS, 2010).

Nesse trabalho utilizou-se a ferramenta do Microsoft Excel para a realização dos cálculos dos efeitos, fazendo uso da equação matricial descrita acima. Os resultados dos efeitos principais, bem como das suas interações são mostrados na Tab. (8.5).

Tabela 8.5 - Efeitos das variáveis do processo de extrusão nas propriedades mecânicas.

Efeitos	Dureza HrB	Microdureza Hv	Tensão de Ruptura
M	52,78	60,84	111,95
1	4,11	4,04	40,39
2	3,62	0,60	30,02
3	8,53	-0,36	-28,60
12	-2,69	-0,91	26,95
13	-3,35	-3,61	-14,69
23	2,26	-2,99	-24,04
123	-3,36	-5,83	-3,67

Onde:

M – média de todas as respostas;

1 – efeito da temperatura de extrusão;

2 – efeito da razão de extrusão;

3 – efeito fração de reforço (composição)

12 – efeito da interação temperatura e razão

13 - efeito da interação temperatura e reforço

23 - efeito da interação razão de extrusão e reforço

123 – efeito da interação temperatura, razão e reforço

Os coeficientes estimadores que descreve o modelo matemático para os ensaios de dureza, microdureza e resistência à tração estão descrito na Tab. (8.6).

Tabela 8.6 – Coeficientes estimadores para os ensaios realizados com barras obtidas do processo de extrusão a quente.

Coeficientes	Dureza HrB	Microdureza Hv	Tensão de Ruptura
b_0	52,78	60,84	111,95
b_1	2,055	2,02	20,195
b_2	1,81	0,30	15,01
b_3	4,27	-0,18	-14,3
b_{12}	-1,345	-0,455	13,475
b_{13}	-1,675	-1,805	-7,345
b_{23}	1,13	-1,495	-12,02
b_{123}	-1,68	-2,915	-1,835

8.5 MODELO MATEMÁTICO

Os modelos matemáticos que descreve a dureza, microdureza e resistência a tração pode ser dada pela equação matricial $y = Xb$, onde X é a matriz completa, b é a coluna da matriz dos coeficientes e y é o modelo matemático para cada ensaio realizado. Nesse caso, a equação matricial também pode ser representada pelas Eq.(8.1), Eq.(8.2) e Eq.(8.3) que descrevem respectivamente os modelos matemáticos para as durezas, microdurezas e resistência à tração.

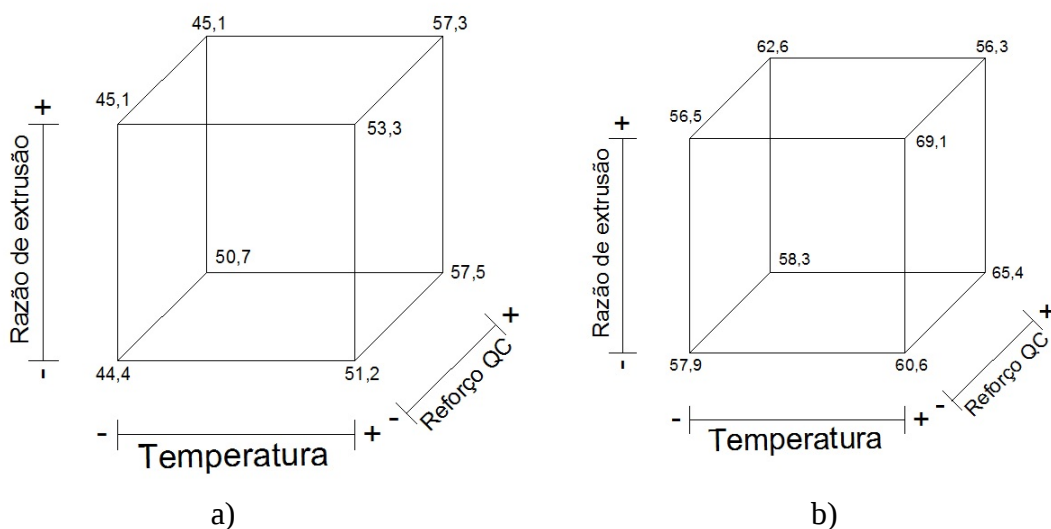
$$y(x_1, x_2, x_3) = 52,78 + 2,055x_1 + 1,81x_2 + 4,27x_3 - 1,345x_1x_2 - 1,675x_1x_3 + 1,13x_2x_3 - 1,68x_1x_2x_3 \quad (8.1)$$

$$y(x_1, x_2, x_3) = 60,84 + 2,02x_1 + 0,30x_2 - 0,18x_3 - 0,455x_1x_2 - 1,805x_1x_3 - 1,495x_2x_3 - 2,915x_1x_2x_3 \quad (8.2)$$

$$y(x_1, x_2, x_3) = 111,95 + 20,195x_1 + 15,01x_2 - 14,30x_3 + 13,475x_1x_2 - 7,345x_1x_3 - 12,02x_2x_3 - 1,835x_1x_2x_3 \quad (8.3)$$

