



***16th Brazilian Congress of Mechanical Engineering***

***Engineering for the New Millennium***

---

## MATERIAL SCIENCE

ISBN 85-85769-06-6

## Material Science

<b>TRB0093</b> <b>THE USE FORGING PREFORM TESTS APPLIED TO THE EVALUATION THE MANUFACTURING OF MECHANICAL COMPONENTS</b> Pertence, Antônio Eustáquio de Melo Junior, Luis Malta Laudares Rocha, Marta Ribeiro Cetlin, Paulo Roberto	<b>9</b>
<b>TRB0153</b> <b>MECHANICAL BEHAVIOUR OF HYBRID OF WOOD/ REINFORCED PLASTIC LAMINATED BEAMS</b> Balthazar, José Carlos Thomazi, Cinthia	<b>18</b>
<b>TRB0156</b> <b>THE STUDY OF HEAT TREATMENT OF A SEMI PROCESSED STEEL FOR LAMINATION CORES OF ELECTRICAL MOTORS</b> Oliveira, Carlos Augusto Silva de Castro, Katia Elisa De	<b>25</b>
<b>TRB0187</b> <b>CHARACTERIZATION OF SISAL FIBRES FROM THE NORTHEAST REGION OF BRAZIL</b> Amico, Sandro Campos Costa, Thais H. S. Santana, Wellington Carrera, Luiz Carlos Marques Galvão, Deyviv A.	<b>33</b>
<b>TRB0202</b> <b>IMPROVEMENT OF HARDNESS BY ELECTRIC ARC DEPOSITION OF FE-30CR-4C-3SI ALLOY ON STAINLESS STEEL</b> Gemelli, Enori	<b>42</b>
<b>TRB0208</b> <b>ASSESSMENT OF CELLULOSE AND PAPER INDUSTRY WASTES AS HIDRAULIC BINDERS</b> Gemelli, Enori Almeida Camargo, Nelson Heriberto Brescansin, Janaína	<b>49</b>
<b>TRB0211</b> <b>VALORIZATION OF THE PHOSPHATIZATION PROCESS RESIDUE AS RAW MATERIALS FOR CIVIL BUILDING INDUSTRY</b> Gemelli, Enori Saragiotto Colpini, Leonardo Pereira, Adriano	<b>60</b>
<b>TRB0227</b> <b>RELATIONSHIP BETWEEN THE A66/D66 RATIO AND THE IMPACT ENERGY OF HYBRID GLASS FABRIC-ARAMID FABRIC COMPOSITES</b> d'Almeida, José Roberto Moraes de Souza, Marden Valente Monteiro, Sérgio Neves	<b>68</b>

<b>TRB0228</b>	<b>74</b>
<b>SIMULATION OF MICROSTRUCTURE EVOLUTION DURING UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION OF Al-4,5%Cu ALL</b>	
Andrade, Suzimara Rossilho Pavanello, Renato Melo, Miriam de Lourdes Noronha Motta Santos, Rezende Gomes	
<b>TRB0260</b>	<b>84</b>
<b>FUZZY CONTROL APPLIED TO A TWIN-ROLL-STRIP CASTING PROCESS</b>	
Nascimento, Renato Caporali, Alexandre Arrifano, Natache Oliveira, Vilma Santos, Josemar Belo, Eduardo	
<b>TRB0274</b>	<b>93</b>
<b>WORK HARDENING BEHAVIOR OF LOW CARBON STEEL AND BRASS UNDER CYCLIC AND MONOTONIC DEFORMATION</b>	
Corrêa, Elaine Carballo S. Aguilar, Maria Teresa P. Cetlin, Paulo Roberto	
<b>TRB0392</b>	<b>99</b>
<b>FATIGUE LIFE PREDICTION IN COMPOSITE LAMINATES INDUSTRIAL</b>	
Freire Júnior, Raimundo Carlos Silverio Aquino, Eve Maria Freire de	
<b>TRB0395</b>	<b>109</b>
<b>MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE IN PRFV LAMINAS: LAMINATION DIRECTION INFLUENCE</b>	
Aquino, Eve Maria Freire de Lamas, Bruno Antonio Netto Barros, Alysson Régis De Freitas	
<b>TRB0399</b>	<b>119</b>
<b>DEVELOPMENT OF THE MICROSTRUCTURAL CATALOGUE FOR AVALIATION OF THE INTIGRITY OF THE STEAM BOILER</b>	
Schwertner, Simone Socal Bernardini, Pedro Bueno, Eleandro De Abreu Junior, Ivens Strohaecker, Telmo	
<b>TRB0414</b>	<b>127</b>
<b>APPLICATION OF THE TOMOGRAPHY WITH NEUTRONS IN THE LOCALIZATION OF THE INCRUSTATIONS IN HEAVY MATERIALS</b>	
da Silva, Ademir Xavier Crispim, Verginia Reis	
<b>TRB0424</b>	<b>131</b>
<b>INFLUENCE OF THE MOULD COVER IN GRAIN SIZE OF THE Al-9wt%Si ALLOY</b>	
Castro, Walman Benício	

- TRB0446 136  
AN ANALYTICAL-NUMERICAL FRAMEWORK FOR THE STUDY OF AGING IN HIGH PERFORMANCE COMPOSITES OF POLYMERIC BASE  
Oliveira, Branca Freitas de  
Creus, Guillermo Juan
- TRB0482 146  
EVALUATION OF CORROSION RESISTANCE OF SINTERED FE-NI IN DIFFERENT CONCENTRATIONS OF NICKEL  
Sobral, Ana Vlândia Cabral
- TRB0498 155  
EVALUATION OF HARDNESS AND FRACTURE TOUGHNESS IN NATURAL QUARTZ CRYSTALS BY INDENTATION EXPERIMENTS  
Guzzo, Pedro Luiz  
Jacomine, Leandro  
De Mello, José Daniel Biasoli
- TRB0503 162  
IN-PLANE AND THROUGH-THE-THICKNESS DAMPING BEHAVIOR OF STRUCTURAL CARBON REINFORCED COMPOSITES  
Pardini, Luiz Claudio  
Barros, Everaldo  
Manhani, Luis Guilherme Borzani
- TRB0596 170  
ON THE INELASTIC BEHAVIOR OF SOLIDS  
Souza, Angela Cristina Cardoso  
Duda,
- TRB0675 177  
THERMAL EVOLUTION OF CU-AL PRECIPITATES IN THE PRESENCE OF HE BUBBLES PRODUCED BY ION IMPLANTATION  
Feldmann, Gerson  
Fichtner, Paulo Fernando Papaléo  
Reboh, Shay  
Santos, Ana Camila  
Freitas, Olinda Joaquim  
Zawislak, Fernando
- TRB0702 182  
INFLUENCE OF THE HUMIDITY, PET PIGMENT AND THE RECYCLING ON THE PET/HDPE COMPOSITE MECHANICAL PROPERTIES  
Faria, Ana Cristina Amador  
Ávila, Antonio Ferreira
- TRB0740 191  
PRODUCTION OF DENSE COMPOSITES BY COMBUSTION SYNTHESIS  
Torres, Ricardo Diego  
Borsato, Karin Soldatelli  
Moore, John J.  
Reimanis, Ivar E.
- TRB0749 198  
DETERMINATION OF THE TENSILE AND SHEAR STRENGTH IN SYNTHETIC GRAPHITE BY USING THE IOSIPESCU SHEAR TEST  
Pardini, Luiz Claudio  
Manhani, Luis Guilherme Borzani

- TRB0784 204  
**ELECTRICAL STEELS: INFLUENCE OF HEAT TREATMENT PARAMETERS ON THE ELECTRIC MOTORS PERFORMANCE**  
Gebler, Sérgio Roberto  
Kühn, Ingeborg  
Oliveira, Carlos Augusto Silva
- TRB0797 213  
**DEVELOPMENT OF COMPOSITE MATERIAL FOR APPLICATION IN PIPES REPAIR**  
Loureiro, Silvia Maria N. Alves  
Fujiyama, Roberto Tetsuo  
Sousa, Alexandre Nascimento de  
Bastian, Fernando Luiz
- TRB0814 223  
**APPARENT DYNAMIC FRACTURE TOUGHNESS DETERMINATION OF 7050 ALUMINIUM ALLOY BY INSTRUMENTED CHARPY IMPACT TESTING USING DIFFERENT TRANSDUCERS**  
Rodrigues, Alessandro Roger  
Tokimatsu, Ruís Camargo  
Arato Júnior, Adyles  
Sokei, Celso Ryiotsi
- TRB0821 233  
**VELOCITY DECREASE DETERMINATION OF CHARPY STRIKER DURING IMPACT WITH SPECIMEN IN INSTRUMENTED IMPACT CHARPY TESTING**  
Rodrigues, Alessandro Roger  
Tokimatsu, Ruís Camargo  
Arato Júnior, Adyles  
Sokei, Celso Ryiotsi
- TRB0852 241  
**CHARGE MOBILITY IN NI81P19 AND FE40NI38MO4B18 HYDROGENATED AND NON-HYDROGENATED AMORPHOUS ALLOYS**  
Coutinho Filho, José Soares  
Proença, Marcos Baroncini  
Mesquita, A.  
Miranda, P.E.V.  
Ferreira, C.L.  
Canazio, P. P. L. M.
- TRB0969 248  
**CHARACTERISATION OF COMPOSITES WITH MATRIX OF ALUMINIUM AA6061 REINFORCED WITH TITANIUM ALUMINIDES**  
da Costa, César Edil  
Espinoza, Jeannette S. Quidel  
de Carvalho, Eduardo Luiz
- TRB0998 254  
**INVESTIGATION OF THE FRICTION COEFFICIENT USING ATOMIC FORCE MICROSCOPY ON CVD DIAMOND SURFACE**  
Trava-Airoldi, Vladimir Jesus  
Corat, Evaldo José  
Santos, Lucia Vieira  
Moro, João Roberto  
Leite, Nélia Ferreira

TRB1075	259
<b>INFLUENCE OF BUTTON ASH ADDITION IN MORTARS FOR BUILDING INDUSTRY. PART II: MICROSTRUCTURE CHARACTERISATION</b>	
Cruz, Arthur Adelino de Freitas Gemelli, Enori Camargo, Nelson Heriberto Almeida	
TRB1563	268
<b>EXPERIMENTAL BENCH FOR MEASUREMENT OF THERMAL PHYSICS PROPERTIES OF SOLIDS BY THE FLASH LASER TECHNIC</b>	
Andrade, Roberto Márcio Grossi, Pablo Andrade Ferreira, Ricardo Alberto Neto	
TRB1759	278
<b>THE INFLUENCE OF PARTICLES DISTRIBUTION ON THERMAL STRESSES IN METAL MATRIX COMPOSITES</b>	
Boari, Zoroastro De Miranda Monteiro, Waldemar Alfredo Miranda, Carlos Alexandre de Jesus	
TRB1881	288
<b>FRICITION DISTRIBUTION COEFFICIENT STUDIES USING ATOMIC FORCE MEASUREMENTS ON DIAMOND-LIKE AND MOLYBDENUM DISULFIDE</b>	
Santos, Lucia vieira Trava-Airoldi, Vladimir Jesus Corat, Evaldo José Iha, Koshum Leite, Nélia Ferreira	
TRB1897	294
<b>FORMATION OF DIFFERENT FORMS OF SYNTHETIC DIAMONDS</b>	
Poliakov, Vladimir Prokofievich Siqueira, Carlos José de Mesquita Spisyn, Boris Vladimirovich Ermolaev, Andrei Alekseevich	
TRB1918	303
<b>RELATION BETWEEN PARTICLES SIZE AND GASEOUS MIXTURES ON THE NITRITING PROCESS OF THE Sm<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> ALLOY UNDER PLASMA</b>	
Queiroz, Carlos Antonio Garcia, Cristiano Ritter Taylor, Ted R. Pinto, Abio V. A.	
TRB2022	309
<b>MATERIALS SELECTION FOR MECHANICAL DESIGN: BASIC METHODOLOGY AND CASE STUDY</b>	
Santos, Sydney Ferreira Ferrante, Maurizio	
TRB2046	319
<b>MEASUREMENT OF RESIDUAL STRESSES IN CARBURIZED AISI 8620 STEEL</b>	
D'Oliveira, Ana Sofia Clímaco Monteiro Ogata, Humberto Silva, Paulo Sérgio Carvalho Pereira Da	

TRB2053	326
<b>LASER SURFACE MELTING OF AN AL-CU BASED ALLOY</b>	
D'Oliveira, Ana Sofia Clímaco Monteiro Weber, Fábio Pachelli Silva, Paulo Sérgio Carvalho Pereira da Almeida, Amélia	
TRB2056	331
<b>CHARACTERIZATION OF INDUSTRIAL WASTES USED AS RAW MATERIALS IN BRICKS</b>	
Koslowski, Luciano André Gemelli, Enori Pizzato, Russiely	
TRB2084	341
<b>STABILITY AND CORROSION OF ALUMINUM OXIDE FORMED FOR THE ALUMINUM DEPOSITION FOR THERMAL SPRAY</b>	
Cortés, Ramón S. P. Rodríguez, Regina M.H.P. D'Oliveira, Ana Sofia Capra, André	
TRB2087	350
<b>INFLUENCE OF ROUGHNESS AND PRE-HEATING OF THE SUBSTRACT ON THE MORPHOLOGY OF DEPOSITED PARTICLE AND ADHERENCE OF ALUMINIUM BY THERMAL SPRAY COATING</b>	
Cortes, Ramón S. P. D'Oliveira, Ana Sofia	
TRB2100	358
<b>MECHANICAL CHARACTERIZATION OF EUTECTIC ALLOYS OF THE TI-SI AND TI-B-SI SYSTEMS</b>	
Baptista, Carlos Antonio Reis Pereira Ramos, Alfeu Saraiva Marra Jr., Allah Nunes, Carlos Angelo	
TRB2227	365
<b>DYNAMIC AND TRANSFORMATION CHARACTERISTICS IN A NITI MEMORY SHAPE WIRE</b>	
El-Sharawy, Hani Hussein Viana, Carlos Sergio da Costa	
TRB2239	374
<b>DEVELOPMENT OF A CERAMIC COMPONENT OBTAINED BY LOW-PRESSURE INJECTION MOULDING PROCESS</b>	
Souza, Maria Rosimar Wilson Acchar, Acchar Ricardoe.F. Q.Nogueira, Nogueira	
TRB2320	381
<b>ALUMINIUM MATRIX COMPOSITES PRODUCED BY CENTRIFUGAL CASTING: MICROSTRUCTURAL ASPECTS</b>	
Rocha, Luís Augusto Sequeira, Paulo D. Velhinho, A. Sá, C. M.	

<b>TRB2341</b>	<b>389</b>
<b>INFLUENCE OF THE PLASTIC DEFORMATION IN THE MAGNETIC LOSSES</b>	
Magella, Marley Anúciação Kuhn, Ingeborg Cunha, Marco Antônio da	
<b>TRB2362</b>	<b>397</b>
<b>DISCONTINUOUS TREATMENTS OF AN FE-MN-AL-C ALLOY</b>	
Silva, Edgard de Macedo Acselrad, Oscar Kalashnikov, Igor	
<b>TRB2544</b>	<b>404</b>
<b>MICROSTRUCTURE EVALUATION OF CERAMIC COMPOSITES FOR CUTTING TOOLS WITH COMPUTACIONAL'S VISION USE</b>	
Borelli, Joao Eduardo Baldacim, Sandro Aparecido França, Celso Aparecido de Silva, Olivério Moreira Macedo Silva, Cosme Roberto Moreira Trabasso, Luís Gonzaga	
<b>TRB2689</b>	<b>413</b>
<b>GRAIN REFINING MECHANISMS OF CAST MG-AL-ZN ALLOYS</b>	
Motegi, Tetsuichi	
<b>TRB2691</b>	<b>418</b>
<b>A METHOD TO ASSESS THE HYDROGEN CRITICAL CONCENTRATION FOR HYDROGEN EMBRITTLEMENT IN A TYPE API P-110 STEEL</b>	
Oliveira, Sérgio Pinheiro de Miranda, Paulo Emilio Valadão De	
<b>TRB2696</b>	<b>429</b>
<b>PROPERTIES OF THE CEMENTED CARBIDES AND TOOL CERMETS COATED WITH HARD SURFACE LAYERS</b>	
Dobranski, L. A.	
<b>TRB2695</b>	<b>437</b>
<b>STRUCTURE, CORROSION RESISTANCE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE PVD COATINGS DEPOSITED ON THE BRASS SUBSTRATE</b>	
Dobranski, L. A.	



## USO DE ENSAIOS DE FORJAMENTO DE PRÉ - FORMAS APLICADO À AVALIAÇÃO DA FABRICAÇÃO DE COMPONENTES MECÂNICOS

### **Antônio Eustáquio de Melo Pertence**

Universidade Federal de Minas Gerais, Depto. de Engenharia Mecânica, Av. Presidente Antônio Carlos 6627, Campus da Pampulha, Belo Horizonte, Minas Gerais, Cep 31.270-901.

[pertence@dedalus.lcc.ufmg.br](mailto:pertence@dedalus.lcc.ufmg.br)

### **Paulo Roberto Cetlin**

Universidade Federal de Minas Gerais, Depto. de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Rua Espírito Santo, Belo Horizonte, Minas Gerais, Cep 31.160-030.

[pcetlin@demet.ufmg.br](mailto:pcetlin@demet.ufmg.br)

### **Luiz Malta Laudares Júnior**

Universidade Federal de Minas Gerais, Depto. de Engenharia Mecânica, Av. Presidente Antônio Carlos 6627, Campus da Pampulha, Belo Horizonte, Minas Gerais, Cep 31.270-901.

[laudares@hotmail.com](mailto:laudares@hotmail.com)

### **Marta Ribeiro Santos**

Universidade Federal de Minas Gerais, Depto. de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Rua Espírito Santo, Belo Horizonte, Minas Gerais, Cep 31.160-030.

[marta@demet.ufmg.br](mailto:marta@demet.ufmg.br)

**Resumo.** Os processos de conformação se apresentam vantajosos na produção de componentes mecânicos por apresentarem considerável redução dos custos de fabricação, economia de material e aumento da produtividade. Além disso, quando o forjamento é a frio, ele proporciona um acréscimo de resistência mecânica aos componentes fabricados. Porém, os esforços para este tipo de conformação são maiores e há maior possibilidade de ocorrerem trincas no material. Para evitar a ocorrência de falhas, alterações de parâmetros no processo de forjamento ou modificações da geometria inicial da peça e das matrizes podem ser feitas. Em decorrência disto, o uso de técnicas de simulação no estudo dos processos de conformação mecânica tem se tornado cada vez mais difundido. Ensaaios com diversas pré-formas, gerando a mesma geometria final, vem sendo utilizados na avaliação da ocorrência de trincas superficiais no intuito de prever com exatidão o comportamento do material no processo. No presente trabalho, foram utilizadas quatro pré-formas com diâmetros internos e externos variáveis para simulação do forjamento de uma peça cônica-flangeada. Neste sentido os ensaios foram realizados através do uso da simulação física e numérica, avaliando-se e completando-se os resultados obtidos através dos dois casos. Na simulação física, utilizou-se a plasticina como material modelo, que pode representar de forma proporcional o comportamento do material real. A simulação numérica correspondeu ao uso do método dos elementos finitos, aplicado à conformação mecânica, onde é possível validar os dados obtidos pela simulação física e completar-se os resultados.

**Palavras chave:** Ensaio de Pré-Formas, Simulação Física, Forjamento

### **1.Introdução**

Em muitos casos, os processos de conformação se apresentam vantajosos na fabricação de componentes mecânicos por apresentarem considerável redução de custos de produção, com economia de material e aumento da produtividade. Além disso, o forjamento quando feito a frio propicia às peças, um acréscimo de resistência mecânica e melhor controle dimensional (Schuler, 1996). Porém, os esforços para a conformação a frio são maiores e as possibilidades de ocorrerem trincas no material, também (Mendonça, 1995). Por isso deve-se ajustar o processo através da simulação, no sentido de se trabalhar respeitando o limite de conformabilidade dos materiais.

Assim, as técnicas de simulação tem sido muito desenvolvidas e empregadas no estudo de processos de conformação mecânica, tais como laminação, extrusão, trefilação, estampagem e forjamento, entre outros, para melhor previsão do comportamento do material de trabalho e matrizes envolvidas. As informações geradas na simulação podem ajudar a definir a capacidade e tipos adequados de equipamentos, número de passos de um dado processo de conformação, geometria das matrizes e pré-formas do material de trabalho, e na definição de variáveis do processo (Santos, 1999).

É feito uma análise comparativa entre duas técnicas de simulação aplicadas ao ensaio de forjamento de pré-formas de peça cônica flangeada, utilizados na avaliação da fabricação de componentes mecânicos. No caso da simulação física, utiliza-se o chamado material modelo, que pode ser metálico ou não, representando em escala o comportamento do material real. Desta maneira poupa-se custos maiores na conformação experimental do material real. A outra técnica de simulação apresentada, corresponde ao método dos elementos finitos. Até pouco tempo atrás, a técnica numérica era pouco aplicada na prática, pois o cálculo por elementos finitos na área plástica demanda grande capacidade

computacional. Com a evolução da tecnologia, a simulação numérica ganhou fôlego e se mostra também como uma ferramenta poderosa no auxílio ao estudo dos processos de conformação mecânica.

## 2. Tipos de Pré-Formas

Trincas superficiais e internas associadas à forjabilidade do material, dobras e defeitos de preenchimento associados à restrições ao fluxo do material em função de matrizes com raios de curvatura agudos, grandes atritos e a um má escolha da pré-forma são alguns dos defeitos que podem surgir no processo de forjamento.

Um das falhas mais comuns que ocorrem no forjamento a frio massivo são as trincas em superfícies livres. Existe uma vasta gama de testes mecânicos e análises teóricas que tentam prever as condições que levam à falha. São exemplos de testes mecânicos a compressão uniaxial de corpos cilíndricos, a compressão em corpos de prova flangeados ou cônicos e o teste da cunha além do uso de pré-formas no forjamento. Este último teste procura estabelecer a ocorrência de falhas através da alteração de parâmetros de forjamento e modificação no projeto da pré-forma do material de trabalho ou das matrizes.

No estudo da conformação massiva, foram realizadas simulações físicas e numéricas utilizando-se, como geometria final forjada, uma peça cônica flangeada constituída de três partes a saber: copo, flange e cone. Esta geometria foi utilizada na literatura para avaliação do efeito da pré-forma sobre o fluxo de material e formação de defeitos (Downey, 1975). A Figura (1) ilustra em corte a peça final forjada, mostrando as dimensões de referência.

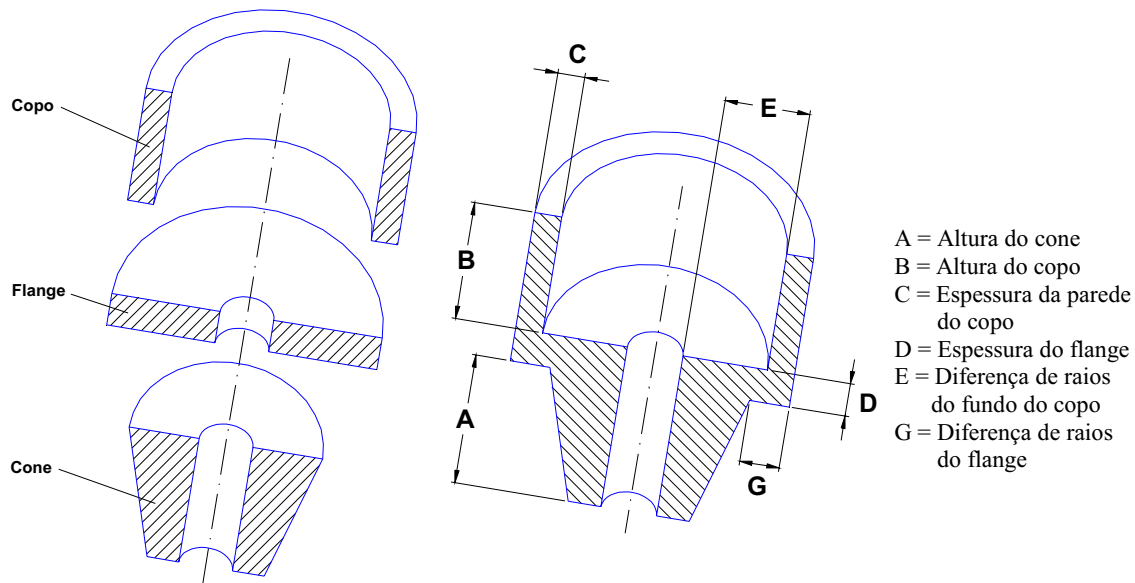


Figura 1. Vista em corte da peça cônica flangeada com as dimensões de referência.

Foram utilizadas quatro tipos diferentes de pré-formas para avaliação de sua influência sobre o fluxo de material de trabalho e defeitos formados durante o processo de forjamento. As 4 pré-formas foram constituídas por peças anulares com diâmetros interno e externo variados, mantendo-se volumes semelhantes, conforme indicam a Tab. (1) e a Fig. (2).

Tabela 1. Dimensões das pré-formas.

Pré forma	Ø externo (mm)	Ø interno (mm)	Altura (mm)	Volume (mm <sup>3</sup> )	% de Pré forma 1
1	73,80	25,40	26,70	100254,00	100%
2	73,40	44,40	36,56	98093,30	97,84%
3	61,70	26,22	38,70	94813,93	94,57%
4	66,20	34,80	40,10	99881,55	99,63%

## 3. Simulação Física com Material Modelo

Para a confecção de cada pré-forma empilhou-se várias camadas (discos) do material modelo em diferentes cores visando o estudo do fluxo de deformação. Para a avaliação de defeitos provenientes do forjamento, bem como o

preenchimento das matrizes, a pré-forma foi confeccionada como uma única peça de material modelo homogêneo. As Figuras (3) e (4) mostram o exposto acima.

O material utilizado nas simulações foi a plasticina, pois reúne qualidades importantes que normalmente são desejáveis no material modelo: é de fácil aquisição, barata e atóxica; deforma-se com baixas cargas a temperatura ambiente; apresenta comportamento semelhante ao do aço deformado (Mendonça, 1995). A plasticina utilizada no ensaio físico, teve como matérias-básicas o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) e a vaselina, que foram misturadas na proporção em volume de 2:1.

O forjamento foi realizado sob dois carregamentos distintos para cada tipo de pré-forma. Estes carregamentos foram traduzidos em termos de deslocamento do cabeçote da máquina de ensaios mecânicos, sendo estes 15 e 23 mm. A velocidade de avanço do punção foi constante à 10mm/min. O lubrificante usado foi o talco, sendo lubrificadas as pré-formas e as matrizes.

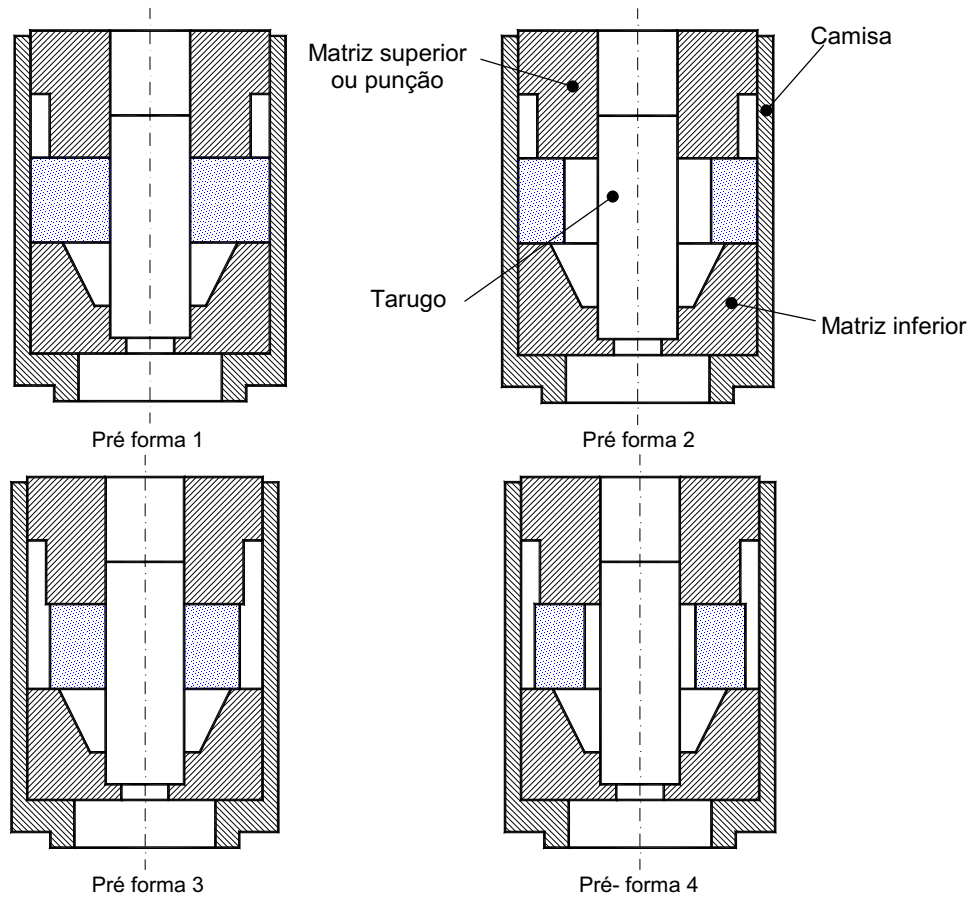


Figura 2. Tipos de pré-formas utilizadas para a obtenção da peça cônica flangeada.

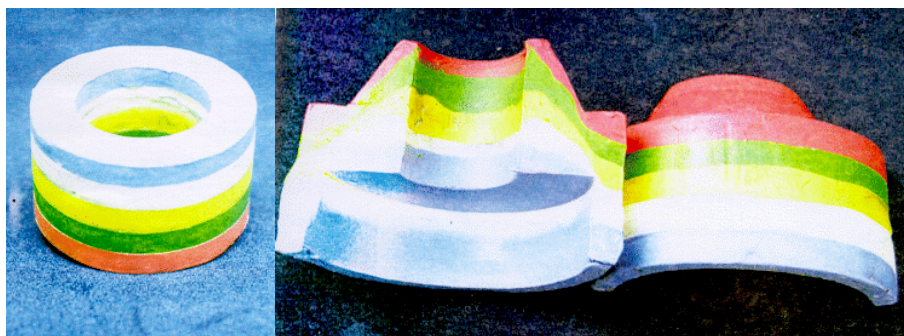


Figura 3. Material modelo em diferentes cores visando o estudo do fluxo de deformação.

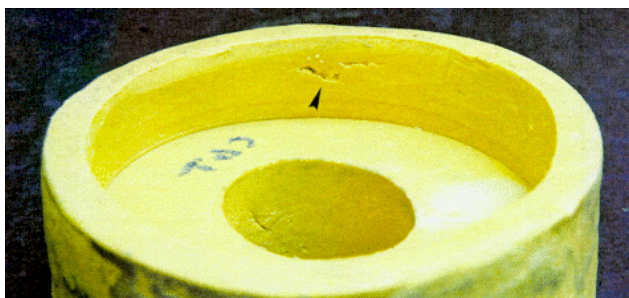


Figura 4. Material modelo utilizado no estudo dos defeitos surgidos durante o forjamento.

#### 4. Simulação Numérica por Elementos Finitos

Para realizar a simulação numérica foi utilizado o método dos elementos finitos para o regime plástico através do programa Qform<sup>®</sup>. Para agilizar o procedimento de cálculo, construiu-se um modelo bidimensional axi-simétrico, representando a situação física. O elemento utilizado foi o triangular plano. Como na simulação física, o movimento de conformação foi definido pelo deslocamento da matriz superior em 15 e 23mm, considerando um avanço constante da matriz superior de 10mm/mim. O valor do coeficiente de atrito adotado entre o material de trabalho e as matrizes foi de 0,7. A equação de similaridade (Pertence, 1995) utilizada para representar o material modelo é indicada na Eq.(1) e a Fig. (5) mostra a curva de fluxo do material modelo introduzida no programa de elementos finitos.

$$\bar{\sigma} = 0.041 (\bar{\epsilon})^{0.224} \text{ (N/mm}^2\text{)} \quad (1)$$

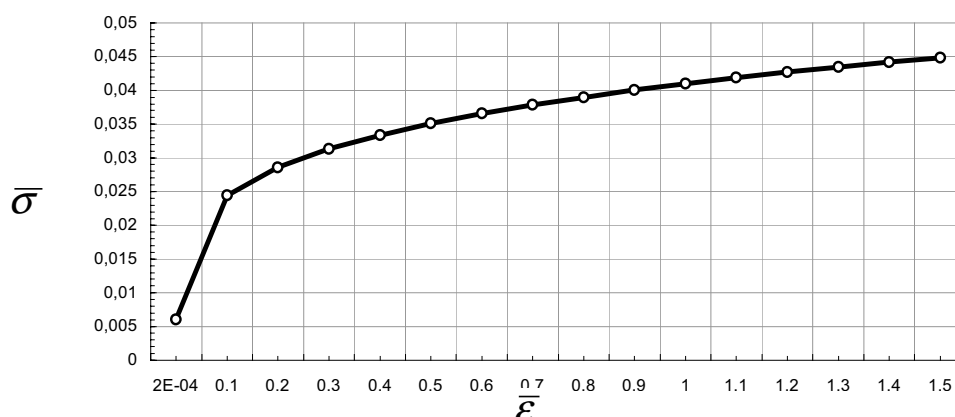


Figura 5. Curva de fluxo do material modelo.

#### 5. Análise do preenchimento das matrizes e do fluxo de deformação

O preenchimento foi avaliado comparando-se a altura do copo e a altura do cone com a altura disponível no interior das matrizes para acomodação do material.

Através da simulação numérica observa-se que as pré-formas 1 e 2 apresentaram formação completa do copo, após a conclusão de todo o processo de forjamento, conforme o resultado do deslocamento de 23mm do punção apresentado na Fig. (6). Em virtude destas duas pré-formas possuírem seus diâmetros externos maiores que os diâmetros externos das pré-formas 3 e 4, houve maior facilidade para acomodação do material na matriz superior e, conseqüentemente, melhor formação do copo. O material, no caso das pré-formas 3 e 4, necessitou expandir-se na direção transversal ao eixo do punção para alcançar a cavidade de formação do copo e, por isso, as paredes do copo apenas começaram a se despontar na etapa intermediária do processo apresentada na Fig. (7). O movimento de expansão do material na direção transversal, para o deslocamento de 15mm do punção, é apresentado na Fig. (8). Como a pré-forma 1 possui os diâmetros interno e externo tocando o tarugo e a camisa respectivamente, a velocidade de deslocamento do material na direção radial X é próximo de zero. Ao contrário disso, o material no caso das outras pré-formas apresentou velocidades maiores de deslocamento radial para as superfícies livres.

Na simulação física observou-se formação completa do copo para as pré-formas 1 e 2, após o deslocamento de 23mm, apresentando contornos dos copos melhor definidos e bordas com as mesmas espessuras das paredes. Já as pré-formas 3 e 4 apresentaram preenchimento parcial da matriz de formação do copo, cujas bordas ficaram abauladas e

menos espessas que o restante da parede. Estes resultados se assemelham aos resultados encontrados pela simulação numérica e podem ser vistos nas Fig. (9) e Fig. (10).

Seguindo a mesma análise que foi feita para o copo, pode-se observar que as pré-formas 1 e 3 apresentaram melhor formação do cone para o deslocamento completo do punção, como indica os resultados da simulação numérica vistos na Fig. (6). As pré-formas 2 e 4 apresentaram menores alturas de cone durante o processo de forjamento e não conseguiram obter o preenchimento total da matriz inferior, por possuírem diâmetros internos maiores que os diâmetros internos das pré-formas 1 e 3. Esta condição geométrica inicial exigiu o deslocamento transversal do material para que em seguida se iniciasse a formação do cone.

A simulação física confirma os bons resultados na formação do cone para as pré-formas 1 e 3, porém também verificou-se bom preenchimento da matriz inferior para os casos 2 e 4.

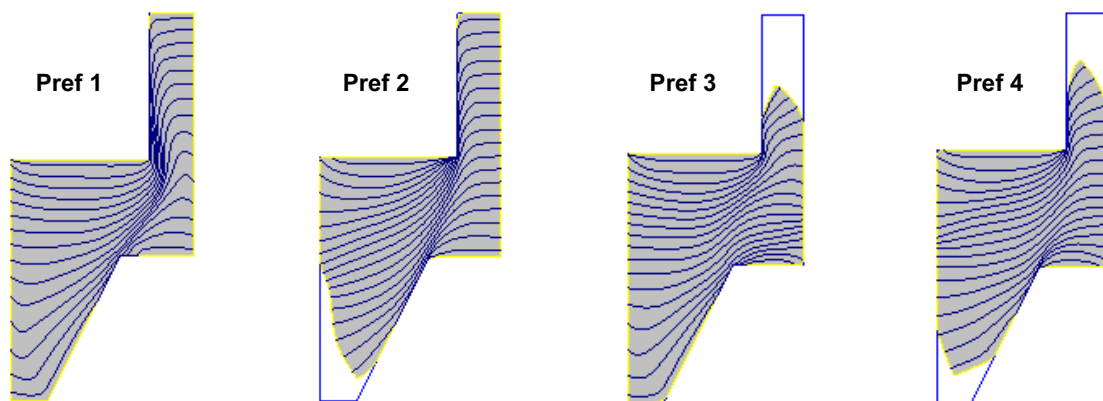


Figura 6. Resultados da simulação numérica para o preenchimento das matrizes com deslocamento de 23mm do punção

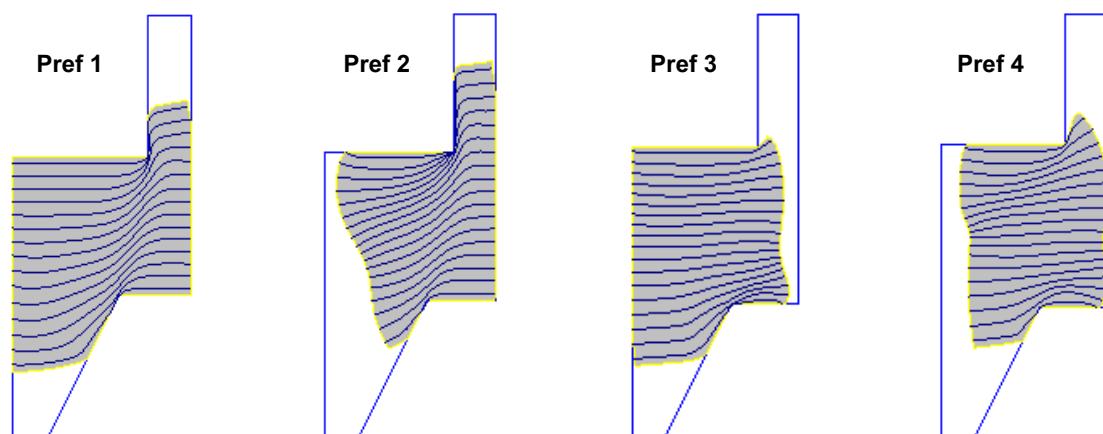


Figura 7. Resultados da simulação numérica para o preenchimento das matrizes com deslocamento de 15mm do punção

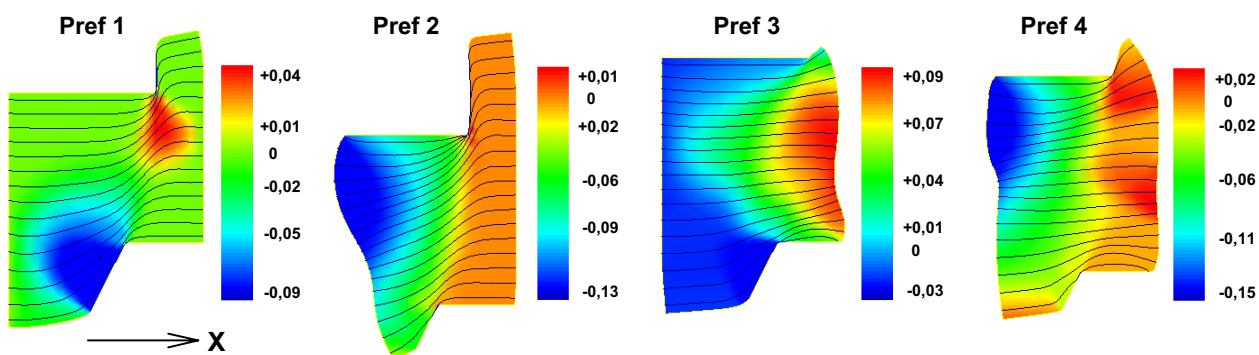


Figura 8. Velocidade do material na direção X em mm/s para o deslocamento de 15mm do punção.

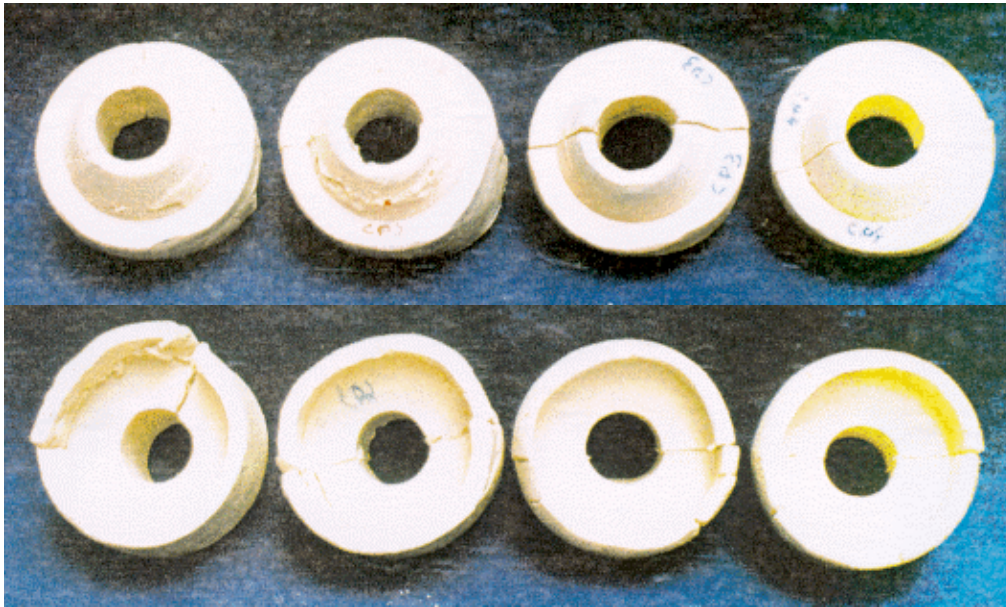


Figura 9. Componentes forjados com deslocamento de 23mm do punção.

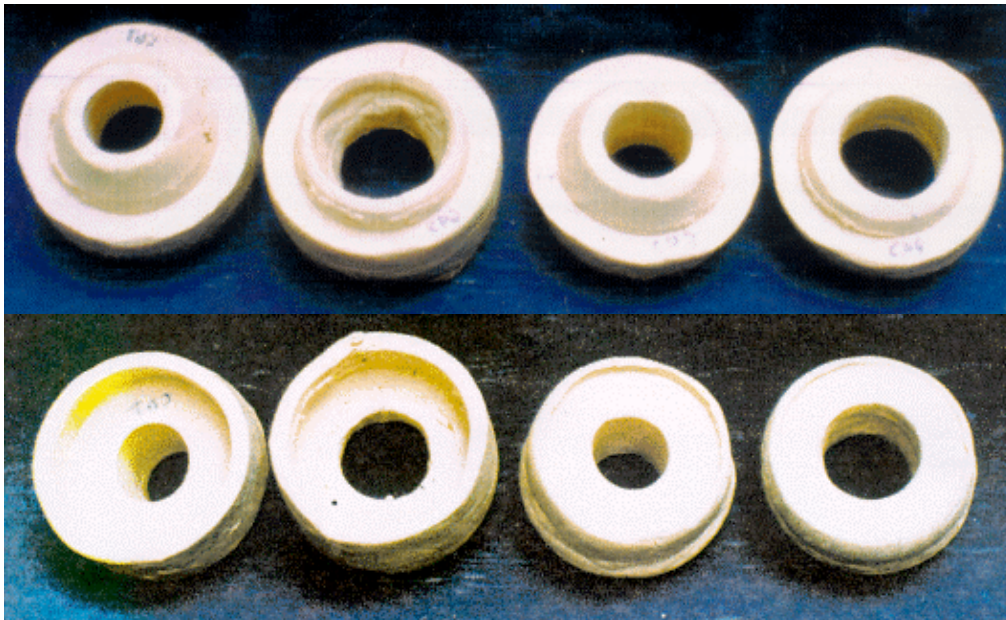


Figura 10. Componentes forjados com deslocamento de 15mm do punção.

## 6. Avaliação de defeitos originados durante o forjamento

Os defeitos mais comuns originados no forjamento foram as dobras e as trincas. As dobras ou superposições são descontinuidades produzidas quando duas superfícies do metal dobram-se uma contra a outra sem se soldarem (Santos, 1999). Isto pode ocorrer quando o metal escoar para uma parte da matriz que já tenha sido totalmente ou parcialmente preenchida. Normalmente essa ocorrência está ligada a restrições de fluxo do metal devido ou à matrizes com raios de curvatura agudos ou a um atrito muito elevado (Downey, 1975). As dobras do material também podem surgir devido a um mau dimensionamento da pré-forma (Santos, 1999).

As trincas são pequenas fraturas superficiais no material que podem inviabilizar a utilização do produto forjado. Sendo assim, a forjabilidade de um metal pode ser avaliada pela sua capacidade de resistir à abertura de trincas (Santos, 1999). Os tipos de trincas no forjamento a frio foram classificadas por Okamoto, a partir de ensaios da forjabilidade com matrizes de várias geometrias (Okamoto, 1973). As trincas que surgiram com frequência na simulação física do componente cônico flangeado foram do tipo ( $\epsilon$ ) e ( $\alpha$ ).

Após o avanço de 15mm do punção, foi possível observar trincas de atrito ( $\epsilon$ ) na parede externa do cone, em todas as pré-formas analisadas fisicamente. Estas trincas se localizaram principalmente na base do cone, em grande extensão e profundidade, indicando quão grande foi o atrito entre a matriz e o material modelo. Após o forjamento completo,

com deslocamento de 23mm do punção, distinguiu-se nitidamente na parede externa do cone uma separação entre regiões com diferentes graus de deformação. Na região de deformação heterogênea na base do cone ficaram concentradas trincas de atrito de grandes dimensões, que já apareciam no deslocamento de 15mm do punção. Na região de deformação homogênea, localizada no topo do cone não foi encontrada grande quantidade de trinca. Isto ocorreu por causa do acúmulo de talco no topo do cone, devido ao seu arraste durante o forjamento. Na parede interna do cone verificou-se a presença de trincas de atrito ( $\epsilon$ ), para todas as pré-formas simuladas fisicamente. Na extração da pré-forma 1 houve arraste e perda de material devido ao elevado atrito entre o mandril a plasticina. Nas pré-formas 2, 3 e 4 observou-se deformação heterogênea com formação de dobras de forjamento.

A simulação numérica, apesar de considerar a lubrificação regular por toda a superfície das matrizes, reforça os resultados encontrados na simulação física. De fato, observando as figuras geradas pela simulação numérica verificamos, para todas as pré-formas, que na base da parede externa do cone os valores para o fluxo de tensão são mais elevados. Verifica-se também que esta região apresenta valores maiores para a deformação efetiva que o topo do cone, principalmente para as pré-formas 3 e 4. Em relação à parede interna do cone, não foram observados valores elevados para o fluxo de tensão ou para a deformação efetiva que poderiam estar associados à formação de trincas. Porém, as pré-formas 2 e 4 podem realmente ter formado dobras de forjamento, pois a parede interna do cone apresentou uma superfície irregular para estes casos por permanecerem livres de contato com tarugo durante o processo.

Em relação à parede externa do copo, observa-se que durante a simulação física houve formação de dobras de forjamento para as pré-formas 2, 3 e 4. Já a pré-forma 1 apresentou deformação homogênea nesta região. Trincas do tipo ( $\alpha$ ) surgiram nas proximidades da borda do copo, nos casos das pré-formas 3 e 4. Especificamente na pré-forma 4 foram formadas trincas ( $\alpha$ ) na parede externa que em alguns casos se prolongaram, passando pela borda, para a parede interna do copo. Nos resultados obtidos pela simulação numérica não foi detectado tensões ou deformações elevados na parede externa do copo, para qualquer um dos casos. Como a simulação numérica foi bidimensional e axisimétrica, não foi possível associar-se algum efeito com a formação de trincas do tipo ( $\alpha$ ) encontradas nos componentes forjados fisicamente.

Considerando-se a parede interna do copo, observou-se na simulação física a presença de deformação homogênea e sobretudo a formação de trincas de atrito ( $\epsilon$ ) em todas as pré-formas. Na simulação física das pré-formas 1 e 2, houve a formação de trincas de atrito ( $\epsilon$ ) localizadas no fundo do copo, próximo à parede interna do copo e que em certas regiões, levaram ao desprendimento parcial da parte do material no caso da pré-forma 2. Para as pré-formas 3 e 4 não foram encontradas trincas ou dobras. Na simulação numérica após o forjamento completo com deslocamento de 23mm do punção, não há possibilidade de definir uma condição de deformação homogênea, mas os valores das tensões indicam probabilidade da existência das trincas atrito ( $\epsilon$ ). As Figuras (11), (12), (13) e (14) indicam a deformação efetiva e o fluxo de tensão respectivamente para os componentes forjados com deslocamento de 15mm e 23mm do punção ou matriz superior.

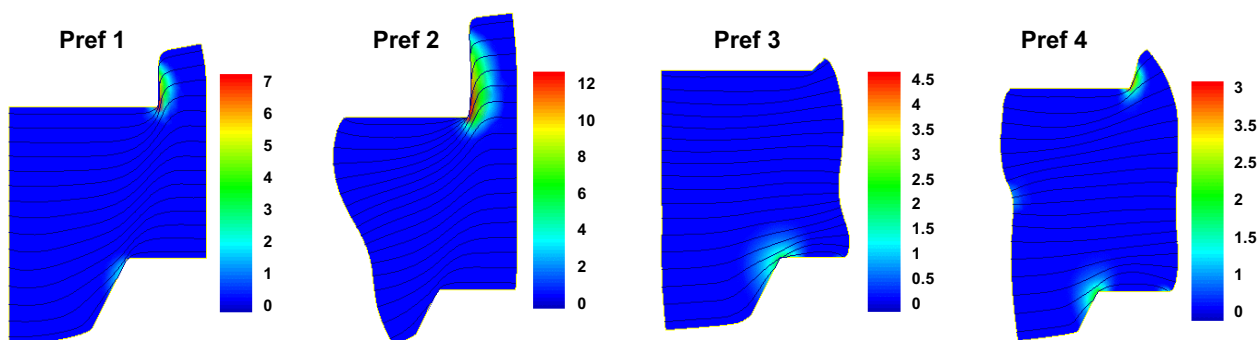


Figura 11. Deformação efetiva para os componentes forjados com deslocamento de 15mm do punção.