Através das equações acima e/ou das Tab. (8.5) e Tab. (8.6), observa-se que o aumento da temperatura e da razão de extrusão teve efeitos positivo na melhora das propriedades mecânicas analisadas, principalmente para a resistência a tração. Entretanto, o aumento da fração de reforço teve efeitos negativos para microdureza e resistência a tração. Para os efeitos de interação, a interação temperatura razão de extrusão teve um bom desempenho para a resistência mecânica e contribuiu negativamente para a dureza. As interações das variáveis temperatura-composição e razão de extrusão-composição tiveram efeito positivo sobre a dureza, porém é negativa para a tração e microdureza. Já a interação entre as três variáveis analisadas tiveram efeitos negativos em todas as propriedades analisadas.

A Fig. (8.1) mostra a interpretação geométrica dos efeitos principais do planejamento fatorial 2^3 para os compósitos extrudados.



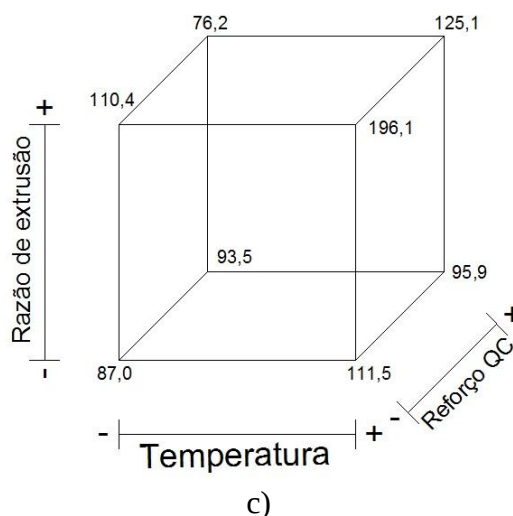


Figura 8.1 – Interpretação geométrica dos efeitos principais para o planejamento fatorial 2^3 para a extrusão a quente: a) Dureza, b) Microdureza, c) Resistência a tração.

Observa-se na Fig. (8.1) que o aumento da temperatura melhora todas as propriedades analisadas. Para razão de extrusão, o seu aumento melhora significativamente a resistência mecânica, mas, para a dureza e a microdureza as melhorias não são tão formidáveis. Já o aumento da fração volumétrica de quasicristal melhora a dureza e a microdureza e reduz à resistência a tração.

8.6 OUTROS MODELOS OBTIDOS NESSE TRABALHO

Foi realizado também planejamento fatorial 2^2 para a moagem de alta energia do compósito alumínio partículas quasicristalina da liga AlCuFeB. Nesse planejamento analisaram-se os efeitos do tempo de moagem e rotação do moinho sobre a dureza dos compósitos compactados e sinterizados, os resultados são mostrados na Tab. (8.7).

De maneira semelhante ao planejamento utilizado para as variáveis de extrusão, porém mais simples, pois a quantidades de variáveis envolvidas foi em menor quantidade, realizou-se o planejamento fatorial 2^2 , conforme mostra a Tab. (8.7).

Tabela 8.7 - Planejamento fatorial 2^2 para estudar o efeito dos parâmetros de moagem na formação do compósito alumínio quasicristal.

Fatores		(-)	(+)	
1:	Tempo (h)	2	3	
2:	Rotação (rpm)	200	240	
Ensaio	1	2	Microdureza Hv	
			6%ref.	20%ref.
1	-	-	31,63±1,88	33,45±5,40
2	-	+	26,25±5,14	38,53±7,73
3	+	-	22,09±3,75	41,04±6,82
4	+	+	24.46±4.80	37.53±6.17

Utilizando a ferramenta do Excel e seguindo os mesmos passos descritos no planejamento das variáveis de extrusão. Ou seja, obteve-se a matriz dos coeficientes de contraste e determinando sua transposta. Em seguida multiplicou a matriz transposta pela matriz da resposta, e fazendo as divisões adequadas para o planejamento obteve-se a matriz com os efeitos, que esta representada pela Tab. (8.8).