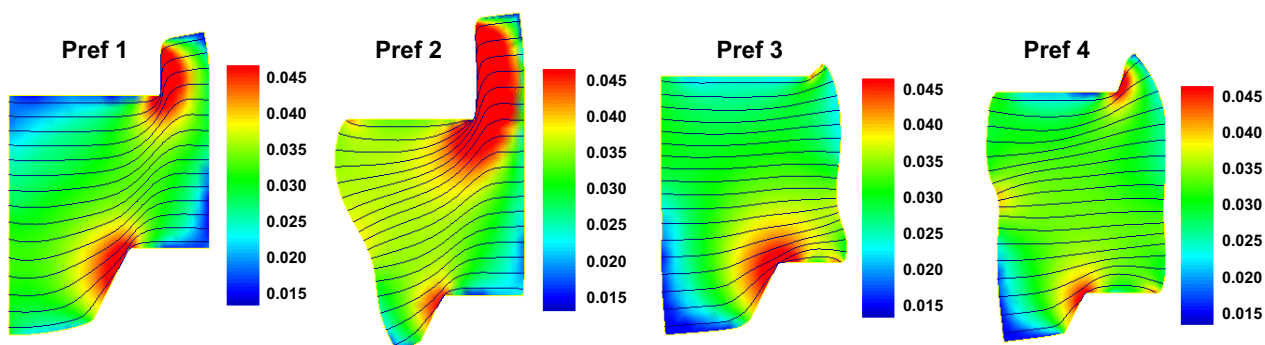


Figura 12. Fluxo de tensão em Mpa para os componentes forjados com deslocamento de 15mm do punção.

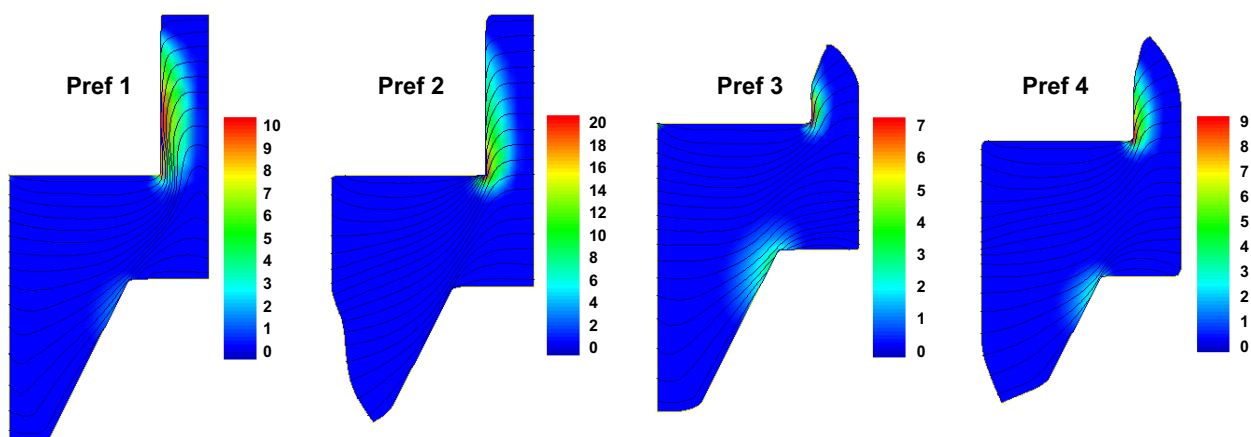


Figura 13. Deformação efetiva para os componentes forjados com deslocamento de 23mm do punção.

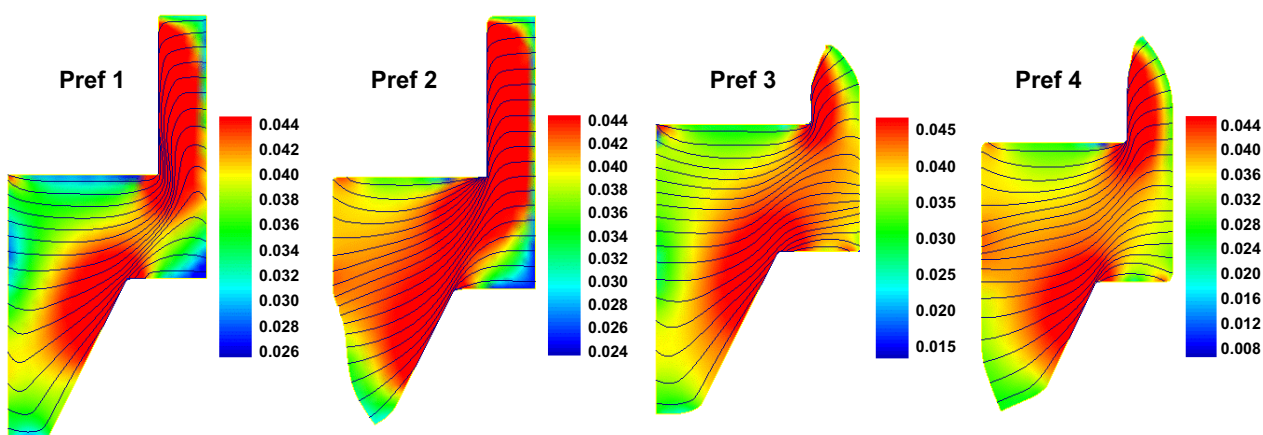


Figura 14. Fluxo de tensão em Mpa para os componentes forjados com deslocamento de 23mm do punção.

### 5. Conclusão

Considerando-se a simulação física das várias pré-formas, observa-se que o componente mais alta foi gerado pela pré-forma 1 e os mais baixos pelas pré-formas 3 e 4. As pré formas 1 e 3 favoreceram a formação do cone, sendo a formação na pré-forma 1 a melhor. Pela geometria e posicionamento das pré-forma 1 e 3 entre as matrizes de conformação, verifica-se que os seus diâmetros internos se ajustavam ao mandril de formação do furo central (que se presta à formação da parede interna do cone), ficando o material a ser deformado no rumo exato da cavidade da matriz de forjamento dessa região. Os componentes que apresentaram melhor formação dos copos melhor foram os das pré-forma 1 e 2.

No caso dos componentes, que sofreram expansão radial do diâmetro interno, para que o copo ficasse bem formado, o cone sofreu grande redução de altura e vice versa. A geometria da pré-forma 3 favoreceu o preenchimento da matriz de forjamento do cone, mas não favoreceu o formação do copo, que necessitou da expansão do diâmetro externo para ser extrudado. Além do mais, a presença da quina da matriz de formação do copo contribuiu fortemente para dificultar a deformação do material, assim como fez o atrito entre o material modelo e as paredes da matriz, criando um ponto de concentração de tensão com geração de defeitos.

Os principais defeitos gerados foram as trincas de tração ( $\alpha$ ) devido à expansão livre do material, as trincas de atrito ( $\epsilon$ ) devido às forças cisalhantes e as dobras de forjamento.

A simulação numérica e a simulação física se complementam em termos de uma análise mais completa sobre o comportamento dos componentes forjados. Os resultados são obtidos de maneira mais rápida pela simulação numérica, porém esta considera condições ideais durante todo o processo, como o atrito entre o material de trabalho e as matrizes, por exemplo. A simulação física apresentou arraste de lubrificante, que pode ocorrer na situação real e não se considera no processo de simulação numérica.



## 6. Referências Bibliográficas

- Schuler Pressen, Gmbh, 1996, “*Internal Paper*”.
- Mendonça, A. A., 1995, “*Desenvolvimento de Fio-Máquina de Aço Ultra Baixo Carbono para Estampagem a Frio*”, Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Escola de Engenharia da UFMG.
- Santos, M. R., 1999, “*Simulação Física do Forjamento a Frio de Componentes*”, Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Escola de Engenharia da UFMG.
- Downey, Jr., C. L., Kuhn, H. A., 1975, “*Application of a Forming Limit Concept to the Design of Powder Preforms for Forging*”, *Journal of Engineering Materials and Technology*, p.121-125.
- Pertence, A. E. M., 1994, “*Uso de Materiais modelo para a Simulação da Ductilidade Superficial de Metais*”, Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Escola de Engenharia da UFMG.
- Okamoto, T., Fukuda, T., Hagita, H., 1973, “*Material Fracture in Cold Forging-Systematic Classification of Work Methods and Types of Cracking in Cold Forging*”, *The Sumitomo Search*, nº 09, p.216-225.

## THE USE FORGING PREFORM TESTS APPLIED TO THE EVALUATION THE MANUFACTURING OF MECHANICAL COMPONENTS

### Antônio Eustáquio de Melo Pertence

Universidade Federal de Minas Gerais, Depto. de Engenharia Mecânica, Av. Presidente Antônio Carlos 6627, Campus da Pampulha, Belo Horizonte, Minas Gerais, Cep 31.270-901.

[ptence@dedalus.lcc.ufmg.br](mailto:ptence@dedalus.lcc.ufmg.br)

### Paulo Roberto Cetlin

Universidade Federal de Minas Gerais, Depto. de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Rua Espírito Santo 35, Belo Horizonte, Minas Gerais, Cep 31.160-030.

[pcetlin@demet.ufmg.br](mailto:pcetlin@demet.ufmg.br)

### Luiz Malta Laudaes Júnior

Universidade Federal de Minas Gerais, Depto. de Engenharia Mecânica, Av. Presidente Antônio Carlos 6627, Campus da Pampulha, Belo Horizonte, Minas Gerais, Cep 31.270-901.

[laudaes@hotmail.com](mailto:laudaes@hotmail.com)

### Marta Ribeiro Santos

Universidade Federal de Minas Gerais, Depto. de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Rua Espírito Santo, Belo Horizonte, Minas Gerais, Cep 31.160-030.

[marta@demet.ufmg.br](mailto:marta@demet.ufmg.br)

**Abstract.** Forming processes are advantageous in the production of mechanical components, They introduce considerable reduction of the manufacturing costs, economy of material and better productivity. Moreover, there is an increase of the mechanical properties of the manufactured components in the case of cold forging. This process, on the other hand, requires higher working loads and is associated with an enhanced possibility of cracking in the material. Alterations of parameters in the forging process or modifications of the initial geometry of the pieces and the dies can be made in order to prevent such cracking.

The use of simulation in the study of the metal forming processes is becoming increasingly important. Laboratory tests with various preform geometries, generating the same final geometry, can be used in the evaluation of the occurrence of the superficial cracks, in order to predict the behavior of the material in the process.

In the present paper, four preform types, involving variable internal and external diameters, were used for the simulation of forging. The tests were carried through physical and numerical simulation. These two techniques allowed a synergistic approach, leading to a better understanding of the results. In the physical simulation, plasticine was used as a model material, representing a proportional behavior in relation to the real material. The numerical simulation employed the finite element method. The experimental results allowed the validation of the results from the numerical approach.

Key words : forging preform test, physical simulation, forging

## COMPORTAMENTO MECÂNICO DE VIGAS LAMINADAS HÍBRIDAS MADEIRA / PLÁSTICO REFORÇADO

José Carlos Balthazar, jcb@enm.unb.br  
Cinthia Thaís de Carvalho Luz Thomazi, cthomazi@ig.com.br  
Departamento de Engenharia Mecânica  
UnB / FT / ENM  
70.910-900 Brasília – DF

**Resumo.** Neste trabalho foi avaliado o efeito da combinação de vários materiais reforçadores e da variação dimensional na rigidez de vigas laminadas híbridas compostas por lâminas de madeira coladas reforçadas com lâminas de compósitos poliméricos. Nas lâminas dos compósitos poliméricos foram utilizados como reforçadores tecido de fibra de vidro, fibra de carbono e tecido de fibra aramida. Um parâmetro de rigidez específica, que leva em consideração não apenas a rigidez do material, como também sua densidade foi utilizado para fazer a comparação com comportamento de vigas geometricamente equivalentes fabricadas em aço. Os resultados obtidos indicam que combinações adequadas de material e geometria podem conferir à viga híbrida um comportamento mecânico equivalente, ou superior, ao que se pode alcançar com o aço.

**Palavras-chave:** compósitos, compósitos híbridos, vigas, rigidez específica.

### 1. Introdução

Entre os materiais estruturais mais antigos utilizados pelo ser humano está a madeira, um compósito natural largamente disponível mas que vem tendo sua utilização reduzida, particularmente das espécies mais nobres, como consequência da elevação dos preços em virtude da escassez gerada pela destruição indiscriminada de florestas nativas.

A madeira laminada, formada por lâminas superpostas e coladas entre si, é um material de particular interesse e tem sido usado em funções estruturais por mais de 65 anos. Alta resistência e custo competitivo em relação a outras alternativas sempre foram o grande atrativo para uso de madeira laminada em estruturas civis como pontes e edifícios e em aplicações estruturais mais ligadas à Engenharia Mecânica como barcos, aeronaves e veículos terrestres. Recentemente surgiram nos Estados Unidos materiais compósitos híbridos formados, basicamente, pela introdução de laminados de plásticos reforçados por fibras entre as lâminas de madeira e colados com adesivos convencionais existentes no mercado (Sun and Hawke, 1996). Atualmente este tipo de material está tendo maior utilização em componentes sujeitos a cargas de flexão e cargas axiais como em vigas de pontes e em estruturas treliçadas. Balthazar *et al* (1999) mostraram que a adoção de uma configuração híbrida madeira/plástico reforçado produz um considerável ganho nas propriedades mecânicas em relação à madeira maciça e à madeira laminada, com economia de custo e peso da estrutura. É possível que este tipo de material possa vir a ser um substituto potencial para o aço e outras ligas metálicas em algumas aplicações estruturais, com ganho de peso e rigidez específica (Leichiti *et al*, 1990).

O objetivo deste trabalho foi proceder uma avaliação do efeito causado por diferentes variações de configuração e pelo uso de diferentes materiais sobre a rigidez específica de vigas laminadas híbridas de madeira/material plástico reforçado por fibras (MPRF). Por meio de um parâmetro de rigidez específica, que leva em consideração a rigidez do material, geometria e também a sua densidade foi feita uma comparação com comportamento de vigas geometricamente equivalentes fabricadas em aço.

A rigidez é uma medida da resistência à deformação de um elemento estrutural quando submetido a solicitações mecânicas. No caso de vigas, a rigidez é diretamente proporcional ao módulo de elasticidade do material,  $E$ , e ao momento de inércia,  $I$ , e inversamente proporcional ao comprimento,  $L$ .

Em vigas construídas de material homogêneo, não há dificuldade em caracterizar sua rigidez, visto que o valor do módulo de elasticidade,  $E$ , é constante. Entretanto em compósitos, devido a anisotropia inerente desses materiais, as propriedades mecânicas devem ser caracterizadas segundo as orientações de interesse.

Numa viga híbrida, formada pela reunião em um mesmo componente estrutural de camadas de materiais com diferentes propriedades mecânicas, o posicionamento de cada material da maneira mais conveniente, levando em conta suas características e as solicitações impostas, permite obter, em função dos efeitos sinérgicos advindos da composição dos diferentes materiais, a melhor resposta mecânica para o componente. Como são várias as combinações possíveis, a caracterização da rigidez da viga depende de um módulo de elasticidade efetivo,  $E_{ef}$ , cujo valor é função das propriedades dos materiais constituintes de cada lâmina, da posição relativa de cada lâmina na viga, assim como da geometria da viga.

### 2. Metodologia

Para comparar o comportamento mecânico das vigas híbridas madeira/MPRF com vigas de aço, foram analisadas as deflexões máximas obtidas com as vigas híbridas e as calculadas para vigas de aço com o mesmo momento de inércia e submetidas ao mesmo tipo de solicitação.

A fig. (1) mostra a configuração geral das vigas estudadas no presente trabalho, formadas pela superposição de lâminas de madeira e MPRF. Balthazar *et al* (1999) realizaram uma análise experimental deste tipo de viga, testando 10 vigas em ensaios de flexão em três e quatro pontos. Cada viga tinha dimensões nominais de 1203 x 48,70 x 44,40 mm e eram constituídas de nove lâminas de mogno e duas de laminado de MPRF, compostas por quatro camadas de tecido de fibra de vidro tipo E (TFV) impregnadas com resina do tipo epóxi de cura a frio. As camadas de MPRF estão representadas pela linha mais escura na fig. (1). Nos ensaios de flexão as vigas romperam com cargas médias de 5223 N no ensaio de flexão em 3 pontos e de 7133 N no ensaio a 4 pontos.

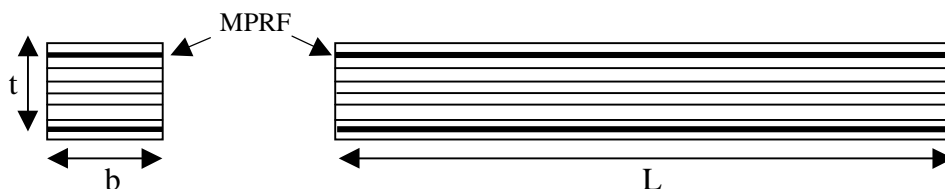


Figura 1: Corpo de prova de madeira laminada híbrida.

A introdução de lâminas de MPRF em laminados de madeira resultou em acentuados ganhos de resistência e rigidez das vigas híbridas de madeira/MPRF sobre a madeira maciça e as vigas laminadas compostas somente de madeira (Balthazar *et al*, 1999).

As equações clássicas da Mecânica dos Materiais indicam que uma viga fletida em 3 pontos, o módulo de elasticidade,  $E$ , será dado por:

$$E = \frac{PL^3}{48\delta_{max} I} \quad (1)$$

onde  $\delta_{max}$  é a deflexão máxima,  $I$  é o momento de inércia da área da seção transversal,  $P$  a carga aplicada e  $L$  o vão da viga, conforme o esquema mostrado na fig. 2 (a).

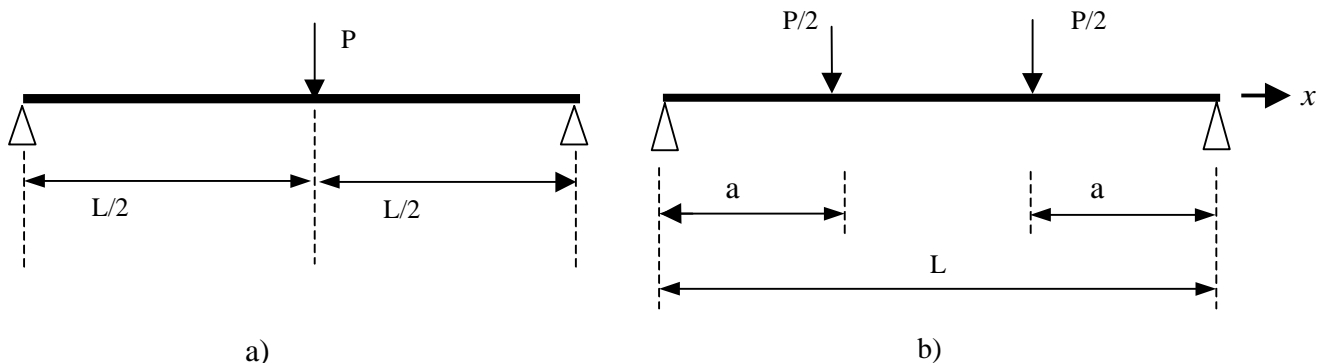


Figura 2 – Esquema de carregamentos de flexão a) em três e; b) quatro pontos, utilizados neste estudo.

Para o caso de flexão em 4 pontos:

$$E = \frac{Pa}{24\delta_{max} I} (3L^2 - 4a^2) \quad (2)$$

onde  $a$  é a distância entre o ponto de aplicação das cargas e os apoios, conforme mostra a fig. 2(b). Neste estudo foi adotado o valor  $a = L/3$ , o mesmo dos ensaios experimentais (Balthazar *et al*, 1999).

Para vigas com as mesmas dimensões e tipo de carregamento, a rigidez pode ser caracterizada pelo coeficiente de rigidez,  $EI$ . Como as eqs. (1) e (2) são válidas para materiais isotrópicos foi necessário calcular um módulo de elasticidade de flexão efetivo,  $E_{ef}$  para as vigas híbridas, que representasse o comportamento macroscópico das mesmas.

Da Teoria Clássica de Laminação, o módulo de elasticidade de flexão efetivo,  $E_{ef}$ , para uma viga simétrica em relação ao plano médio, formada por  $N$  lâminas, é dado pela seguinte equação (Gibson, 1994):

$$E_{ef} = \frac{8}{t^3} \sum_{j=1}^{N/2} (E_x) (z_j^3 - z_{j-1}^3) \tag{3}$$

onde  $j$  indica o número da lâmina;  $N$  o número total de lâminas;  $z_j$  a distância do ponto até a linha de simetria da viga;  $(E_x)_j$  o módulo de elasticidade da lâmina  $j$  e  $t$  a espessura total da viga.

Como pode ser observado da eq. (3) módulo de elasticidade de flexão efetivo,  $E_{ef}$ , pode ser modificado mudando-se tanto a configuração da viga híbrida, ou seja, o posicionamento relativo entre as camadas dos diversos materiais, como o material das lâminas. Isso permite a simulação do que ocorreria com a rigidez efetiva da viga quando se altera o número e disposição das lâminas de MPRF bem como e o tipo de MPRF utilizado.

Para a presente análise foi mantida a configuração geral das vigas híbridas testadas por Balthazar *et al.*, (1999), variando apenas a quantidade de lâminas de mogno, a mesma madeira e a espessura e composição das lâminas de MPRF. Estas lâminas de MPRF consistiam, na realidade, de laminados de resina epoxy reforçados por fibras de vidro, carbono e aramida em diversas configurações e espessuras. No cálculo do módulo de elasticidade de flexão efetivo,  $E_{ef}$ , da viga, eq. (3), o o módulo de elasticidade das lâminas de MPRF,  $(E_x)_j$ , correspondeu ao valor do módulo de elasticidade de flexão efetivo,  $E_{ef}$ , de cada laminado de MPRF. A tabela 1 mostra a descrição dos materiais utilizados.

Tabela 1: Módulo de elasticidade dos materiais

Material	Espessura mm	Descrição	E <sub>1</sub> * GPa
LM	5	Lâminas de mogno	13,5
TFV	1,1 a 4,4	Tecido de fibra de vidro E, 200 g/m <sup>2</sup> e resina epoxy	23,74
TFA	1 e 2	Tecido de fibra Aramida / epoxy, 58 % de fibra em volume.	23
FC	2 e 4	Fibra carbono, 60 % de fração de fibra em volume	130
A	-	.Aço carbono	207

\* Módulo de elasticidade longitudinal para a madeira e de flexão efetivo na direção longitudinal para os MPRF.

### 3. Resultados

#### 3.1 Vigas reforçadas com laminados de tecido de fibra de vidro

A partir dos dados obtidos experimentalmente por Balthazar *et al* (1999) para as vigas híbridas LM/TFV foi calculado o momento de inércia  $I$  que os corpos de prova de aço correspondentes deveriam ter para apresentar o mesmo coeficiente de rigidez  $EI$  e calculadas as deflexões máximas que vigas de aço poderiam alcançar para uma condição de carregamento correspondente ao início do escoamento no material.

As tabelas 2 e 3 mostram os resultados da comparação do comportamento mecânico das vigas híbridas LM/TFV, ou seja de madeira laminada reforçada com tecido de fibra de vidro E/resina epoxy, com a simulação do comportamento mecânico de vigas de aço de coeficiente de rigidez,  $EI$ , similar para os casos de flexão em 3 e em 4 pontos.

Como pode ser observado das tabelas 3 e 4, as vigas de aço são muito mais rígidas que as vigas do material híbrido LM/TFV pois para valores de momentos de inércia bem menores, isto é, para dimensões bem menores, apresenta, deflexões máximas bastante inferiores as das vigas híbridas.

O principal atrativo das vigas híbridas madeira/tecido de fibra de vidro, além do baixo peso proporcionado por uma rigidez específica elevada, é o baixo custo e facilidade de fabricação das mesmas. O tecido de fibra de vidro é relativamente barato e facilmente encontrável no mercado e não são necessários equipamentos especiais para realização do processo de cura das lâminas de compósito polimérico já que estas são moldadas simultaneamente à colagem das lâminas de madeira. Isto proporciona ganhos com relação às vigas de madeira, maciça ou laminada, mas não apresenta comportamento mecânico comparável às vigas metálicas.

Tabela 2: Comparação do comportamento das vigas híbridas LM/TFV x vigas de aço para flexão em 3 pontos.

Corpo de Prova	Vigas híbridas LM/TFV*				Vigas de aço				
	E <sub>ef</sub> Gpa	I [10 <sup>5</sup> mm <sup>4</sup> ]	EI [10 <sup>14</sup> N.mm <sup>2</sup> ]	Deflexão Máxima mm	Corpo de Prova	E GPa	I [10 <sup>5</sup> mm <sup>4</sup> ]	EI [10 <sup>14</sup> N.mm <sup>2</sup> ]	Deflexão Máxima mm
LM/TFV1	9,66	4,346	41,982	21,2	A1	207	0,203	42,021	0,989
LM/TFV2	9,58	4,247	40,686	26,4	A2	207	0,196	40,572	0,196
LM/TFV3	9,66	4,326	41,789	28,2	A3	207	0,202	41,814	0,202
LM/TFV4	9,58	4,453	42,660	27,0	A4	207	0,206	42,642	0,206
LM/TFV8	9,63	4,055	39,050	32,7	A8	207	0,189	39,123	0,189
Média	9,62	4,285	41,233	27,1	Média	207	0,205	41,234	0,356

\* Balthazar *et al* (1999).

Tabela 3: Comparação do comportamento das vigas híbridas LM/TFV x vigas de aço para flexão em 4 pontos.

Vigas híbridas LM/TFV*					Vigas de aço				
Corpo de Prova	$E_{ef}$ Gpa	$I$ [ $10^5 \text{ mm}^4$ ]	$EI$ [ $10^{14} \text{ N.mm}^2$ ]	Deflexão Máxima mm	Corpo de Prova	E GPa	$I$ [ $10^5 \text{ mm}^4$ ]	$EI$ [ $10^{14} \text{ N.mm}^2$ ]	Deflexão Máxima mm
LM/TFV5	9,62	4,283	41,202	34,5	A1	207	0,199	41,193	1,603
LM/TFV6	9,58	4,463	42,756	35,1	A2	207	0,206	42,642	1,624
LM/TFV7	9,61	4,000	38,440	26,9	A3	207	0,186	38,502	1,249
LM/TFV9	9,55	4,677	44,665	26,0	A4	207	0,216	44,712	1,199
LM/TFV10	9,56	4,702	44,951	35,2	A8	207	0,217	44,919	1,626
Média	9,58	4,425	42,403	31,54	Média	207	0,205	42,394	1,460

\* Balthazar *et al* (1999).

### 3.2 Vigas reforçadas com laminados de MPRF de fibras contínuas

Embora relativamente baratos e fáceis de serem encontrados no mercado, os tecidos de fibra possuem características mecânicas inferiores aos compostos poliméricos laminados formados de fibras contínuas e construídos pela superposição de lâminas com fibras orientadas em diversas direções. Para verificar a possibilidade de se encontrar uma configuração de viga híbrida madeira/MPRF que atingisse um nível de rigidez similar às vigas de aço, foram testadas várias combinações de vigas híbridas com diferentes MPRF, bem como com diferentes alturas de vigas ao variar o número de lâminas que a compunham.

Usando os mesmos procedimentos acima descritos para cálculo do coeficiente de rigidez e a eq. (3) para o cálculo do valor do módulo de elasticidade efetivo de cada configuração, variou-se, inicialmente, o valor da espessura das camadas de material compósito, mantendo-se no mesmo valor a espessura das lâminas de madeira. Posteriormente foi variado também o número total de lâminas que compunham a viga híbrida. Ao aumentar o número total de lâminas na viga, lâminas de MPRF ficavam mais afastadas do plano médio ou plano de simetria da viga, aumentando o módulo de elasticidade de flexão efetivo da viga e também o seu momento de inércia, o que deveria causar um aumento do Coeficiente de Rigidez,  $EI$ .

Os resultados obtidos estão mostrados nas fig. 3 a 5, as quais mostram a variação do Coeficiente de Rigidez em função do número de camadas e da espessura de material compósito,  $t_c$ . Estes resultados mostram que a variação do Coeficiente de Rigidez,  $EI$ , em função da espessura das camadas de material polimérico reforçado e do número de camadas deste material inseridos nas vigas híbridas é sempre crescente, com uma pequena aceleração na taxa de variação a partir da inserção de 16 camadas. Entretanto, ao se aumentar o número de camadas cresce também o peso da viga, sendo necessário fazer uma comparação usando o Coeficiente de Rigidez Específico, que é o Coeficiente de Rigidez  $EI$  dividido pela densidade do material  $\rho$ . Esta comparação permite avaliar se o aumento da rigidez da viga compensa o aumento de peso, produzido pela inserção de mais camadas, ou camadas mais espessas, de material polimérico reforçado. Esta comparação é feita nas figuras 6 e 7.

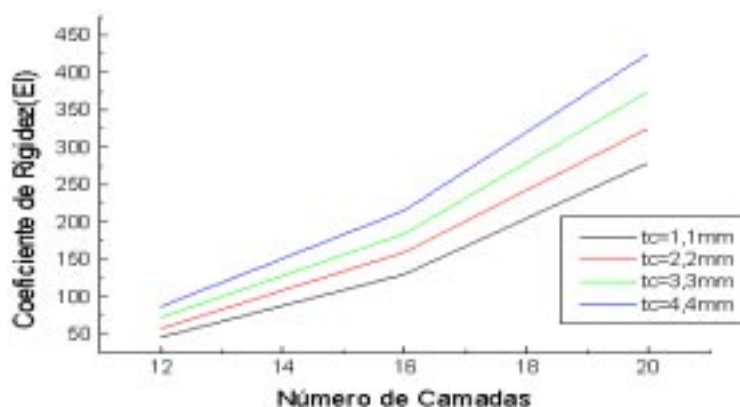


Figura 3: Variação do Coeficiente de Rigidez com o número de camadas para viga híbrida LM/TFV.

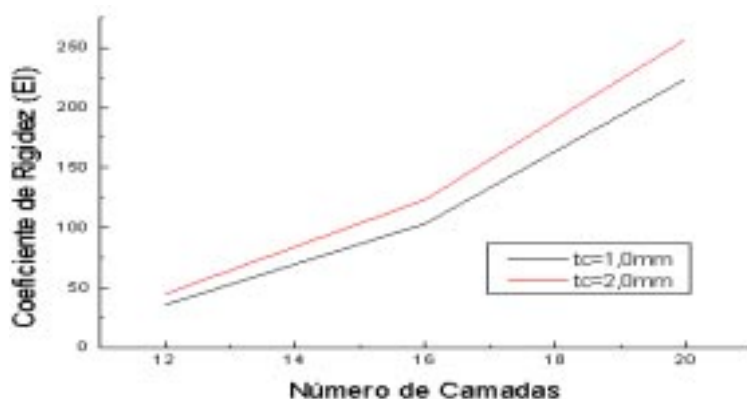


Figura 4: Variação do Coeficiente de Rigidez com o número de camadas para viga híbrida LM/TFA.

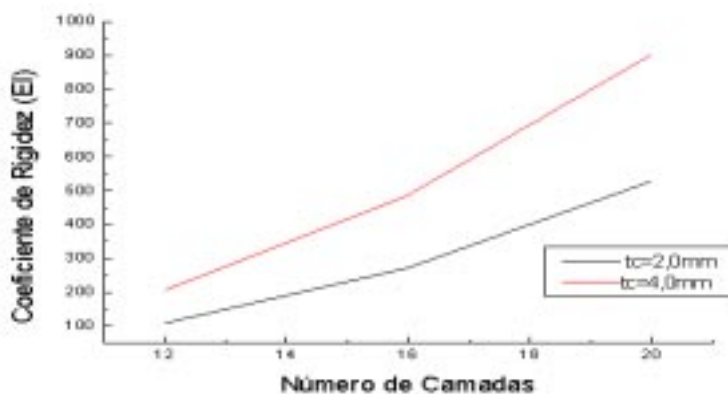
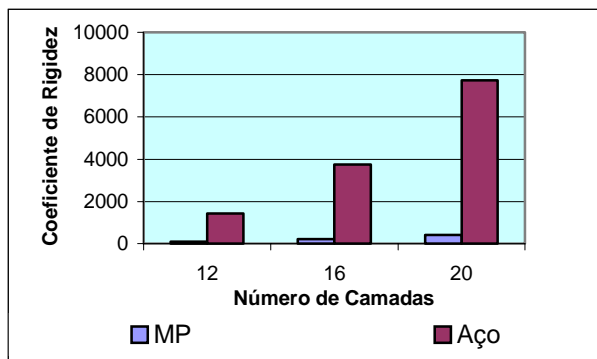


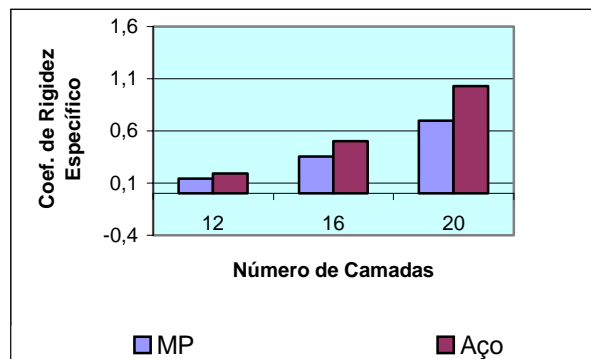
Figura 5: Variação do Coeficiente de Rigidez com o número de camadas componentes da viga híbrida para LM/FC.

Para comparar o comportamento das vigas híbridas levando em consideração o peso, foi calculado, para cada configuração de viga híbrida, o Coeficiente de Rigidez Específico  $EI/\rho$  e comparado com o mesmo parâmetro em vigas de aço geometricamente equivalentes.

Conforme mostram as fig. 6(a) a 8(a), Os resultados obtidos indicam que, em valores absolutos do Coeficiente de Rigidez,  $EI$ , as vigas de aço apresentam um comportamento nitidamente superior às vigas híbridas LM/MPRF, e que nunca as vigas híbridas apresentariam comportamento mecânico comparável às vigas de aço. Entretanto, considerando o coeficiente de rigidez específico  $EI/\rho$ , verifica-se que a vantagem apresentada pelo aço reduz-se de forma considerável em função do menor peso das vigas híbridas, conforme pode-se observar nas fig. 6(b) a 8(b), especialmente no caso da composição LM/FC, ou seja as vigas combinando lâminas de madeira com camadas de polímero reforçado por fibras de carbono contínuas. As vigas de aço se tornam muito pesadas para um comportamento equivalente e aí reside o potencial da viga híbrida para aplicações estruturais, embora o custo de materiais compósitos de melhor qualidade seja bem mais elevado.

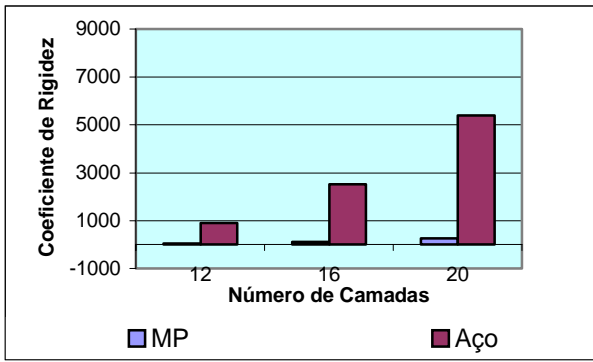


(a)

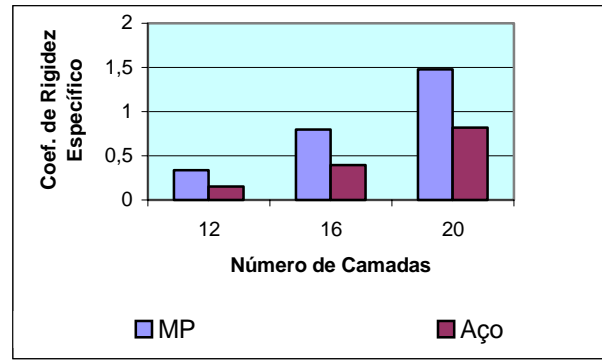


(b)

Figura 6: Comparação entre os Parâmetros de Rigidez – Vigas híbridas LM/TFV –  $t_c = 4,4$  mm) versus vigas de aço.

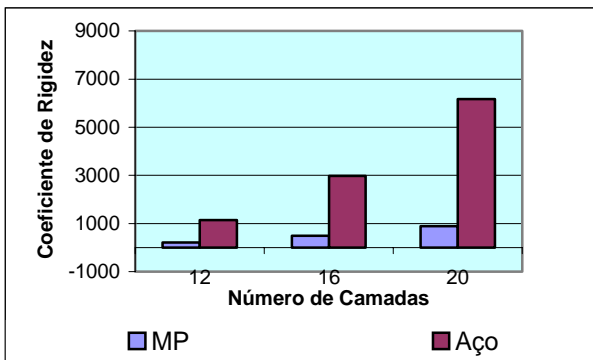


(a)

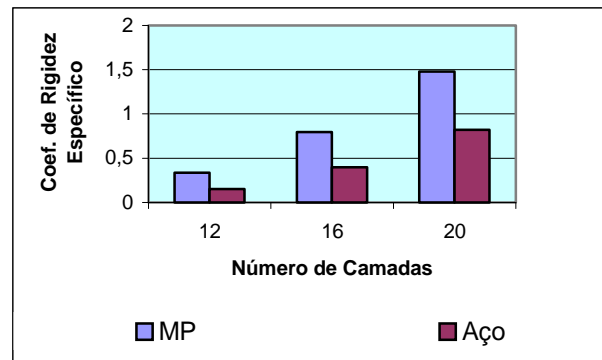


(b)

Figura 7: Comparação entre os Parâmetros de Rigidez – Vigas híbridas LM/TFA –  $t_c = 2$  mm) versus vigas de aço.



(a)



(b)

Figura 8 : Comparação entre os Parâmetros de Rigidez – Vigas híbridas LM/FC –  $t_c = 4$  mm versus vigas de aço.

#### 4. Conclusões

Os resultados obtidos revelam que as vigas de aço apresentam uma rigidez absoluta muito superior àquelas construídas em material híbrido. Entretanto, considerando a rigidez específica, na qual é considerado o fator peso, a vantagem apresentada pelo aço reduz-se a medida que são empregados compósitos de melhor qualidade na confecção da viga híbrida. Vigas híbridas confeccionadas com laminados de fibra de carbono como material de reforço permitem a construção de vigas mais leves para o mesmo coeficiente de resistência. Entretanto o alto custo deste material tende a inviabilizar a utilização desta configuração de viga híbrida como substituta potencial para as vigas de aço.

#### 5. Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pelo financiamento da presente pesquisa, através do Processo 520138/95-3(NV), e ao LPF/IBAMA pelo apoio no desenvolvimento deste trabalho.

#### 6. Referências Bibliográficas

J.C. Balthazar, F. Levy Neto e C.T. Pereira - “Análise Experimental do Comportamento Mecânico de Vigas Laminadas Híbridas Madeira/Plástico Reforçado”, anais do *COBEM 99 - XV Cong. Bras. de Engenharia Mecânica*, Águas de Lindóia - SP, dez. 1999.

Leichti, R. J., Falk, R.H. and Laufenberg, T.L., 1990, Prefabricated Wood Composite I-Beams: A Literature Review, *Wood and Fiber Science*, pp. 62 – 79.

Sun, B.C. and Hawke, R.N., 1996, Flexural Strengths of Performance-Design Wood Fiber Composites, *Journal of Advanced Materials*, april/96, pp. 45 – 50.

Gibson, R. F. 1994, *Principles of Composite Material Mechanics*, McGraw-Hill, Michigan.

## **MECHANICAL BEHAVIOUR OF HYBRID OF WOOD/REINFORCED PLASTIC LAMINATED BEAMS**

**José Carlos Balthazar,**

**Cinthia Thaís de Carvalho Luz Thomazi**

Departamento de Engenharia Mecânica

University of Brasilia, Dept. of Mechanical Engineering

70.910-901 Brasília – DF

[jcb@enm.unb.br](mailto:jcb@enm.unb.br)

**Abstract.** *An analysis of the effect of the introduction of reinforcement material on the stiffness of laminated hybrid beams made of mahogany and different types of FRP in several configurations is presented. The reinforcement laminae was obtained by the introduction of layers of fibre polymer composites, FRP, between the wood layers. The results were compared with the behaviour of equivalent structural steel beams show that adequate configurations of the hybrid material may yield specific stiffness similar, or even superior, to that obtained with structural steel beams.*

**Keywords.** *composites, hybrid composites, beams, specific stiffness.*



# ESTUDO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE AÇOS SEMI PROCESSADOS UTILIZADOS EM ESTADORES E ROTORES DE MOTORES ELÉTRICOS

**Carlos Augusto Silva de Oliveira**

Departamento de Engenharia Mecânica, UFSC;  
CEP: 88049-900,  
Campus Universitário, Trindade,  
Florianópolis,  
Santa Catarina  
[carlosa@emc.ufsc.br](mailto:carlosa@emc.ufsc.br)

**Katia Elisa de Castro**

WEG Indústrias Ltda.  
Sç. de Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento;  
Rua Venâncio da Silva Porto, 399  
CEP 89256-900  
Jaraguá do Sul - SC  
[katiacaastro@weg.com.br](mailto:katiacaastro@weg.com.br)

*Resumo. Chapas finas de aços semi processadas produzidas por processos de laminação a frio são normalmente utilizadas na fabricação de estadores e rotores de motores elétricos. Estas chapas têm uma expressiva influência nas perdas elétricas dos motores bem como no seu rendimento.*

*As chapas de aço após serem estampadas (cortadas) são submetidas ao processo de tratamento térmico de descarbonetação, crescimento de grão e formação da camada de óxido a fim de melhorar as propriedades magnéticas das mesmas.*

*Este trabalho teve por objetivo caracterizar a microestrutura, as propriedades mecânicas, propriedades magnéticas e composição química antes e após o tratamento térmico. Os resultados permitiram relacionar a microestrutura, composição química e propriedades mecânicas antes do tratamento térmico com as propriedades magnéticas e microestrutura após o tratamento térmico.*

*Palavras chave: recozimento, aços semi processados, aços para núcleos de motores elétricos*

## 1. Introdução

Atualmente, os motores elétricos são responsáveis pelo uso de 50% de toda a energia elétrica gerada no mundo e desses 50% a metade é consumida no acionamento elétrico. Somente nos EUA as perdas excedem a 4,5% da energia gerada e custam aos usuários aproximadamente US\$ 7,5 bilhões por ano (Landgraf et all, 1998). Portanto, é crescente a pressão a nível mundial, para se reduzir o consumo de energia e consequentemente melhorar a eficiência dos motores elétricos. Esta necessidade faz com que os fabricantes de motores trabalhem neste sentido, aumentando a competitividade a nível mundial.

Uma das maneiras de melhorar a eficiência do motor de indução é reduzir as perdas magnéticas no ferro e aumentar a sua permeabilidade. Essas perdas dependem das chapas de aço que compõe os pacotes dos rotores e estadores dos motores elétricos. Existem vários fatores que afetam estas propriedades magnéticas, dentre eles estão a composição química e a microestrutura das chapas (associada as variáveis do tratamento de recristalização e descarbonetação).

O tamanho de grão é um fator determinante nas perdas no ferro e permeabilidade. Uma das fontes de perdas por histerese é a nucleação e aniquilamento dos domínios nos contornos de grão. Portanto, as perdas por histerese são altas para grãos pequenos, onde existem mais contornos de grão, e mais baixas para grãos grandes. Contudo, as perdas por correntes parasitas são proporcionais ao quadrado da velocidade das paredes dos domínios. Assumindo que o tamanho dos domínios aumente com o tamanho do grão, estas perdas aumentam com o tamanho de grão. Conseqüentemente, existe um balanço entre ambas (Stephenson et all. 1986).

O movimento das paredes dos domínios tem comportamento semelhante, na maioria dos casos, ao de discordâncias em movimento durante a deformação mecânica. Características microestruturais que dificultam o movimento de discordâncias dificultam também o movimento das paredes de domínio, endurecendo magneticamente o material. Assim, discordâncias, precipitados e contornos de grão, reduzem a mobilidade das paredes de domínio, reduzindo assim a permeabilidade magnética e aumentando a coercividade (Gonçalves et all. 1992).

As chapas de aço para fins elétricos são classificadas em dois tipos: aços de grão não orientado (GNO) e aços de grão orientado (GO). Os aços GO são utilizados principalmente em transformadores. Os aços GNO apresentam isotropia em suas propriedades e são utilizados em motores elétricos (Metals Handbook, 1997; Kumano et all.; 1995).

Os aços de grãos não orientados podem ser classificados em três tipos, conforme segue (Landgraf et all, 1998):

- ☞ Aços Totalmente Processados
- ☞ Aços Semi-Processados
- ☞ Aços Não Processados (ABNT 1006)

Nos motores elétricos as chapas são selecionadas conforme seus custos e as necessidades de propriedades magnéticas, sendo posteriormente estampadas (operação de corte e furação) e recozidas para serem utilizadas como pacotes no rotor e estator.

Os aços semi-processados são aços de baixo carbono ao silício, geralmente acalmados ao alumínio, onde as propriedades magnéticas devem ser desenvolvidas através de um tratamento térmico de recozimento. Na laminação, durante o passe de encruamento, estes aços são deformados em aproximadamente 8% para se ter um grande crescimento de grão no recozimento (Castro, 2000). O crescimento de grão pode ser definido como um processo que envolve a migração dos contornos de grão quando a força motriz para esta migração é a redução de área de contorno de grão (Doherty et al 1997).

Este trabalho teve por objetivos caracterizar o estado inicial do processo de fabricação de estatores, ou seja: a matéria prima (aço semi processado), o processo de estampagem e de recozimento.

Com relação aos aspectos industriais e aos benefícios que este trabalho poderá apresentar para a WEG tem-se:

Relacionar a microestrutura do material e as propriedades mecânicas com as propriedades magnéticas antes e após o tratamento térmico para auxiliar na especificação dos aços utilizados, possibilitando a WEG a ter uma matéria prima mais adequada ao processamento e a produzir motores de maior eficiência.

Estabelecer metodologia de caracterização do processo que servirá de base para futuros desenvolvimentos na fabricação de rotores e estatores.

## 2. Procedimento experimental

Foram realizadas dez baterias de ensaios em chapas de aço semi processado. Nestas amostras avaliou-se a composição química, microestrutura e propriedades mecânicas (ensaio de tração e microdureza) e magnéticas (perdas elétricas e permeabilidade) antes e após o recozimento.

As amostras foram retiradas de bobinas de aço, cortadas em tiras e, posteriormente nos tamanhos adequados para cada ensaio, em uma prensa.

Para os ensaios de permeabilidade e perdas magnéticas foram confeccionadas para cada amostra 15 tiras com dimensões de 280x25mm no sentido transversal de laminação e mais 15 tiras no sentido longitudinal de laminação. Para os ensaios de tração foram confeccionados 10 corpos de prova, também nos dois sentidos para cada amostra sendo que 5 foram recozidos antes do ensaio.

As amostras foram submetidas ao ciclo completo de tratamento térmico de recozimento utilizado industrialmente. Nas amostras destinadas a medir as propriedades elétricas, os ensaios foram realizados nos mesmos corpos de prova antes e após o tratamento térmico, pois os mesmos não são destrutivos.

O ciclo completo de tratamento térmico é mostrado na tabela abaixo:

Tabela 1: Etapas do tratamento térmico

	Ponto de Orvalho (°C)	Temperatura do forno (°C)	Tempo (min)
Entrada	-	Ambiente	24
Aquecimento/descarb.	23	760	312
Resfriamento Lento	-	540	168
Azulamento (oxidação)	75	540	72
Resfriamento Rápido	-	350	72
Saída	-	350	24
Resfriamento final	-	Ambiente	240
Total	-		912 = 15.2 h

Na análise da composição química foi utilizada espectrometria de plasma para P, Si, Mn, Al, Cr e Ni e os teores dos elementos C e S foram determinados pela técnica de combustão em forno de indução.

Foi utilizada microscopia ótica e eletrônica de varredura para a observação da microestrutura das amostras previamente polidas e atacadas com nital 2%. O tamanho de grão foi medido pelo método do intercepto linear médio.

O ensaio de tração foi realizado segundo a norma ASTM A 370/97 e a base de medida foi de 50 mm. A medição da microdureza Vickers foi realizada em amostras embutidas em resina acrílica com carga de 500 gramas. Em cada amostra foram realizadas cinco leituras em pontos diferentes da seção transversal da chapa.

Foi utilizado o quadro de Epstein para determinação da curva de permeabilidade magnética e das perdas magnéticas com induções de 1,0 T e 1,5 T em frequências de 50 e 60 Hz.

## 3. Resultados e Discussão

As tabelas 2 e 3 mostram a composição química e o tamanho de grão ferrítico antes e após o tratamento térmico de recozimento, respectivamente. Pode-se observar que com exceção do carbono que teve o teor reduzido após o tratamento térmico os teores dos outros elementos químicos praticamente não variaram. A descarbonetação após o

recozimento é importante devido ao carbono aumentar as perdas por histerese e concentrações superiores a 0,005% podem causar envelhecimento magnético (Landgraf et al., 1998). A análise do teor de carbono apresentada, mostra a concentração média, porém, podem ocorrer diferenças do teor de carbono conforme o local da tira (superfície ou meio da seção da chapa) (Gonçalves et al., 1992).

Tabela 2: Composição química e tamanho de grão antes do tratamento térmico

AMOSTRAS	PARÂMETROS						
	C	S	P	Si	Mn	Al	T. de Grão (mm)
1	0,0069	0,014	0,02	1,36	0,33	0,060	0,028
2	0,012	0,011	0,019	1,19	0,31	0,049	0,018
3	0,008	0,014	0,029	1,16	0,37	0,032	0,014
4	0,010	0,016	0,022	1,10	0,32	0,029	0,016
5	0,008	0,01	0,004	1,22	0,30	0,038	0,017
6	0,009	0,012	0,013	1,13	0,40	0,030	0,013
7	0,008	0,013	0,021	1,17	0,28	0,026	0,016
8	0,015	0,017	0,021	1,00	0,29	0,035	0,015
9	0,011	0,012	0,016	1,13	0,24	0,031	0,014
10	0,008	0,009	0,021	1,02	0,34	0,029	0,019

A figura 1 mostra uma microestrutura típica das amostras como laminadas, no caso, amostra 2. Não foram identificadas grandes heterogeneidades nas microestruturas das amostras antes do tratamento térmico. Após o tratamento térmico as amostras tiveram um crescimento de grão acentuado e bem homogêneo. Este fenômeno pode ser atribuído ao encruamento elevado que as chapas de aço semi-processadas recebem (aproximadamente 8%) quando comparadas com as chapas de aço ABNT 1006 e ao baixo teor de carbono inicial. A maior deformação inicial acelera o processo de crescimento de grão e o baixo teor de carbono não ancora os contornos de grão, permitindo o seu crescimento mais acelerado (Ashbrook et al., 1985). A figura 2 mostra microestruturas típicas das amostras após recozimento, no caso amostra 1 e 3.

TABELA 3: Composição química e tamanho de grão após tratamento térmico

AMOSTRAS	PARÂMETROS						
	C	S	P	Si	Mn	Al	T. de Grão (mm)
1	0,0033	0,014	0,023	1,40	0,32	0,064	0,190
2	0,0053	0,015	0,018	1,09	0,30	0,044	0,200
3	0,0065	0,014	0,023	1,12	0,38	0,027	0,179
4	0,0038	0,016	0,021	1,09	0,30	0,027	0,315
5	0,003	0,010	0,018	1,26	0,31	0,041	0,295
6	0,005	0,013	0,026	1,14	0,41	0,034	0,285
7	0,0044	0,011	0,020	1,02	0,26	0,027	0,236
8	0,006	0,017	0,017	0,99	0,28	0,034	0,189
9	0,006	0,012	0,015	1,10	0,23	0,028	0,236
10	0,006	0,009	0,020	0,96	0,34	0,031	0,165

A figura 3 mostra a variação das perdas elétricas a 1,5 tesla, 50 e 60 Hz, das amostras antes e após o tratamento térmico, representadas na figura pela denominação 1550 e 1560, respectivamente. Pode-se observar que estas amostras apresentam baixas perdas se comparadas aos aços ABNT 1006 que estão acima de 7,4 e 8,1 W/Kg para 1,5 tesla, 50 e 60 Hz, respectivamente (Castro, 2000). Este fato deve-se a homogeneidade da microestrutura, ao grande tamanho de grão e aos elevados teores de Si+Al (Honda et al., 1990).