Tabela 8.8 - Efeitos dos parâmetros de moagem na formação do compósito alumínio quasicristal.

Efeitos	Microdureza Hv (6% ref)	Microdureza Hv (20% ref.)
M	29,78	40,11
1	1,96	1,87
2	-3,07	0,51
12	-2,12	-5,16

De acordo com os dados da Tab. (8.8), verificou-se que o aumento no tempo de moagem tem um efeito positivo na formação dos compósitos quando variam de 2h para 3h em ambas as composições de reforço. Para a rotação, o efeito no aumento de 200rpm para 240rpm é negativo para os compósitos com 6% e positivo para os de 20% de reforço. No caso das interações em ambos os casos ela contribuí negativamente para o aumento da dureza. Com base nesse planejamento, realizou-se a moagem dos compósitos com os parâmetros de 3h a 200rpm.

Os modelos matemáticos que descreve esse planejamento esta representado pelas equações Eq.(8.4) e Eq.(8.5) para os compósitos com 6% e 20% de reforço respectivamente.

$$y(x_1, x_2) = 29,78 + 0,98x_1 - 1,53x_2 - 1,06x_1x_2 \quad (8.4)$$

$$y(x_1, x_2) = 40,11 + 0,94x_1 + 0,26x_2 - 2,58x_1x_2 \quad (8.5)$$

Outro planejamento realizado no desenvolvimento desse trabalho foi para as variáveis de extrusão do alumínio puro. Nesse planejamento verificou a influência da temperatura e da razão de extrusão sobre as propriedades mecânicas do alumínio extrudado. A Tab. (8.9) apresenta o planejamento fatorial 2^2 .

Tabela 8.9 - Planejamento fatorial 2^2 para estudar o efeito da temperatura e razão de extrusão sobre as propriedades mecânicas do alumínio.

Fatores		(-)		(+)	
1:	Temperatura (°C)	400		500	
2:	Razão de extrusão	2		3	
Ensaio	1	2	HrB	Hv	Tensão
1	-	-	40,94	56,29	139,63
2	-	+	40,40	58,27	181,75
3	+	-	41,52	55,34	147,20
4	+	+	38,29	55,29	178,87

Com os valores da Tab. (8.9) e usando a ferramenta do Excel determinou-se o efeito das variáveis de extrusão nas propriedades mecânicas. Para isso, seguem-se os mesmos passos já descritos anteriormente. Desta maneira obteve os seguintes efeitos que estão descrito na Tab. (8.10).

Tabela 8.10 - Efeitos dos parâmetros de extrusão nas propriedades do alumínio extrudado.

Efeitos	Dureza HrB	Microdureza Hv	Tensão de Ruptura
M	40,29	56,31	161,86
1	-0,77	-1,94	2,34
2	-1,89	0,94	36,89
12	-1,35	-1,04	-5,22

Os valores da tabela acima mostra que o aumento da temperatura e da razão de extrusão produz efeitos negativos na dureza. Porém, esse aumento produz melhoras na resistência mecânica, principalmente o aumento da razão de extrusão. As interações entre a temperatura e a razão de extrusão causa um efeito negativo nas propriedades mecânicas do alumínio, principalmente para tensão.

Os modelos matemáticos que descreve o comportamento das propriedades mecânicas do alumínio em função da temperatura e da razão de extrusão são descrito pelas equações Eq.(8.6), Eq.(8.7) e Eq.(8.8) para a dureza, microdureza e resistência mecânica respectivamente.

$$y(x_1, x_2) = 40,29 - 0,38x_1 - 0,94x_2 - 0,67x_1x_2 \quad (8.6)$$

$$y(x_1, x_2) = 50,31 - 0,97x_1 + 0,47x_2 - 0,52x_1x_2 \quad (8.7)$$

$$y(x_1, x_2) = 161,86 + 1,17x_1 + 18,45x_2 - 2,61x_1x_2 \quad (8.8)$$

Todos esses modelos matemáticos contribuíram para uma melhor a avaliação das variáveis do processo de extrusão sobre as propriedades mecânicas dos compósitos. Além disso, os efeitos individuais de cada variável também foram analisados no capítulo VII.