A figura 4 mostra a variação da permeabilidade a 1,5 tesla antes e após o tratamento térmico. Os valores de permeabilidade medidos nestas amostras são inferiores aos normalmente encontrados nos aços ABNT 1006 (Castro, 2000). Apesar destas amostras de aço semi processado apresentarem um tamanho de grão elevado os altos teores de silício tem efeito negativo na indução de saturação e conseqüentemente diminuem a permeabilidade (Lyudkovsky et al. 1986).

As figuras 5 e 6 mostram o comportamento das amostras com relação ao limite de resistência e de escoamento antes e após o tratamento térmico, nos sentidos longitudinal e transversal de laminação. Verifica-se pequena variação nos resultados das amostras após o tratamento térmico, pois as microestruturas das amostras são homogêneas com tamanho de grão aproximadamente iguais. Há uma queda acentuada dos valores dos limites de resistência e de escoamento das amostras após tratamento térmico devido a eliminação do encruamento (cerca de 8%), do crescimento de grão e da descarbonetação durante o processamento.

A figura 7 mostra a variação da dureza nas amostras antes e após o tratamento térmico. Pode-se observar o mesmo comportamento observado para o limite de resistência, onde a estrutura recristalizada, os grãos grosseiros e a

descarbonetação reduziram a dureza após tratamento térmico. As amostras também apresentaram uma certa variação na dureza após tratamento térmico.

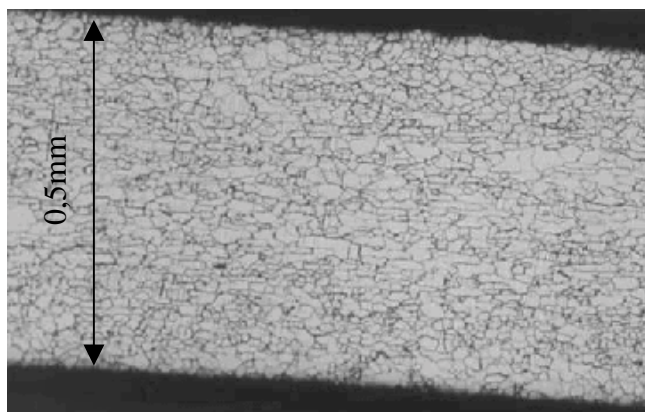


Figura 1: Amostra nº 2 - Aço semi-processado antes do tratamento térmico

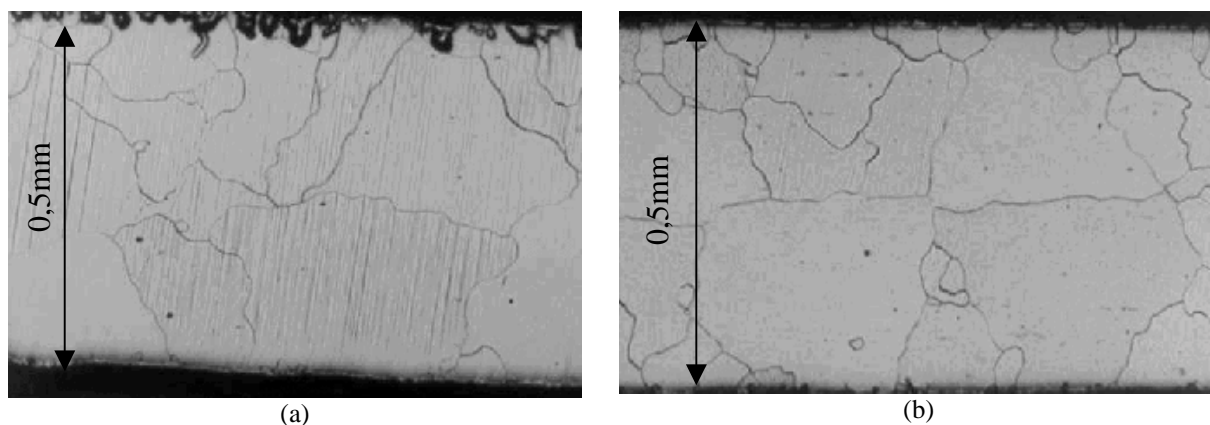


Figura 2- Aço semi-processado após tratamento térmico; a) amostra 1 e b) amostra 3.

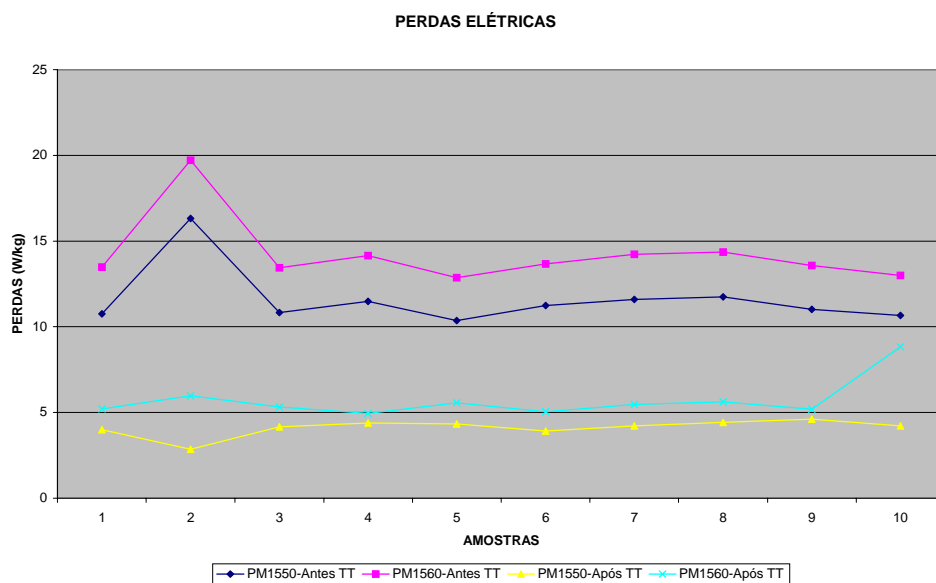


Figura 3: Perdas elétricas antes e após tratamento térmico

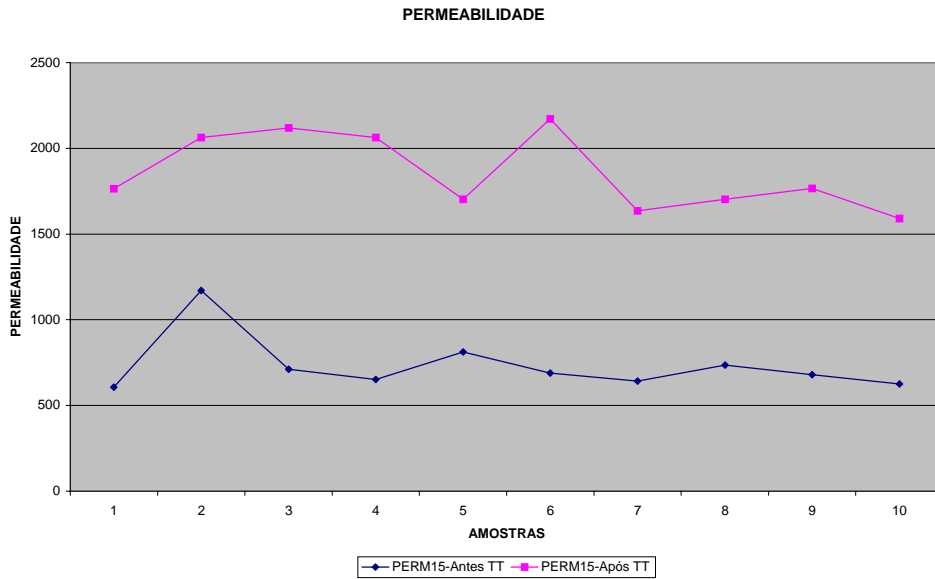


Figura 4: Permeabilidade antes e após tratamento térmico

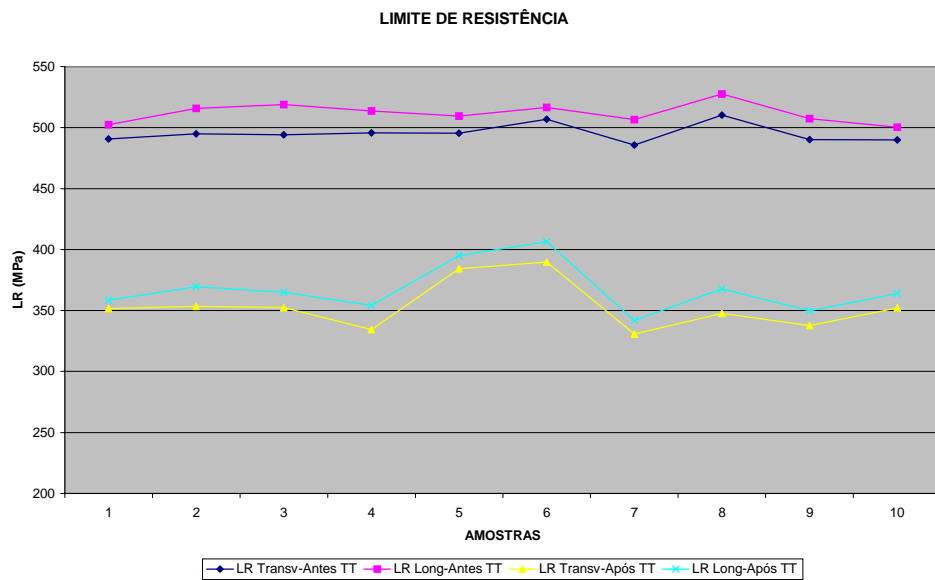


Figura 5: Limite de resistência antes e após tratamento térmico

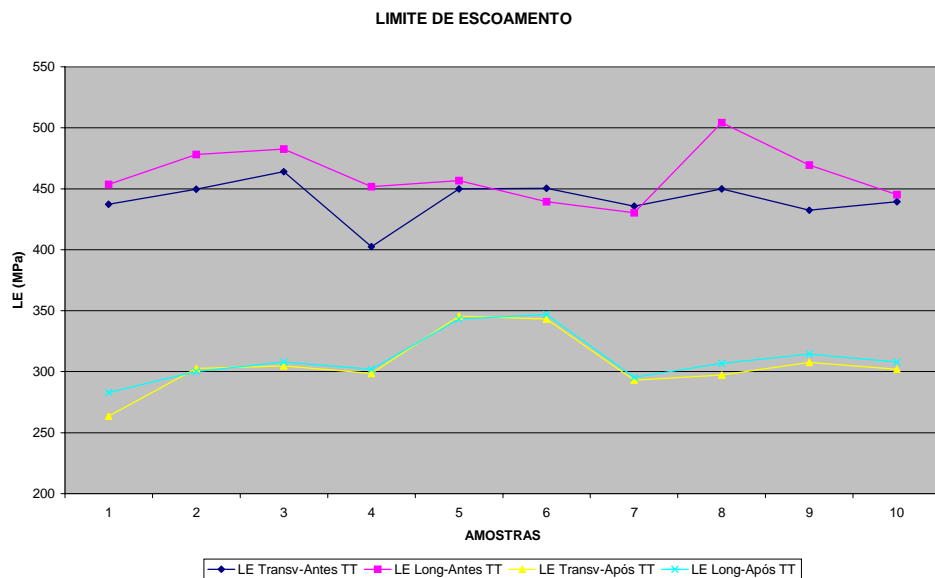


Figura 6: Limite de escoamento antes e após tratamento térmico.

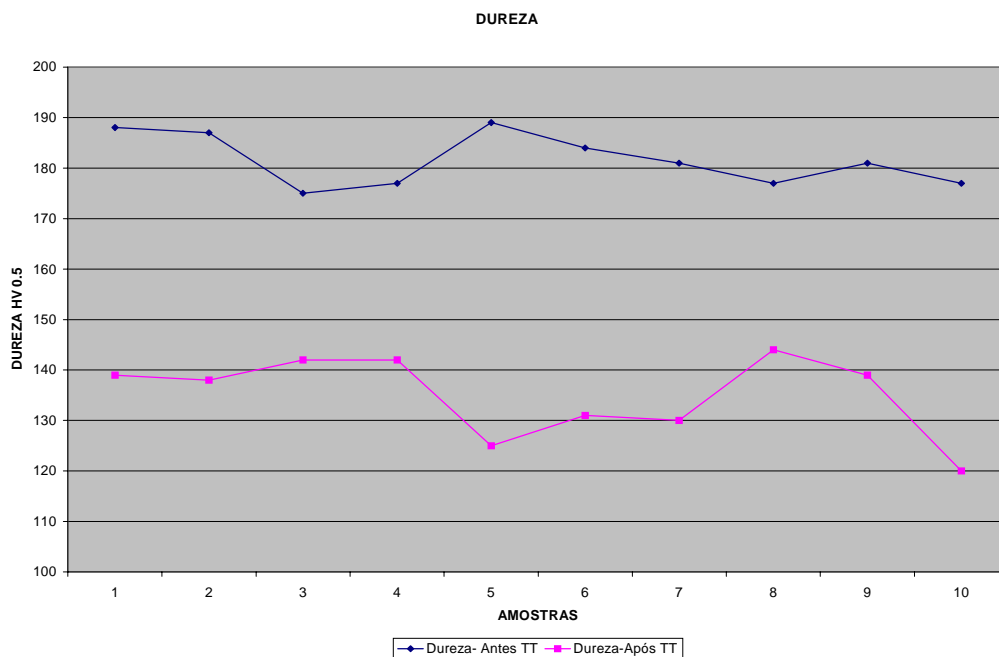


Figura 7: Dureza antes e após tratamento térmico

A figura 8 mostra a variação das perdas elétricas, após o tratamento térmico, com o tamanho de grão. Verifica-se a tendência de quanto maior o tamanho de grão, nesta faixa estudada, menores as perdas elétricas. Conforme Lyudkowky et al., (1984) o mínimo de perdas em aços semi-processados ocorre com tamanho de grão de aproximadamente 200  $\sigma$ m, pois as perdas por histerese, que são dominantes em relação as perdas por correntes parasitas, são baixas para tamanhos de grão grandes.

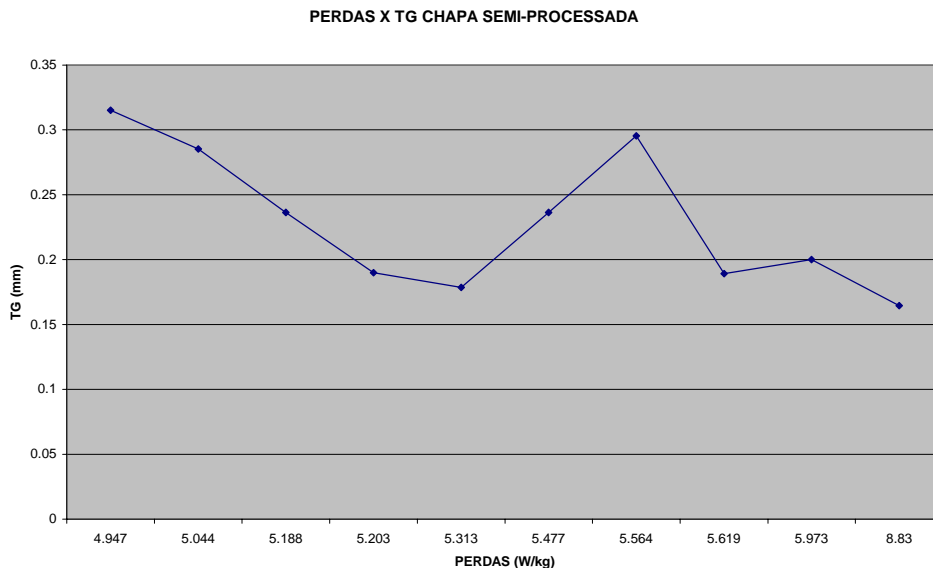


Figura 8: Variação das perdas elétricas com o tamanho de grão

#### 4. Conclusões

A descarbonetação ocorrida no recozimento é importante para reduzir as perdas por histerese e a possibilidade de envelhecimento magnético.

Após o tratamento térmico as amostras tiveram um crescimento de grão acentuado e bem homogêneo. Este fenômeno foi atribuído ao encruamento elevado que as chapas de aço semi-processadas recebem (aproximadamente 8%) quando comparadas com as chapas de aço ABNT 1006 e ao baixo teor de carbono inicial. A maior deformação

inicial acelerou o processo de crescimento de grão e o baixo teor de carbono não ancorou os contornos de grão, permitido o seu rápido crescimento.

As amostras do aço semi processado apresentaram baixas perdas elétricas a 1,5 tesla, 50 e 60 Hz, após o tratamento térmico. Este fato deve-se a homogeneidade da microestrutura, ao grande tamanho de grão e aos elevados teores de Si+Al. A permeabilidade magnética, entretanto foi baixa apesar destas amostras apresentarem um tamanho de grão elevado. Os altos teores de silício têm efeito negativo na indução de saturação e conseqüentemente diminuem a permeabilidade.

O limite de resistência e de escoamento e a dureza após o tratamento térmico apresentaram pequenas variações, pois as microestruturas das amostras são homogêneas com tamanho de grão aproximadamente iguais.

A análise das microestruturas e das propriedades mecânicas e magnéticas das chapas de aço durante o processo permitiu uma avaliação do comportamento do processo e de sua repetibilidade. Estes resultados podem servir de base para os futuros desenvolvimentos tecnológicos.

## 5. Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer a WEG Industrias Ltda pelos recursos financeiros e humanos para a realização deste trabalho.

## 6. Referências

- Ashbrook, R. W. and Marder, A. R., 1985, "The Effect of Initial Carbide Morphology on Abnormal Grain Growth in Decarburized Low Carbon Steel", Metallurgical Transactions A, Vol. 16 A, pp. 897-906.
- Castro, K.E., 2000, "Influência da Microestrutura e Composição Química nas Propriedades Mecânicas e Magnéticas de Chapas de Aço Utilizadas para Fins Elétricos"; Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, UFSC, Florianópolis, Brasil.
- Doherty, R.D.; Hughes, D.A.; Humphreys, F.J.; Jonas, J.J., Jensen, D.J.; Kassner, M.E.; King, W.E.; McNelley, T.R.; McQueen, H.J. and Rollett, A.D., 1997, "Current Issues in Recrystallization: a Review" Materials Science and Engineering, Vol. A238, pp. 219-274.
- Honda, A., Fukuda, B., Ohya, I. and Mine, Y., 1990, "Effects of Magnetic Properties of Nonoriented Electrical Steel Sheets on Motor Efficiency", Journal of Materials Engineering, Vol. 12, No 1, pp. 41-45.
- Landgraf, F.; Rodrigues, D. and Teixeira, J.C., 1998, "Curso do IPT de Aços Elétricos", São Paulo, Brasil.
- Lyudkovsky, G. and Rastogi, P. K., 1984, "Response of a Non-oriented 2.0 wt% Silicon Steel to Processing Variables", IEEE Trans. Magnetic, pp. 1539-1541.
- Lyudkovsky, G., Rastogi, P. K. and Baia, M., 1986, "Effect of Composition on the Magnetic Properties of Nonoriented Electrical Steels", Journal of Metals, pp. 19-26.
- Gonçalves, M.; Rodrigues, D. and Concílio, G., 1992, "Efeito da Recristalização sobre as Propriedades Magnéticas de Aço Baixo Carbono", IPT, Publicação 2108.
- Kumano, T., Kubota, T. and Takahashi, N., 1995, "Texture of Primary Recrystallization on Nonoriented Electrical Steel Sheet with Phase Transformation", ASM, Vol. 4, No.4, pp. 401-412.
- Metals Handbook, 1997, American Society for Metals, Desk Edition.
- Stephenson, E.T. and Marder, A.R., 1986, "The Effects of Grain Size on the Core Loss and Permeability of Motor Lamination Steel", IEEE, Vol. MAG-22, No 2, pp.101-106.

## THE STUDY OF HEAT TREATMENT OF A SEMI PROCESSED STEEL FOR LAMINATION CORES OF ELECTRICAL MOTORS

**Carlos Augusto Silva de Oliveira**

Departamento de Engenharia Mecânica, UFSC;  
CEP: 88049-900, Campus Universitário, Trindade,  
Florianópolis, Santa Catarina.  
[carlosa@emc.ufsc.br](mailto:carlosa@emc.ufsc.br)

**Katia Elisa de Castro**

WEG Industrias Ltda.  
Sç. de Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento;  
Rua Venâncio da Silva Porto, 399  
CEP 89256-900  
Jaraguá do Sul - SC  
[katiacastro@weg.com.br](mailto:katiacastro@weg.com.br)

**Abstract.** *Core sheets of electrical motors are usually made by cold rolling of semi-processed steel. These sheets have a strong influence in core loss and efficiency of the induction motors. These sheets, after punching, were heat treated to achieve decarburization, grain growth and surface oxidation in order to improve their magnetic properties. This work aimed at the analysis of the microstructure, mechanical properties, magnetic properties and chemical composition before and after heat treatment. The results allowed making a relationship between microstructure, chemical composition and mechanical properties before heat treatment with magnetic properties and microstructure after heat treatment.*

**Keywords.** *annealing, semi processed steel, cores of electrical motors*



## CARACTERIZAÇÃO DE FIBRAS DE SISAL DA REGIÃO NORDESTE DO BRASIL

### **Sandro C. Amico**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Mecânica, Caixa Postal 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, amico@demec.ufpr.br

### **Thais H. S. Costa**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Mecânica, Caixa Postal 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, thais@demec.ufpr.br

### **Luiz C. Carrera**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Química, Caixa Postal 19081, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, carrera@quimica.ufpr.br

### **Wellington Santana**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Mecânica, Caixa Postal 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, wsantana@demec.ufpr.br

### **Deyvid A. Galvão**

Universidade Federal do Paraná, Engenharia Industrial Madeireira, Caixa Postal 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, dgalv@globo.com

**Resumo.** *O sisal é uma importante fibra vegetal nacional utilizada principalmente em cordoaria e artesanato. A facilidade de cultivo aliada ao baixo custo e boas propriedades mecânicas específicas tornam o sisal um material potencialmente interessante para a utilização como reforço de compósitos poliméricos. No entanto, a heterogeneidade das fibras vegetais exige uma caracterização mais criteriosa considerando que a repetibilidade do desempenho dos compósito é um fator crítico e que diferentes processos de moldagem podem ser utilizados para os compósitos preparados com estas fibras. O objetivo principal deste trabalho é a caracterização do sisal em relação ao seu desempenho mecânico para um maior aproveitamento do seu potencial de reforço em compósitos poliméricos. Neste trabalho é realizada a caracterização do sisal quanto ao teor médio de umidade e à densidade das fibras, além da resistência à tração das fibras e do fio. O diâmetro das fibras de sisal varia consideravelmente, o que exerce influência significativa nos valores encontrados para as propriedades mecânicas em tração. A utilização do valor real do diâmetro das fibras em vez de um valor médio nos cálculos de resistência à tração (309,9 MPa) e deformação específica (3,5%) reduz drasticamente o desvio padrão das medidas.*

**Palavras chave:** *Fibras de sisal, caracterização, propriedades mecânicas, compósitos.*

### **1. Introdução**

Além de condições climáticas extremamente favoráveis à agricultura, solos férteis e abundantes, o Brasil deve aproveitar a oportunidade de promover o desenvolvimento econômico e social auto-sustentado através do incentivo a projetos cuja matéria-prima utilize produtos de origem vegetal, agregando valor a esses produtos. É preciso considerar também o custo ambiental da disposição final de produtos convencionais quando comparados a materiais que utilizam fibras vegetais como um de seus componentes e pesar os benefícios sociais que o uso desses materiais acarretam. O desenvolvimento auto-sustentado, relacionado ao equilíbrio dos ciclos biológicos, tem como principal preocupação não retirar da natureza mais do que ela seja capaz de produzir, o que aponta à produção agrícola, ao extrativismo não predatório e a projetos que contemplem preferencialmente a reutilização e/ou a reciclagem de plásticos.

No Brasil, algumas iniciativas pioneiras têm incentivado a utilização de fibras vegetais, principalmente na indústria automobilística e na de utilidades domésticas embora a construção civil seja um setor com enorme potencial para a difusão desses compósitos. Devido ao interesse em economizar combustível, produzir peças com projetos complexos e consolidar partes, a indústria automobilística tem sido inovadora em termos de substituição de materiais tradicionais como o aço por polímeros. Atualmente, a indústria automobilística vem utilizando matérias-primas de origem vegetal (fibra de coco, sisal, juta, rami) apenas em componentes sem função estrutural (tetos, feltros acústicos, porta-pacotes, isoladores frontais, caixas de rodas, laterais de portas, estofamentos e isoladores de capô). Devido às boas propriedades mecânicas específicas apresentadas pelas fibras vegetais, investimentos em Pesquisa e Desenvolvimento devem levar à utilização de plásticos reforçados com fibras vegetais em substituição ao aço na produção de pára-lama, saias e outros componentes com função estrutural. O crescente número de novas indústrias dos setores automobilístico e de polímeros instaladas no Paraná gera a

necessidade por profissionais que possam contribuir para o desenvolvimento desses setores com absorção de mão de obra local. Muitas empresas da região são grandes fornecedoras de peças para as várias montadoras de automóveis de Curitiba e para as indústrias de utilidades domésticas, o que ressalta a necessidade do desenvolvimento tecnológico de novos materiais.

O sisal é uma importante fibra nacional usada principalmente em cordoaria e artesanato mas que pode ter seu valor agregado multiplicado se utilizado como reforço de compósitos poliméricos. O sisal é uma fibra ligno-celulósica leve e atóxica, que apresenta alto módulo e resistência específica, custa aproximadamente dez vezes menos que a fibra de vidro e, ao contrário desta fibra inorgânica, causa menos danos por abrasão aos equipamentos e moldes. Entre outras vantagens do sisal podemos apontar a facilidade de modificação superficial, característica das fibras vegetais, sua abundância no Brasil, facilidade de cultivo, o fato de ser um material biodegradável que provem de fonte renovável e apresentar boas propriedades como isolante térmico e acústico. A microestrutura helicoidal ôca do sisal é responsável por um mecanismo de falha diferenciado de outras fibras vegetais sendo que os compósitos reforçados por sisal apresentam trabalho de fratura similar ao de compósitos de polietileno de altíssimo peso molecular reforçado por fibras de vidro (Joseph et al, 1999, Bisanda and Ansell, 1992, Bai et al, 1999, Bai et al, 1998). A versatilidade das fibras de sisal que se adequam aos diferentes processos de conformação de compósitos tais como enrolamento de filamentos, laminação, moldagem por transferência de resina (RTM), extrusão, injeção etc torna esse material potencialmente importante no desenvolvimento de novos compósitos.

O sisal, que é uma fibra extraída de folhas, apresenta estabilidade térmica limitada já que as fibras vegetais são suscetíveis ao desenvolvimento de reações de degradação se expostas a altas temperaturas embora sejam menos danificadas que as fibras de carbono ou de vidro durante os processos de mistura vigorosos. Além disso, já que o teor de lignina e de celulose varia com a idade da planta entre outros fatores, as fibras podem apresentar diferentes propriedades e diâmetro variável até em um mesmo lote. Dependendo do tipo de extração (mecânica ou química) o sisal pode apresentar diferentes características e é suscetível ao ataque microbiológico se não protegido por aditivos. A rápida absorção e desorção de água e a biodegradabilidade do sisal podem representar características vantajosas na produção de compósitos poliméricos (Selzer, 1995, Chand and Joshi, 1994, Costa and Dálmeida, 1999). Assim, um estudo exaustivo da preparação de compósitos reforçados com sisal através de diferentes técnicas de moldagem é essencial para a exploração otimizada da fibra. É objetivo deste trabalho a caracterização do sisal, principalmente em relação ao seu desempenho mecânico, para um maior aproveitamento do seu potencial de reforço em compósitos poliméricos. Assim, neste trabalho é feita a determinação criteriosa de diâmetros de fibra, teor de umidade e densidade, parâmetros que afetam a caracterização em ensaios de tração e a composição real dos compósitos.

## 2. Materiais e Métodos

As fibras de sisal foram recebidas na forma de fios, que foram cortados em comprimento adequado à realização dos testes e utilizados sem nenhum tratamento prévio. A densidade linear das fibras foi determinada segundo a norma ASTM D4268. O sisal foi caracterizado por microscopia ótica em um microscópio Leitz equipado com uma câmera digital e por microscopia eletrônica de varredura em um microscópio Phillips modelo SEM505. Ensaios de tração foram conduzidos em uma máquina Universal de Ensaios Emic modelo DL 10.000 segundo as normas ASTM 2256 com a utilização de garras especialmente desenvolvidas para este trabalho (Fig. (1)). A velocidade de ensaio sugerida pela norma foi estipulada pelo controle do tempo ( $20 \pm 3s$ ) para que se atingisse a ruptura das fibras. Para o fio de sisal a velocidade utilizada foi de 45 mm/min. O comprimento da amostra foi na maior parte dos ensaios mantido na faixa de 250 mm e uma pré-tensão de aproximadamente 0,5 kgf foi aplicada à amostra após sua fixação na garra para reduzir deslizamentos durante os testes. Esta norma descreve também a resistência do nó (tipo "U") no fio de sisal que também foi avaliada. Foram realizados ensaios de tração com o fio de sisal no qual a torção das fibras foi removida manualmente após a fixação na garra superior e também testes com 1 e 10 fibras de sisal isoladas. Todos os testes foram realizados em temperatura ambiente. Sempre que um corpo de prova deslizou nas garras, houve quebra nas extremidades próximas à garra ou na garra, o ensaio foi repetido.

O teor de umidade ( $C$ ) das fibras de sisal (ASTM D2654) foi estimada através da equação  $C = 100(A - D)/A$ , onde  $A$  é a massa de material antes da secagem e  $D$  é a massa de material após a secagem. Em um cadinho previamente pesado, a amostra foi colocada na estufa com temperatura estabilizada em  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  até que o peso entre pesagens sucessivas, separadas por um intervalo de secagem de 2 horas  $\pm$  5 minutos, fossem de no máximo 0,01%. A balança e o termômetro utilizados permitiram uma exatidão de 0,0001 g e  $1^\circ\text{C}$ , respectivamente, e em cada teste foi utilizada 10 g de fibras cortadas de comprimento de 1,5 cm. A largura de fibras individuais de sisal foi determinada por microscopia ótica (aumento de 20 vezes).

O peso específico das fibras de sisal (NBR 11936) foi determinado com a utilização de um picnômetro. O teste foi conduzido em temperatura ambiente. Também foi realizado o teste de gradiente de densidades (NBR 11931). Este método utiliza dois líquidos miscíveis de densidade inferior e superior à densidade da amostra em estudo, no caso, 1,00 a  $1,41 \text{ g/cm}^3$ . Este teste foi realizado utilizando-se uma solução saturada de NaBr. As fibras foram colocadas em um bécher e um volume controlado de uma solução de NaBr foi adicionado. Água destilada foi então adicionada à solução até que a densidade da mistura fosse equivalente à densidade das fibras que neste ponto ficavam suspensas na solução. A densidade

da solução, por sua vez, pôde ser encontrada pela proporção de volumes dos líquidos adicionados ou ainda por pesagem de um volume conhecido da solução.

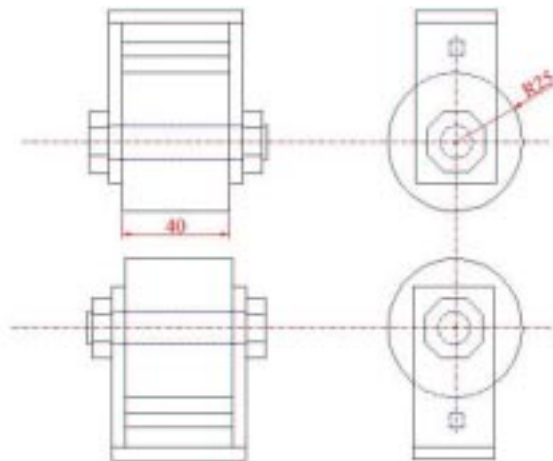


Figura 1. Representação esquemática das garras utilizadas nos ensaios de fios de sisal

### 3. Resultados

Em uma primeira análise visual dos fios foi evidente uma heterogeneidade de diâmetros em função da variação de largura de cada fibra ou principalmente do diferente número de fibras no fio (170 a 260). Foram encontradas impurezas inseridas nos fios tais como restos de matéria vegetal e outros contaminantes e estas apresentaram uma alta variabilidade de larguras (0,08 a 0,41 mm). Foi observado que para uma mesma fibra, pontos distantes não mais que 80 mm mostraram valores de diâmetros na faixa de 0,20 a 0,40 mm. O diâmetro médio foi estimado a partir da medida dos diâmetros de 25 fibras de 100 mm cada, medidas nas extremidades e no centro. A média das 75 medidas foi de 0,21 mm que inclui-se na faixa de valores (0,10 a 0,30 mm) encontrados na literatura (Padmavathi and Naidu, 1998, Mukherjee and Satyanarayana, 1984 e Chand and Rohatgi, 1986).

A Fig (2) mostra uma micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras de sisal como recebida, ou seja, contendo aditivos como antiroedores, antifungos, amaciantes, estabilizantes e corantes. A Fig. (3) apresenta a foto desta amostra após lavagem com água destilada, procedimento que será utilizado na etapa anterior ao do tratamento químico do sisal e essencial para o desenvolvimento de uma melhor adesão fibra/matriz no compósito a ser posteriormente preparado. Pode ser observado que a lavagem com água removeu grande parte das impurezas superficiais da fibra, o que deve ser suficiente para garantir uma pureza satisfatória para a etapa do tratamento químico. A Fig. (4) mostra a foto da seção transversal de uma fibra de sisal, podendo ser observado o seu formato irregular, embora seja geralmente considerada circular para facilitar o seu estudo.

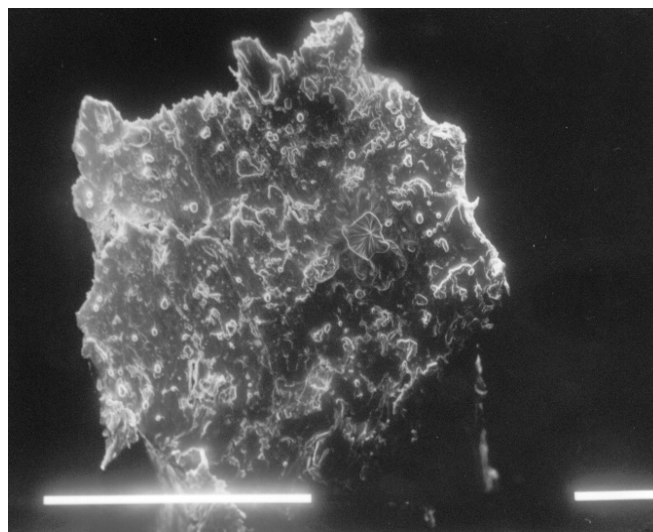


Figura 2. Micrografia de MEV de seção transversal de uma amostra de sisal (x 476)

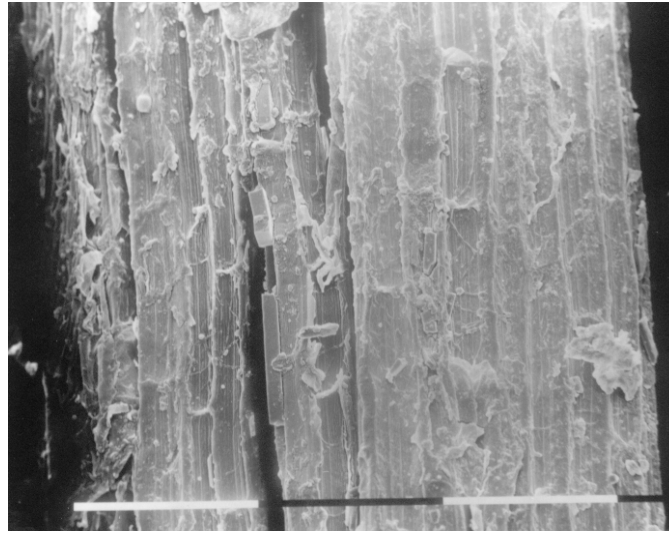


Figura 3. Micrografia de MEV de amostra de sisal lavado (x 309)

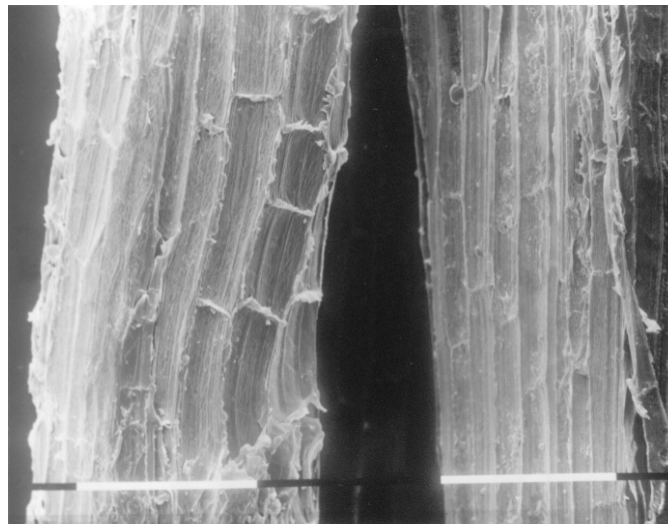


Figura 4. Micrografia de MEV de amostra de sisal como recebido (x 309)

O teor de umidade das fibras variou na faixa de 11,1 a 11,6%, valor encontrado na literatura (Chand and Hashmi, 1993). Repetiu-se o ensaio para uma massa de fibras de 0,5 g e o resultado obtido também se situou neste intervalo de umidade. Para estes ensaios, dois períodos de 2 horas foram necessários para que se alcançasse um teor de umidade constante no intervalo proposto. Este resultado é interessante para se avaliar o tempo de secagem mínimo necessário para a utilização do sisal na etapa de preparação dos compósitos.

O fio usado nos testes apresentou uma densidade linear de 200 m/kg, ou 5.000 tex. Os testes de densidade foram conduzidos em amostras distintas e os valores variaram na faixa de 1,21 a 1,30 g/cm<sup>3</sup> com um valor médio de 1,26 g/cm<sup>3</sup>. Para que se confirmasse esse resultado que é importante na utilização do sisal na produção dos compósitos, utilizou-se também o método do gradiente de densidade. Este teste confirmou o valor de 1,26g/cm<sup>3</sup> como o valor médio para a densidade das fibras.

### 3.1. Caracterização Mecânica do Sisal

Os resultados de tração apresentados nas tabelas referem-se à média de no mínimo dez ensaios para cada configuração de teste. Os testes dos fios de sisal com e sem nó tiveram como objetivo comparar os valores fornecidos pelo fabricante. Convém ressaltar que não faz parte do escopo deste trabalho investigar os mecanismos de esforços combinados existentes em um ensaio de tração em fios, e portanto uma análise simplificada foi adotada na discussão a seguir.

A Fig. (5) apresenta uma curva força-deformação típica obtida na tração de um fio de sisal conforme recebido do fornecedor. A Tab. (1) mostra os valores obtidos nesses testes onde foi utilizado para o cálculo da tensão um diâmetro médio de uma fibra de sisal de 0,21 mm e um número médio de 200 fibras por fio. Pode ser observado no gráfico da Fig. (5): (a) Deformação não elástica na porção inicial do gráfico decorrente da deformação da estrutura não-rígida da torção inicialmente presente no fio (15 voltas/pé) e conseqüente aumento no valor da deformação específica; (b) Falha catastrófica do fio após uma região de deformação elástica.

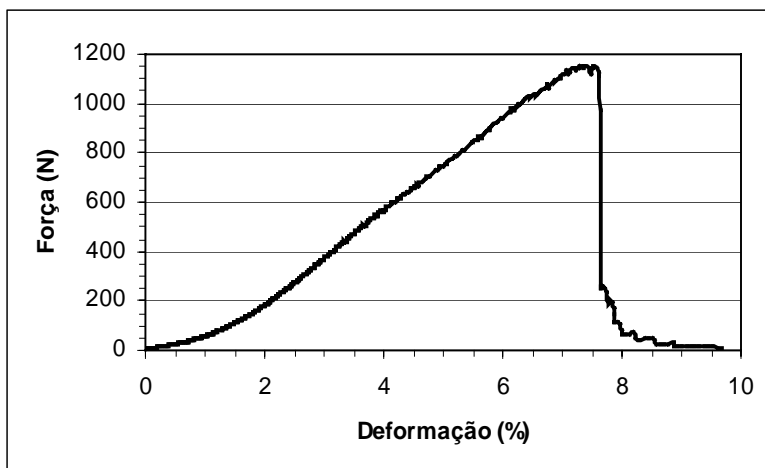


Figura 5. Curva força-deformação para o fio de sisal

Tabela 1. Resultados do ensaio de tração obtidos para o fio de sisal como recebido

	Força máxima (N)	Resistência à tração <sup>a</sup> (MPa)	Deformação específica na ruptura (%)
Média	991,0	143	7,37
Desvio Padrão	116,7	16,9	0,91
Máximo	1153,0	166,5	9,30
Mínimo	810,2	116,9	5,89

<sup>a</sup> Área da seção transversal utilizada:  $A = 200 \cdot \pi \cdot r^2 \approx 6,93 \text{ mm}^2$

Pode ser observado na Tab. (1) que foi obtido um desvio padrão relativamente alto para todas as medidas. Isto é uma conseqüência direta da heterogeneidade dos fios testados, visto que, de fato, um fio de sisal, podia ter entre 170 e 260 fibras diferentes pertencentes ao mesmo feixe. Para provar esta tendência, 4 fios macroscopicamente dissimilares foram propositalmente escolhidos do rolo, suas forças máximas foram medidas e, após o ensaio, o número de fibras foi contado. Na Tab. (2) pode ser observado que o número de fibras tem uma relação direta com a força máxima suportada pelo fio, ou seja, conforme esperado, quanto mais fibras por fio, maior a força. No entanto, para uma análise rigorosa das medidas é preciso também levar em consideração o diâmetro das fibras individuais. No caso de um fio de sisal com em média 200 fibras individuais, a variação de diâmetros se torna um fator menos importante pelo balanço estatístico dos diâmetros das fibras em torno de um valor médio e portanto espera-se que este valor esteja bem próximo do valor real para este fio.

Tabela 2. Influência no número de fibras na força máxima suportada pelo fio

Número de fibras por fio	Força máxima (N)
168	840,7
177	965,0
200	1184,7
256	1217,2

No conjunto de testes seguinte, objetivou-se estudar a influência da torção do fio nos valores de resistência à tração e de deformação específica. Para isso, utilizou-se fios de sisal nos quais a torção foi manualmente removida. Nestes testes cujos resultados são apresentados na Tab. (3), houve dificuldade em se deformar de modo homogêneo todas as fibras presentes no feixe o que resultou em tração de apenas parte das fibras. Este comportamento pode ser observado na Fig. (6) que mostra uma curva tensão-deformação típica. O valor da força máxima foi drasticamente reduzido em comparação ao fio de sisal e, após este valor, como ainda há fibras que não atingiram seus limites de ruptura respectivos e portanto são capazes de suportar carga, o gráfico assume o perfil de degraus. Ou seja, verifica-se a importância da torção nas características mecânicas do fio especialmente no que se refere a conferir às fibras individuais o comportamento de uma estrutura única.

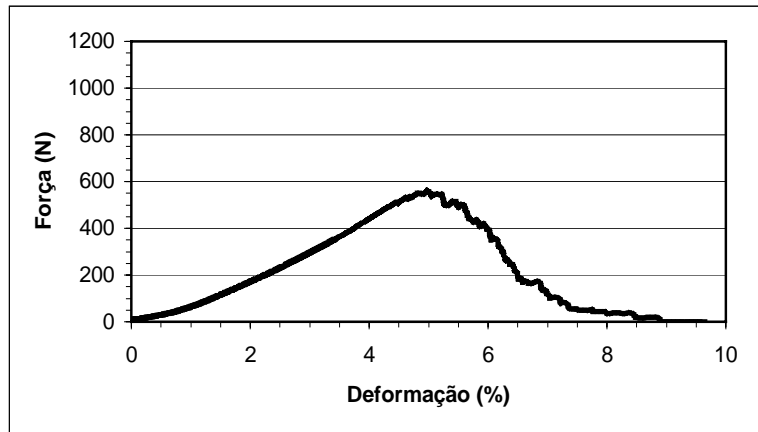


Figura 6. Curva força-deformação para o fio de sisal no qual a torção foi manualmente removida

Tabela 3. Resultados do ensaio de tração obtidos para o fio de sisal sem torção

	Força máxima (N)	Resistência à tração <sup>a</sup> (MPa)	Deformação específica na ruptura (%)
Média	587,2	85,0	5,31
Desvio Padrão	70,5	10,2	0,44
Máximo	717,7	103,6	6,1
Mínimo	494,6	71,4	4,8

<sup>a</sup> Área da seção transversal utilizada:  $A = 200 \cdot \pi \cdot r^2 \approx 6,93 \text{ mm}^2$

Análise da literatura referente aos testes mecânicos do sisal indica uma tendência em se utilizar um número limitado de fibras para a medida das propriedades mecânicas do sisal, visto que assim se evita um número variável de fibras em cada ensaio e se reduz a dificuldade associada ao tracionamento homogêneo de todas as fibras. Assim, foram realizados testes com dez fibras de sisal por ensaio e a Fig. (7) mostra uma curva típica tensão-deformação. Pode ser observado que mesmo com apenas 10 fibras ainda ocorre a ruptura individual das mesmas após ser atingida a sua respectiva força máxima. Esse comportamento se deve a pequenas variações de comprimento e principalmente, às variações de diâmetro das fibras individuais resultando na variação das forças máximas que podem ser suportadas pelas fibras individuais. A Tab. (4) apresenta os resultados para estes ensaios. É importante ressaltar que variações nos diâmetros para um número reduzido de fibras pode alterar significativamente os resultados obtidos nestes ensaios.

Tendo em vista que mesmo para os ensaios de dez fibras os resultados mostraram valores ainda passíveis de incerteza, testes com uma fibra única foram realizados no estudo seguinte. Para tal as extremidades de fratura de uma fibra utilizada para cada ensaio foram separadas para posterior medição do diâmetro, utilizando-se a média individual de cada fibra para o cálculo de sua resistência à tração. A Tab. (5) mostra os valores de resistência à tração encontrados para 30 fibras onde foi utilizada a área real de cada fibra nas determinações. A resistência à tração média encontrada foi de 309,9 MPa, com um desvio padrão de 31,4 MPa, considerado baixo por se tratar de fibras naturais. A deformação específica média de 3,5% indica que nos ensaios anteriores grande parte da deformação inicial dos fios foi na verdade decorrente do movimento de torções e nós e, no caso das fibras, devido à folga do sisal nas garras e não à deformação da fibra em si.

A Tab. (6) compara os valores obtidos para a resistência à tração de 30 fibras únicas de sisal quando se utiliza o valor real do diâmetro de cada fibra ou um valor médio de 0,21 mm. Pode ser observado que o desvio padrão obtido através do uso do valor nominal do diâmetro é bem menor que aquele utilizando o valor médio de 0,21 mm. Nota-se também que a

faixa de variação dos valores experimentais para a resistência à tração é bem menor quando se utiliza o diâmetro real das fibras nas determinações. O valor médio obtido para a resistência à tração das fibras de sisal (309,9 MPa) está na faixa encontrada na literatura (Bessell and Mutuli, 1982).

Tabela 4. Resultados do ensaio de tração obtidos para 10 fibras de sisal

	Força máxima (N)	Resistência à tração <sup>a</sup> (MPa)	Deformação específica na ruptura (%)
Média	88,9	260,0	5,7
Desvio Padrão	6,7	19,6	1,0
Máximo	99,5	290,8	7,0
Mínimo	80,1	234,2	4,5

<sup>a</sup> Área da seção transversal utilizada:  $A = 10 \cdot \pi \cdot r^2 \approx 0,35 \text{ mm}^2$

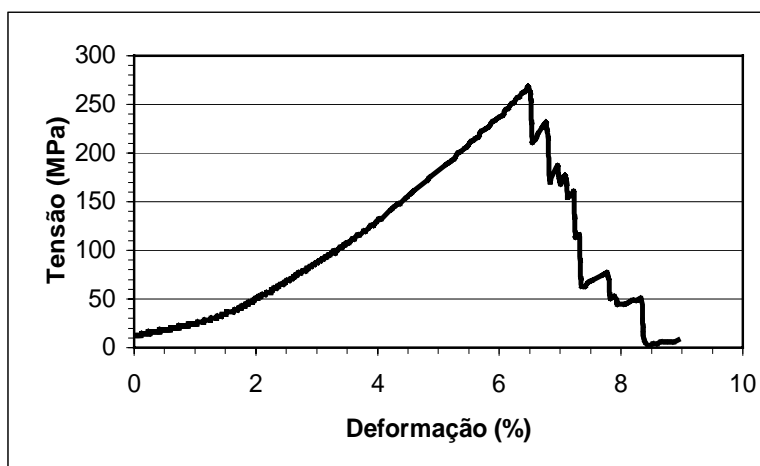


Figura 7. Curva tensão-deformação para 10 fibras de sisal

Tabela 5. Resultados de ensaios de tração de 30 fibras individuais de sisal

	Força máxima (N)	Diâmetro (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )	Resistência à tração (MPa)	Deformação específica (%)
Média	9,93	0,197	3,18E-08	309,9	3,5
Desvio padrão	4,80	0,043	1,45E-08	31,4	0,8
Máximo	23,65	0,295	6,83E-08	372,2	5,6
Mínimo	3,61	0,120	1,13E-08	266,6	2,2

Tabela 6. Comparação dos valores de resistência a tração encontrados a partir de diferentes valores de diâmetro

	Resistência à tração encontrada a partir do uso do diâmetro de cada fibra nas determinações (MPa)	Resistência à tração encontrada a partir do uso de um diâmetro padrão médio (0,21 mm) nas determinações (MPa)
Média	309,9	286,7
Desvio padrão	31,4	138,7
Máximo	372,2	682,8
Mínimo	266,6	104,2

Como para os fabricantes de fios de sisal a resistência ao nó é uma característica importante, foram realizados ensaios no fio de sisal no qual foi incluído um nó tipo “U”. Os resultados obtidos (Tab. (7)) indicaram uma redução média

de 33,4% na tensão suportada pelo fio em comparação ao fio sem nó. Esse resultado é esperado visto que o nó age como concentrador de tensões, induzindo a esforços combinados ainda mais acentuados de torção, flexão e cisalhamento na fibra.

A Fig. (8) mostra uma curva típica para um ensaio de tração do fio com nó, além das curvas para o fio e para o fio sem torção. Com relação à curva do fio com nó, pode ser observado que ocorre a falha catastrófica do material (invariavelmente na região do nó) similarmente ao fio original. Também é interessante notar que a presença do nó alonga a região inicial do gráfico o que causa uma defasagem em relação às outras curvas, correspondendo ao travamento mecânico do nó.

Tabela 7. Resultados do ensaio de tração obtidos para o fio de sisal com nó

	Força máxima (N)	Resistência à tração <sup>a</sup> (MPa)	Deformação específica na ruptura (%)
Média	659,8	95,2	6,6
Desvio Padrão	61,9	8,9	1,3
Máximo	746,7	107,8	8,7
Mínimo	569,9	82,3	3,8

<sup>a</sup> Área da seção transversal utilizada:  $A = 200 \cdot \pi \cdot r^2 \approx 6,93 \text{ mm}^2$

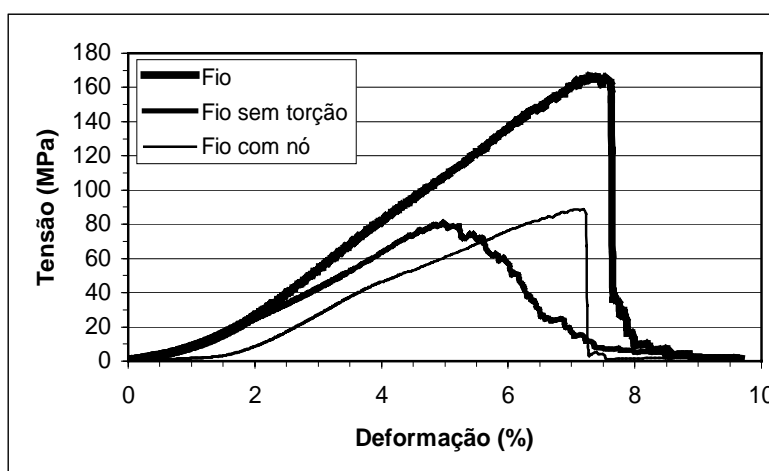


Figura 8. Comparação das curvas tensão-deformação para o fio como recebido, o fio no qual a torção foi removida manualmente e o fio com um nó padrão

#### 4. Conclusões

O conhecimento do teor médio de umidade e da densidade das fibras é necessário para a fabricação controlada de compósitos reforçados por sisal.

Apesar da heterogeneidade observada tanto no número de fibras por fio de sisal quanto no diâmetro destas fibras, foi possível caracterizar satisfatoriamente as principais propriedades mecânicas em tração do fio de sisal. Para a caracterização mecânica das fibras de sisal, foi necessário ensaiá-las individualmente. A utilização do valor real do diâmetro da fibra em vez de um valor médio no cálculo de sua resistência à tração (309,9 MPa) reduziu drasticamente o desvio padrão das medidas. Este procedimento é justificável caso se objetive uma análise mais rigorosa.

#### 5. Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro do CNPq, a doação do sisal pela Nutrinuts-CISAF/RN, ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR e a Luciane Torquato, pela colaboração nos ensaios de densidade e secagem.

#### 6. Referências

Bai S. L., R. K. Y. Li, Wu L. C. M, Zeng H. M and Mai Y. W., 1998 – “Tensile failure mechanism os sisal fibers in composites”, Journal of Materials Science Letters, Vol. 17, pp. 1805 - 1807.



- Bai S. L., Wu C. M. L., Mai Y. W., Zeng H. M and Li R. K. Y., 1999 – “Failure mechanism of sisal fibre in composites”, *Advanced Composites Letters*, Vol. 8, No. 1, pp. 13-17.
- Bessell T. J. and Mutuli S. M., 1982 – “The interfacial bond strength of sisal-cement composites using a tensile test”, *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 1, pp. 244 – 246.
- Bisanda E. T. N. and Ansell M. P., 1992 - “Properties of sisal-CNSL composites”- *Journal of Materials Science*, Vol. 27, pp. 1690 - 1700.
- Chand N. and Hashmi S. A. R., 1993 – “Mechanical properties of sisal fibre at elevated temperatures”, *Journal of Materials Science*, Vol. 28, pp. 6724 - 6728.
- Chand N. and Joshi S. K., 1994 – “Temperature dependence of dielectric behaviour of sisal fibre”, *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 13, pp. 156 - 158.
- Chand N. and Rohatgi P. K., 1986 – “Adhesion of sisal fibre – polyester system”, *Polymer Communications*, Vol. 27, pp. 157 - 160.
- Costa F. H. M. and Dálmeida J. R. M., 1999 – “Effect of water absorption on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polyethylene composites”, *Composites Science and technology*, Vol. 53, pp. 99 - 110.
- Joseph P. V., Kuruvilla J. and Thomas S., 1999 – “Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polypropylene composites”, *Composites Science and technology*, Vol. 59, pp. 1625 - 1640.
- Mukherjee P. S. and Satyanarayana K. G., 1984 – “Structure and properties of some vegetable fibres”, *Journal of materials Science*, Vol. 19, pp. 3925 - 3934.
- Padmavathi T. and Naidu V. S., 1998 – “Chemical resistance and tensile properties of sisal fibres”, *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, Vol. 23, No. 2, 128 - 129.
- Selzer R., 1995 – “Environmental influences on the bending properties of sisal fiber reinforced polymer composites”, *Advanced Composite Letters*, Vol. 4, No. 3, pp. 87 - 90.

## CHARACTERIZATION OF SISAL FIBRES FROM THE NORTHEAST REGION OF BRAZIL

### **Sandro C. Amico**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Mecânica, Caixa Postal 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, amico@demec.ufpr.br

### **Thais H. S. Costa**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Mecânica, Caixa Postal 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, thais@demec.ufpr.br

### **Luiz C. Carrera**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Química, Caixa Postal 19081, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, carrera@quimica.ufpr.br

### **Wellington Santana**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Mecânica, Caixa Postal 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, wsantana@demec.ufpr.br

### **Deyvid A. Galvão**

Universidade Federal do Paraná, Engenharia Industrial Madeireira, Caixa Postal 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Pr, Brasil, dgalv@globo.com

**Abstract.** *Sisal is an important Brazilian vegetal fibre which has been traditionally used as ropes and for handcraft work. Its abundance, low cost and attractive specific mechanical properties make it a potentially interesting material to be used as the reinforcement in polymer composites. However, the typical heterogeneity of vegetal fibres requires extra care for the proper characterisation of its mechanical properties and the right evaluation of the properties of polymer composites reinforced by them. The main aim of this work is to characterise the mechanical performance of sisal fibres so that an optimised use of its full reinforcement potential in composites can be achieved. In this study, the moisture content and density of sisal fibres were measured. The tensile strength of sisal fibres and ropes were also evaluated. Fibre diameters were found to show a large variation, highly influencing the determination of their tensile strength. The use of actual fibre diameters instead of an average value when assessing their tensile strength (309.9 MPa) and failure strain (3.5%) drastically reduced the standard deviations of the measurements.*

**Keywords.** *Sisal fibres, characterisation, mechanical properties, composites.*

## IMPROVEMENT OF HARDNESS BY ELECTRIC ARC DEPOSITION OF Fe-30Cr-4C-3Si ALLOY ON STAINLESS STEEL

**Enori Gemelli**

Centro de Ciências Tecnológicas, Departamento de Engenharia Mecânica,  
Campus Universitário, Bom Retiro, C.P. 631, CEP 89.223-100, Joinville - SC (Brazil)  
e-mail: [dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

**Abstract.** *The goal of this work is to improve the hardness and the wear resistance of AISI 316 stainless steel without degrading its excellent resistance to corrosion. The hardness and wear resistance of this steel were increased by electric arc deposition of Fe-30Cr-4C-3Si alloys. The surface alloy exhibits a predominating hyper-eutectic structure formed by primary  $(Fe,Cr)_7C_3$  platelets surrounded by austenitic solid solution plus  $(Fe,Cr)_7C_3$  carbide eutectic. This structure presents a high hardness (850 Hv), compared to the AISI 316 stainless steel (200 Hv), permitting a decrease in mass loss by a factor of 100 after wear tests. The corrosion behavior of the Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy is similar to AISI 316 stainless steel. The protection is essentially assured by a microcrystallized chromium oxide layer. Contrary to the substrate, the surface alloy shows an excellent adherence of the oxide scales at the interface alloy/oxide.*

**Key-words:** *Hardness, Stainless steel, Electric arc.*

### 1. Introduction

Welding processes have been extensively developed in recent years. The large versatility of this process permits its use in many different industrial applications; one of the latest is the surface treatment of materials. Surface treatment permits to improve surface properties, notably the resistance to corrosion and(or) wear without degrading the alloy bulk properties. As the corrosion and wear are typically a superficial phenomena, coatings obtained by welding are used with success in industrial tools maintenance. Among techniques of surface treatment, the electric arc surface alloying does not need expensive facilities and permits a fast and localized surface treatment.

The solidification characteristics of the fusion spot obtained by electric arc are dependent upon the heat transfer, the liquid bath geometry, and the speed of the solid-liquid interface [Davis and Garland, 1975, Granjon and Dadian, 1972, Savage and Fisher, 1976]. The coatings (surface alloys) obtained by the electric arc technique have characteristics similar to those obtained by the laser fusion surface technique with matter incorporation [Fouquet and al., 1991, Rappaz and al., 1987]. Surface alloys of hyper-eutectic composition obtained by the laser technique with addition of chromium and carbon on a low alloy exhibit a chromium increase in solid solution and the formation of iron and chromium carbides [Gemelli and al., 1997, Gemelli and al., 1998]. The chemical and microstructural characteristics of these surface alloys lead to an increase in hardness, a decrease in the wear ratio, and to an excellent resistance to oxidation at high temperatures. Some recent works also showed that the silicon can be an element of partial substitution to the chromium for resistance to oxidation [Gemelli and al., 1996].

We know that stainless steels contain high chromium contents and very low carbon content. The chromium content of the AISI 316 stainless steel is enough to assure a good resistance to the corrosion, but it is too high to provide good mechanical properties. Besides, the austenitic structure of this steel remains stable in a very large domain of temperature, and no hardening can be obtained by thermal treatment followed by quenching. Regardless of the cooling rate, the austenitic structure does not turn into martensitic structure. The surface hardening implies then the elaboration of surface alloys containing compounds of high hardness. The aforementioned data from the literature have shown that carbide compounds are desired in the surface alloy structure. In the present investigation we have increased the hardness and wear resistance of the AISI 316 steel by electric arc deposition of Fe-Cr-C-Si alloy without degrading its excellent resistance to corrosion.

### 2. Experimental procedure

Disks of 50 mm of diameter by 10 mm of thickness have been cut from a AISI 316 steel rod (Fe-0,06C-17Cr-10Ni-2,0Mo-1,6Mn-0,5Si-0,04P-0,03S). They were polished to a 100 grade paper finish, cleaned with alcohol, and dried using a hand-held hair drier. Two surface alloys were fabricated by electric arc on one of the two faces of these disks. The composition of the two surface alloys was Fe-30Cr-4C and Fe-30Cr-4C-3Si. The Fe-30Cr-4C surface alloy was elaborated in order to compare the effect of silicon on the wear and corrosion behavior.

The manufacturing conditions were as follows: vertically oriented electrode, 250 A alternate current (direct polarity), electrode sweeping speed of 8 mm/s, electrode overall diameter (including the coating) of 8 mm and wire (core of the electrode) diameter of 3 mm. The overlap of adjacent sweeps required for adequate coating of the whole surface was 25% approximately. Each sweep was 8 mm wide.

The electric arc treatment was applied on all surfaces of samples subsequently used in corrosion tests.

Two tests of corrosion were performed: an oxidation test at 950 °C, which was made using the ambient air inside the furnace, and an intergranular corrosion test. The latter was carried out according to the Strauss normalized test (NFA 05-159 norm). The samples were immersed for 24 h in a boiling acid solution: 100 g of copper sulphate – CuSO<sub>4</sub>, 5 H<sub>2</sub>O; 184 g (100 ml) of acid sulphuric; 1000 ml of distilled water; 50 g of copper cuttings. X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Auger electron spectroscopy and wave dispersion spectrometry (WDS) techniques were used to analyze the samples. It was then possible to study the metallurgical structure and the products of corrosion that formed.

Pin-on-disk wear tests were carried out in a dry environment at ambient temperature (without chip evacuation) after the surface alloys and the substrates were polished using 600 grade paper finish. The following test conditions were used: (a) alumina sphere diameter of 6 mm; (b) load of 10 N; (c) sphere track radius of 6 mm; (d) sphere dislocation speed on the disk of 0,1 m/s; (e) test duration of 10<sup>4</sup> laps. The hardness of the surface alloys and of the substrate was measured by Vickers indentation under a 5 N load.

### 3. Experimental results

#### 3.1. Microstructure of the surface alloys

The metallographic observations made from cross-sectional cuts of the treated samples revealed that the morphology and the structure of the surface alloys obtained with Fe-30Cr-4C or Fe-30Cr-4C-3Si electrodes are similar. The only difference between the two is that the Fe-30Cr-4C-3Si alloy provides additional silicon solid solution. Therefore, the coatings on AISI 316 stainless steel are identical with an approximate thickness of 1 mm where the electrode composition is maintained after the coating solidification.

SEM has shown that the surface alloys are formed by three distinct metallurgical structures:

- ◆ a hypo-eutectic zone formed by partial dilution of the electrode with the substrate (Fig. (1)), constituted of coarse dendrites of iron solid solution surrounded by the eutectic iron solid solution plus (Fe,Cr)<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>) carbides;
- ◆ a eutectic structure consisting of iron solid solution plus (Fe,Cr)<sub>7</sub>C<sub>3</sub> carbides;
- ◆ a hyper-eutectic structure (Fig. (2)) in the upper region consisting of (Fe,Cr)<sub>7</sub>C<sub>3</sub> primary precipitates completely surrounded by the eutectic, iron solid solution plus (Fe,Cr)<sub>7</sub>C<sub>3</sub> carbides.

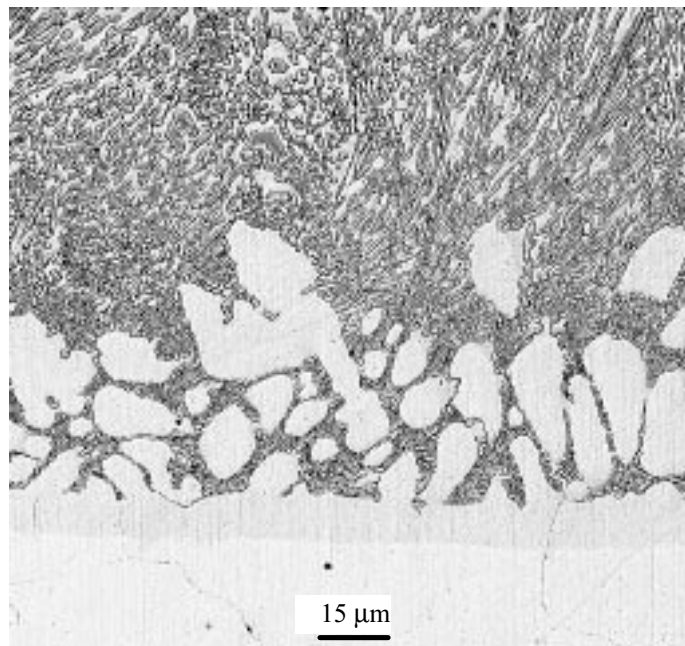


Figure 1. Scanning electron micrograph showing the structure of the surface alloy obtained by electric arc alloying of Fe-30Cr-4C-3Si on the 316 stainless steel at the interface surface alloy/substrate.

### 3.2. Wear and hardness tests

The average hardness and mass loss measured on the surface alloys and substrate are presented on Fig. (3). This figure shows that the electric arc deposition of Fe-30Cr-4C or Fe-30Cr-4C-3Si leads to a significant increase in the hardness and wear resistance in relation to the substrate. The surface alloys exhibit a high hardness (850 Hv), compared to the AISI 316 stainless steel (200 Hv), permitting a decrease in mass loss by a factor of 100 after wear tests: the mass loss of the substrate was 10 mg and that of the surface alloys were 0.1 mg.

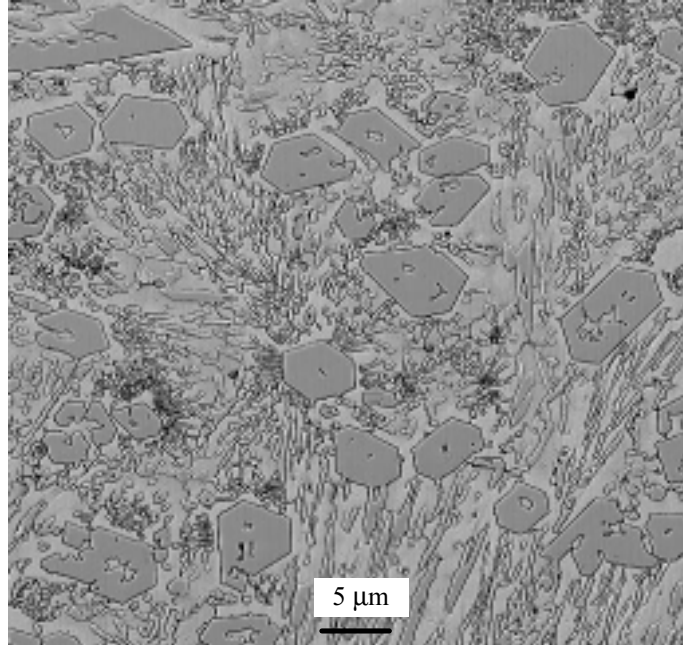


Figure 2. Detailed observation of the primary  $(Fe,Cr)_7C_3$  carbide platelets in the eutectic material on top of Fig (1).

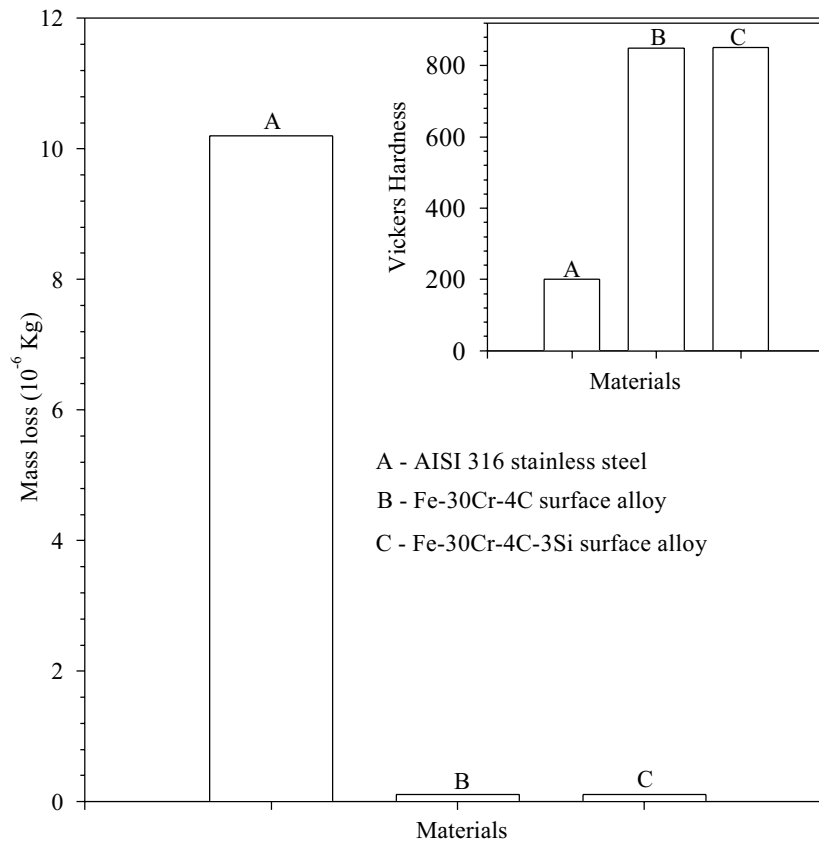


Figure 3. Hardness and weight loss after wear tests of the substrate and of the surface alloys.

### 3.3. Corrosion tests

Figure 4 shows the results of the isotherm oxidation tests performed at 950 °C on the substrate and on the surface alloys obtained by electric arc deposition of Fe-30Cr-4C and Fe-30Cr-4C-3Si on the AISI 316 steel. The oxidation rate of the Fe-30Cr-4C surface alloy is higher than that of the substrate. Thus, this treatment decreases the resistance to the oxidation of the 316 steel. The mass gains by unit of surface after 100 hours at 950 °C are low, even for the surface alloy. They correspond to about  $1.5 \times 10^{-2}$  and  $3 \times 10^{-2}$  Kg/m<sup>2</sup> for the substrate and for the Fe-30Cr-4C surface alloy respectively. On the other hand, the addition of 3% of silicon in the second surface alloy (Fe-30Cr-4C-3Si) leads to an oxidation rate similar to the AISI 316 stainless steel. The substrate and the surface alloys oxidize according to a parabolic law.

For the intergranular corrosion tests, samples were weighed before and after attack to determine mass loss. Results are expressed in % (report of mass variation by mass  $\Delta m/m$ ). The mass loss values measured were 0.15, 0.07 and 0.03% for Fe-30Cr-4C, and Fe-30Cr-4C-3Si surface alloys, and for the AISI 316 substrate respectively.

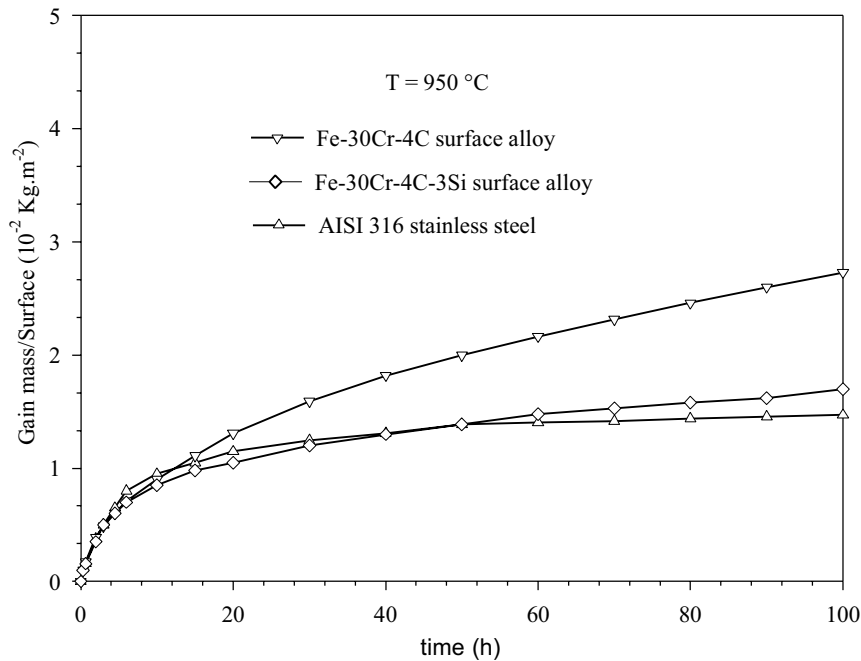


Figure 4. Oxidation kinetics at 950 °C (1 atm air) of the substrate, and of the surface alloys obtained by electric arc alloying of Fe-30Cr-4C and Fe-30Cr-4C-3Si on the AISI 316 stainless steel.

### 3.4. Formed oxides and morphology

After 100 hours of oxidation, samples were cooled slowly in the furnace. This cooling leads to a severe detachment of the oxide layer formed on the substrate. The observation of the oxide layer was difficult to look for places where the layer was not completely detached. This problem of scaling is not observed on the surface alloys. Only some microfissures were observed on the oxide layers, even after a fast cooling.

X-ray diffraction analysis of the oxide layers formed after 100 h at 950 °C detected Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and M<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (M = Fe, Cr, Mn) oxides on the substrate. On the surface alloys the oxidation layer is composed of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and (or) Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The oxides that formed on the substrate are in good agreement with the literature [Stokes and al., 1989, Stott, 1987, Stott and al., 1987].

Micrographic observations showed that the thickness of the observed oxide layers varies between 2 and 5 nm. On the substrate a large part of the layer have been detached and we could only distinguish a oxide film rich in chromium; silicon WDS mapping showed the presence of internal oxides rich in silicon. On the other hand, (Fe,Cr)<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was found by X analysis (WDS) on the Fe-30Cr-4C and Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oxide was detected on Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy.

The Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oxide layer formed on the Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy, confronted with the Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid solution formed on the Fe-30Cr-4C surface alloy, shows the positive effect of the silicon during the oxidation process. The formation of a thin layer of silica, and of chromium oxide, at the beginning of the oxidation, inhibits the iron oxidation and makes possible the development of a Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> protective layer. This phenomenon is perfectly visible on Fig. (5) that presents the Auger profiles (diameter of the analysis spot: 40 mm) of O, Fe, Cr, Si and C elements of the Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy that was submitted to 30 and 90 s of oxidation at 950 °C. After 30 s of oxidation the thickness of the partial silica film remains constant and we observe the growth of the Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oxide. The silica probably

dissolves into  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oxide without however concerning an important thickness in this oxide. We understand then why it was never detected after 100 hours of oxidation. A similar phenomenon was observed by Gemelli, Gallerie and Caillet on a surface alloy containing chromium and silicon, Fe-4Si-4Cr [Gemelli and al., 1996].

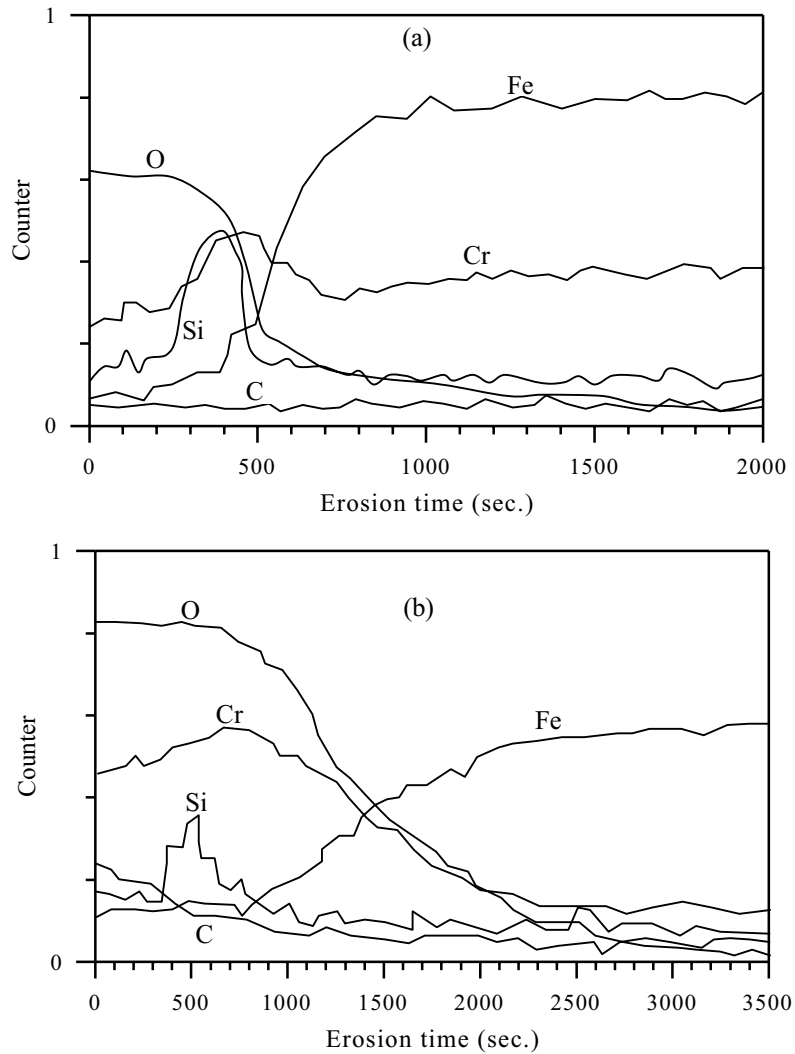


Figure 5. Auger electron spectroscopy diagrams showing the different element profiles in the oxide films formed at 950 °C after 30 s (a) and 90 s (b) on the Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy.

In the Strauss test, observations from cross-sectional cuts of the alloys have been made in a optic microscope. These observations showed that some zones of the Fe-30Cr-4C surface alloy have been severely attacked, which confirm the sizeable mass loss measured for this alloy. The Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy presents some points of corrosion to the proximity of the surface. Its mass loss is higher than that of the substrate, nevertheless remains low. On the other hand, the substrate did not show any traces of corrosion.

#### 4. Discussion

##### 4.1. Hardness and wear

The excellent improvement of resistance to wear of the surface alloys seems to be linked, in this case, to the hardness increase. The Archard law [Archard, 1953], that establishes a correlation between wear and hardness, is then verified in this case. Therefore, the hardness and wear results are directly associated with the microstructure of the alloys. The increase of the resistance to wear and hardness is likely due to the  $(\text{Fe,Cr})_7\text{C}_3$  precipitation.

##### 4.2. Oxidation process

The present results and interpretations provided in the literature [Gemelli and al.,1996, Stott and al., 1987, Chattopadhyay and Wood, 1970] lead to an understanding of the oxidation on AISI 316 steel and on Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy, shown schematically in Fig. (6). A transient initial phase of the oxidation is observed during the first

hours of the oxidation on the AISI 316 steel (Fig. (6a)); it corresponds to the simultaneous growth of iron rich oxides and  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oxide into the grain boundary next to the surface resulting in a high mass gain during the first hours. When a continuous layer of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oxide is formed, the fast growth of the iron rich oxides is stopped, and consequently, the mass gain slows down quickly. The iron rich oxides formed during this transient period are  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{M}_3\text{O}_4$  ( $\text{M} = \text{Fe}, \text{Cr}$ ). Next, the oxidation process continues with the slow growth of the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  layer at the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  – iron rich oxides interface as well as by the growth of the manganese rich oxide ( $\text{MnCr}_2\text{O}_4$ ). The growth of these two oxides is probably governed by  $\text{Cr}^{3+}$  and  $\text{Mn}^{2+}$  diffusion through the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  layer, confirmed by the chromium and manganese depletion in the underlying alloy. On the other hand, the activity of the oxygen under the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  layer is enough to permit the growth of  $\text{SiO}_2$  internally. The oxide layer formed on the AISI 316 steel after 100 h at 950 °C can be represented according to Fig. (6a-iv).

The oxidation process of the Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy is indicated in Fig. (6b). The transient initial oxidation corresponds to the formation of a thin silica film, and chromium oxide. After 30 s of oxidation the silica film growth is stopped and we observe the growth of the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oxide (Fig. (6b-iv)). The oxidation kinetic is limited by the low diffusion of the chromium through the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oxide. We admit a chromium cationic diffusion in volume but this mechanism is currently a subject of numerous controversies, in particular with regard to the ionic diffusion and the diffusional path. It seems that the oxygen can also participate to the growth of the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oxide by diffusion at the grains boundaries [Beauvais-Reveillon, 1994, Pieraggi and Rapp, 1993]. In this case the silica dissolves in the chromium oxide. A major diffusion of the oxygen, suggested in certain works [West, 1982], would be in good agreement with the very thin crystallization of the  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  layer, which is formed at the internal interface where compression mechanic constraints can not relax easily. The small size of oxides can be, at least in part, responsible for the excellent adhesion of the oxide layer formed on the surface alloys during the fast cooling. It confers to the oxide layer a good faculty to the plastic deformation [West, 1982, Nieh and al., 1997]. Furthermore, the anionic diffusion inhibits the formation of vacancies in the alloy next to the oxide interface.

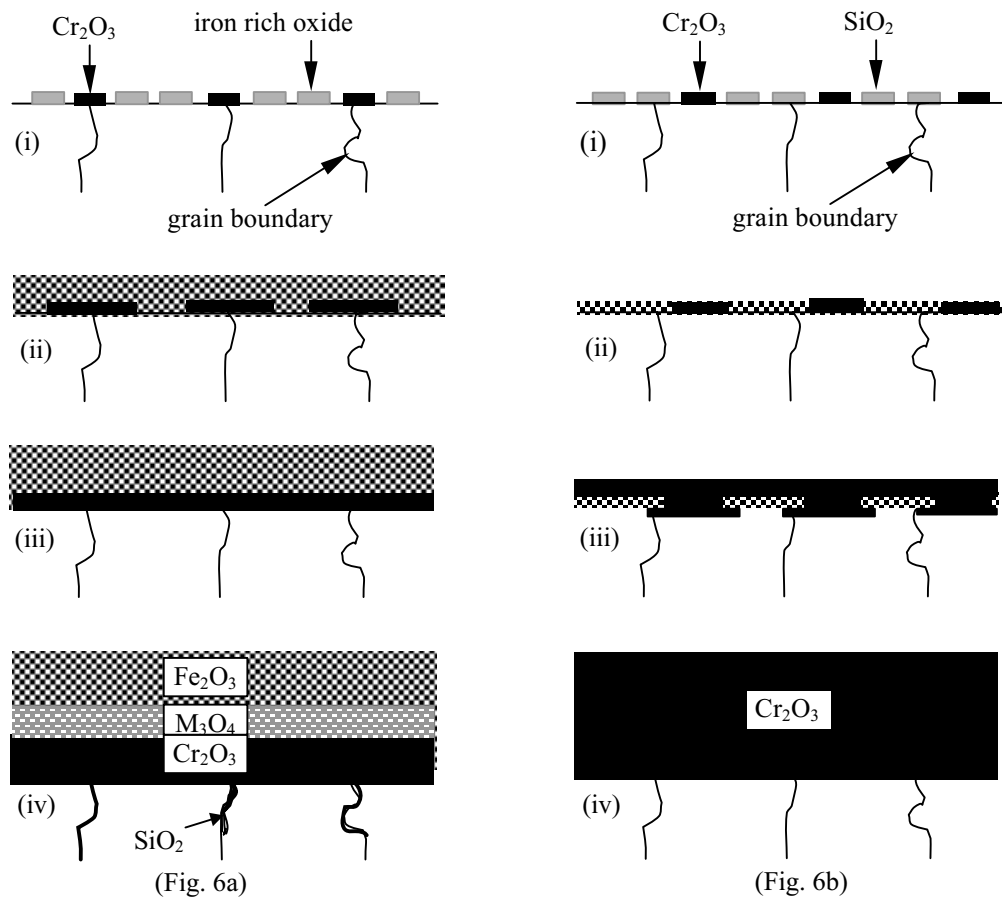


Figure 6. Schematization of the oxidation process at 950 °C of the 316 stainless steel (a) and of the Fe-30Cr-4C-3Si surface alloy (b).

### 5. Conclusion

This present research has shown that Fe-Cr-C and Fe-Cr-C-Si surface alloys of hyper-eutectics structure can be fabricated by superficial fusion to the electric arc on the AISI 316 stainless steel. The  $(\text{Fe,Cr})_7\text{C}_3$  carbide precipitation formed in these surface alloys provides high hardness and resistance to the wear. The protection against the corrosion

of the surface alloys is assured by a  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oxide layer. The Fe-30Cr-4C surface alloy presents a lower resistance to the corrosion than that of the substrate. On the other hand, the surface alloy presents an excellent adhesion of the oxide layer, observed during the fast cooling after the oxidation test realized at 950 °C. Contrary to the surface alloy, the oxide layer on the 316 stainless steel cracks and detaches at frequent locations, even in a very slow cooling rate. The second surface alloy (Fe-30Cr-4C-3Si) behaves as the first surface alloy but its corrosion rate is similar to the substrate. As a matter of fact we fabricated another stainless alloy coating but its hardness and resistance to the wear is higher than the traditional stainless alloys.

## 6. References

- Archard, J.F., 1953, *J. Appl. Phys.*, vol. 24, p. 981-988.
- Beauvais-Reveillon, S., 1994, Ph.D. Tesis, Paris-Sud University, Centre d'Orsay, France.
- Chattopadhyay, B. and Wood, G.C., 1970, *Oxid. Met.*, vol. 2, p. 373-399.
- Davis, C.J. and Garland, J.G., 1975, *Int. Met. Rev.*, vol. 20, p. 83-106.
- Fouquet, F., Pelletier, J.M., Pilloz, M. and Vanes, A.B., 1991, Alliages de surface avec prédépôts, revêtements et alliages avec projection, in *Lasers de puissance et traitements des matériaux*, edited by A. B. Vannes, Presses Polytechniques et Universitaires, Lausanne, Suisse, p. 217-249.
- Gemelli, E., Galerie, A. and Caillet, M., 1997, *Solid State Ionics*, vol. 95, p. 81. 86.
- Gemelli, E., Galerie, A. and Caillet, M., 1998, *Scripta Materialia*, vol. 39, p. 1345-1352.
- Gemelli, E., Galerie, A. and Caillet, M., 1996, *La Revue de Métallurgie-CIT / Science et Génie des Matériaux*, n° 02, p. 261-267.
- Granjon, H. and Dadian, H., 1972, *Soud. Tec. Con.*, vol. 26, p. 181-195.
- Nieh, T.G., Worth, J.W. and Sherby, O.D., 1997, Mechanisms of high-temperature deformation and phenomenological relations for fine-structure superplasticity, in *Superplasticity Metals and Ceramics*, Cambridge University Press, p. 41-72.
- Pieraggi, B. and Rapp, R.A., 1993, *J. Electrochem. Soc.*, vol. 140, p. 2844-2850.
- Rappaz, M., Gremaud, M., Dekumbis, R. and Kurz, W., 1987, Solidification front and growth rate during laser remelting, in *Laser Treatment of Materials*, edited by B. L. Mordike, DGM Verlag, Oberursel,, p.43-54.
- Savage, A. and Fisher, D., 1976, *Weld. J.*, vol. 55, p. 213s-221s.
- Stokes, P.S.N., Stott, F.H. and Wood, G.C., 1989, *Mat. Sci. Eng.*, vol. A121, p. 549-554.
- Stott, F.H., 1987, *Rep. Progr. Phys.*, vol. 50, p. 861-913.
- Stott, F.H., Bartlett, P.K.N. and Wood, G.C., 1987, *Oxid. Met.*, vol. 27, p. 37-54.
- West, J.A., 1982, Grain refinement and grain size control, Conference on Superplastic Forming of structural Alloys, San Diego, California, p 69-83.



## REAPROVEITAMENTO DE RESÍDUOS SÓLIDOS DA INDÚSTRIA DE PAPEL E CELULOSE

### Enori Gemelli

Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Ciências Tecnológicas  
Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil.  
[dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

### Nelson Heriberto Almeida Camargo

Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Ciências Tecnológicas  
Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil.  
[dem2nhac@joinville.udesc.br](mailto:dem2nhac@joinville.udesc.br)

### Janáina Brescansin

Departamento de Engenharia Civil, Centro de Ciências Tecnológicas  
Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil.

**Resumo.** Este trabalho teve por objetivo estudar o reaproveitamento de resíduos da indústria de papel e celulose em argamassas para a construção civil. As argamassas foram elaboradas com os cimentos Portland comuns CPI-S-32 ou CPII-Z-32 e agregado fino na proporção de 1:3. Foram incorporados 4 resíduos, denominados Fibras, Dregs, Cinza Preta e Grits, em várias proporções volumétricas nas argamassas. Os resíduos cinza preta e dregs foram utilizados em substituição ao cimento enquanto que os resíduos fibras e grits foram utilizados em substituição ao agregado fino. O tempo de cura dos corpos de prova variou de 7 a 28 dias.

Os resultados dos ensaios mecânicos mostraram uma influência notável do tipo de cimento e do tempo de cura nos valores da resistência mecânica dos corpos de prova. Os melhores valores foram obtidos com tempo de cura de 28 dias e com o cimento CPI-S-32. Por outro lado o tipo de resíduo e sua concentração também influenciaram na resistência à compressão axial. Os resíduos que mais se destacaram foram a cinza preta e o grits.

Os resultados obtidos são discutidos em função das características microestruturais, efeito das impurezas e defeitos assim como dos parâmetros de elaboração dos materiais.

**Palavras-chave** - Resíduo, Microestrutura, Argamassa, Construção civil.

### 1. Introdução

Uma indústria de papel e celulose de grande porte pode gerar cerca de 5000 m<sup>3</sup> de resíduos sólidos por mês. Estes resíduos são, de um modo geral, da classe II e III conforme classificação da ISO 14000. Eles podem ser considerados como resíduos valorizáveis, ou seja, resíduos que podem ser utilizados como fonte de energia ou como matéria prima para a elaboração de outros materiais.

No que concerne a utilização de resíduos como fonte de matéria prima, trabalhos recentes [Masuero e col., 1998, Moura e col., 1998, Teles e Camargo, 1999, Watanabe e col., 1998] mostraram que eles podem ser utilizados para a produção de argamassa para aplicação na construção civil. Dependendo da composição química, estes resíduos podem substituir o aglomerante (cimento) e (ou) o agregado (areia). Desta forma, pode-se diminuir o custo da argamassa e evitar a degradação da natureza com o reaproveitamento dos resíduos.

O objetivo deste trabalho foi de estudar a possibilidade de utilização de resíduos da indústria de papel e celulose na elaboração de argamassas para a construção civil. Foram escolhidos quatro resíduos, denominados Fibras, Dregs, Cinza Preta e Grits. O resíduo denominado de *fibras* é proveniente da lavagem da pasta de celulose e foi recolhido da estação de tratamento de efluentes (ETE). O *dregs*, originário do processo de produção de celulose, foi recolhido de um reator químico que trabalha entre 900 e 1000 °C. O resíduo *cinza preta* é proveniente da queima da biomassa (cinzas não volantes) e o *grits* é proveniente da queima do óleo impregnado na areia, usada como leito para separação de óleo.

O trabalho consiste na elaboração e caracterização de argamassas com diferentes concentrações (em volume) de resíduos. Os resíduos cinza preta e dregs foram utilizados em substituição ao cimento, uma vez que estas matérias primas apresentam em sua constituição quantidades significativas de elementos constituintes do cimento Portland comum, portanto, podendo apresentar propriedades aglomerantes semelhantes. Os resíduos fibras e grits foram

utilizados em substituição ao agregado fino (areia). Estes resíduos foram fornecidos pela Indústria de Papel e Celulose Klabin de Correia Pinto – SC.

## 2. Materiais e Metodologia

### 2.1. Cimento Portland comum [NBR 5732]

Cimento Portland é o produto obtido do clinker, constituído essencialmente de silicatos hidráulicos de cálcio, com uma certa proporção de sulfato de cálcio natural, contendo, eventualmente, adições de certas substâncias que modificam suas propriedades ou facilitam seu emprego. O clinker é um produto de natureza granulosa, resultante da calcinação de uma mistura de silicatos e sulfatos de cálcio. Os constituintes fundamentais do cimento Portland são a cal (CaO), a sílica (SiO<sub>2</sub>), a alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), o óxido de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), certa proporção de óxido de magnésio (MgO) e uma pequena porcentagem de anidrido sulfúrico (SO<sub>3</sub>), que é adicionado após a calcinação para retardar o tempo de pega do produto. Existem ainda, como constituintes menores, o óxido de sódio (Na<sub>2</sub>O), óxido de potássio (K<sub>2</sub>O) e óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>). Os cimentos utilizados foram os da classe 32 (CPI-S 32 e CPII-Z 32).

### 2.2. Agregado fino (areia quartzosa)

Por definição, agregado é uma matéria prima granular, incoesivo, de atividade química praticamente inerte, constituído de misturas de partículas cobrindo extensa gama de tamanhos. O termo “agregado” é de uso generalizado na tecnologia do concreto. Nos outros ramos da construção civil é conhecido, conforme cada caso, pelo nome específico: filler, pedra britada, bica-corrída, rachão [Bauer, 1987]. A areia utilizada neste trabalho teve origem em depósitos sedimentares que se formam nos leitos dos rios. A distribuição granulométrica e características físicas do agregado fino (areia) estão representadas na Tab. (1).

Tabela 1. Distribuição granulométrica do agregado fino conforme norma NBR 77211.

Abertura da Peneira (mm)	Massa retida na peneira (%)
2,38	0,00
2,00	0,05
1,19	0,17
0,59	8,58
0,42	29,84
0,29	61,360

### 2.3. Resíduo sólido Grits

Este resíduo é constituído essencialmente de sílica (areia) e de óxido de cálcio, contido na cinza que recobre a superfície dos grãos de areia. A empresa usa um leito de areia para separação de óleo do posto de abastecimento. A queima do óleo impregnado na areia gera o resíduo chamado de grits. Deste resíduo utilizou-se somente o que se entende por parte fina (peneira 10 – 2 mm). A Tab. (2) apresenta a análise granulométrica do resíduo.

Tabela 2. Distribuição granulométrica do resíduo Grits.

Abertura da Peneira (mm)	Massa retida na peneira (%)
2,38	1,77
2,00	3,73
1,19	6,64
0,59	12,89
0,42	16,25
0,29	18,22
0,149	19,70
0,074	20,80

## 2.4. Resíduo sólido Cinza Preta

O resíduo foi moído em moinho de bolas, pois o material '*in natura*' apresentava-se sob forma de aglomerados. Para fragmentação e moagem desses aglomerados, utilizou-se a técnica de moagem em moinho de bolas via úmido. Esta operação foi realizada utilizando água deionizada, esferas de porcelana e fragmentos grossos da cinza preta. A operação de moagem permaneceu por 24 horas. O material recuperado do moinho de bolas passou por um processo de peneiramento na malha 150  $\mu\text{m}$ , fornecendo um colóide de cor escura. Este colóide foi colocado em um becker para agitação mecânica de 2 horas; operação realizada para alívio das tensões superficiais geradas nas partículas durante o processo de fragmentação e moagem dos aglomerados. Em seguida o colóide foi colocado dentro de um balão tipo pêra para a realização da secagem em um evaporador rotativo. O balão ficou parcialmente submerso em um banho de óleo de silicone à temperatura de 70 °C. A rotação do balão foi de 8 rpm, operação que levou em torno de 4 horas para a obtenção de um pó cerâmico seco. O pó cerâmico recuperado do balão apresentou-se sob forma de aglomerados, com diâmetros  $d < 0,5 \text{ mm}$  e teor de umidade da ordem de 6 a 7 %.

## 2.5. Resíduo sólido Dregs

O resíduo foi agitado mecanicamente (690 rpm) em água deionizada durante 10 horas para a quebra dos aglomerados e homogeneização da suspensão. Após a agitação mecânica o colóide foi desumidificado em uma estufa a uma temperatura de 90°C durante um período de 24 horas. O material seco apresentava cor escura e algumas "escamas" amareladas em pontos superficiais isolados da amostra devido à presença de  $\text{Na}_2\text{S}$ . O material recuperado da estufa, sob forma de aglomerados, foi moído manualmente e peneirado na peneira com malha de 150  $\mu\text{m}$ . O pó obtido foi submetido a um tratamento isotérmico à temperatura de 900°C por 2 horas e em seguida foi disperso em metanol na relação de líquido para massa seca de 2:1 em volume e agitado mecanicamente por 3h. Após agitação, o colóide foi secado no evaporador rotativo e peneirado em uma peneira de malha 150  $\mu\text{m}$ .

## 2.6. Resíduo sólido Fibras

As fibras foram moídas em um moinho de bolas, pois o material '*in natura*' apresenta-se sob forma de aglomerados. O resíduo foi introduzido em álcool etílico absoluto e moído no moinho de bolas por 24 horas. O colóide recuperado do moinho de bolas, de coloração verde-escura, foi agitado mecanicamente por 2 horas, secado no evaporador rotativo e peneirado na peneira de malha 300  $\mu\text{m}$ . O resíduo seco apresentou uma coloração clara e homogênea sob a forma de pequenas fibras.

## 2.7. Preparação das argamassas

As argamassas foram preparadas segundo a norma NBR 12821. Os traços utilizados na produção das argamassas estão descritos na Tab. (3). Para cada traço foram moldados corpos de prova cilíndricos, conforme norma NBR 7215, com dimensões 50 mm de diâmetro x 100 mm de comprimento.

## 2.8. Moldagem e cura dos corpos de prova

Cada corpo-de-prova foi moldado em 3 camadas de argamassa e cada camada foi adensada manualmente com 20 golpes, utilizando-se um soquete padrão [NBR 5738]. Os moldes foram devidamente preparados conforme as especificações da norma NBR 5738. Após 24 horas da preparação de cada argamassa foram feitas as desformas. A cura dos corpos de prova foi realizada em meio saturado por 28 dias para que ocorresse uma perfeita hidratação do cimento. Os corpos de prova retirados da cura saturada foram submetidos ao ensaio de compressão axial.

Para a preparação dos corpos de prova, a fim de se realizar os ensaios mecânicos, os topos foram submetidos a um capeamento de enxofre para garantir a planicidade da superfície de apoio do corpo de prova [NBR 5738].

A resistência à compressão foi realizada de acordo com a norma brasileira, NBR 5739, em uma máquina universal de ensaios mecânicos.

## 2.9. Caracterização morfológica e microestrutural

O estudo de caracterização da microestrutura foi realizado sobre o cimento, os pós dos resíduos e a areia. O estudo morfológico e microestrutural, realizado através da microscopia eletrônica de varredura (MEV), também foi realizado sobre os fragmentos recuperados dos ensaios mecânicos, após terem sido secos em estufa durante 24 horas à temperatura de 100 °C. Os fragmentos foram fixados em um porta amostra com ajuda de cola de carbono e metalizados com uma

camada de ouro em um equipamento *Sputter Coater- Bal-tec SCD - 050*. A camada de ouro depositada na superfície das amostras foi da ordem de 12 nm, camada suficiente para evitar os efeitos de carga do feixe eletrônico.

Tabela 3. Quantidade de materiais utilizados na produção das argamassas. \* Fator água/ aglomerante (cimento). \*\* Fator água/aglomerante (cimento + pó cerâmico cinza preta/dregs).

ARGAMASSAS	CIMENTO CPI-S-32 (g)	AGREGADO FINO (g)	CINZA PRETA (g)	GRITS (g)	DREGS (g)	FIBRAS (g)	ÁGUA (ml)	FATOR A/C
Ref. (Rs)	624	1872	0	0			300	0,48*
(A)	592,8	1872	27	0			300	0,49**
(B)	561.6	1872	54	0			300	0,48**
(C)	624	1779	0	49			300	0,49*
(D)	624	1686	0	98			300	0,49*
(E)	624	1593	0	147			300	0,49*
(F)	624	1500	0	196			300	0,49*
(G)	592,8	1872	0		16,34	0	300	0,49**
(H)	624	1779	0		0	28,25	300	0,48*
(I)	592,8	1779	0		16,34	28,25	300	0,49**
(J)	592.8	1872	27,00		0	0	300	0,49**
	<b>CIMENTO CPII-Z-32 (g)</b>							
Ref. (Rz)	624	1872	0	0			300	0,48*
(K)	561.6	1872	54	0			300	0,48**
(L)	624	1686	0	98			300	0,49*

### 3. Resultados e Discussões

#### 3.1. Resistência à compressão axial – NBR 5739

Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio mecânico de compressão logo após a cura em tanque com água alcalina. Os resultados obtidos dos ensaios mecânicos estão representados nas Tabs. (4), (5) e (6), para cada traço utilizado. O tempo de cura dos corpos de prova produzidos com cimento CPI-S 32 foi de 7 e 28 dias e dos corpos de prova produzidos com cimento CPII-Z 32 foi de 28 dias.

A Tab. (5) mostra os ensaios comparativos de resistência mecânica dos diferentes resíduos. O melhor resultado foi obtido com o resíduo cinza preta. Os outros resíduos tiveram um desempenho inferior mas conservaram um valor de resistência mecânica que permite a sua utilização na construção civil. Pode-se observar que o tempo de cura influencia na resistência dos materiais elaborados. Os resultados obtidos com tempo de cura de 7 dias (Tab. (4)) correspondem a cerca de 50 a 60 % dos valores obtidos com tempo de cura de 28 dias (Tab. (5)).

Tabela 4. Resistência média dos corpos de prova produzidos com Cimento Portland comum (CPI-S-32) após cura de 7 dias. % em volume dos resíduos.

Corpos de prova	Tensão média de ruptura à compressão axial (MPa)	Desvio padrão (MPa)
Matriz (Rs)	12.38	2,55
Cimento + 5% cinza (A)	8.68	4,23
Cimento + 10% cinza (B)	6.50	3,22
Cimento + 5% grits (C)	7.50	5,12
Cimento + 10% grits (D)	10.00	3,78
Cimento + 15% grits (E)	9.53	2,89
Cimento + 20% grits (F)	8.94	3,21

Outro fato importante a ser observado é a diferença de resistência entre um cimento e outro. A argamassa sem resíduo obtida com cimento CPII-Z-32 apresenta baixa resistência (~ 5 MPa) quando comparada com a argamassa

obtida com cimento CPI-S-32 (~ 21 MPa). Esta diferença será esclarecida a seguir através do estudo microestrutural, principalmente porque o cimento CII-Z-32 está sendo comercializado no lugar do cimento CPI-S-32.

Em suma, o resíduo cinza preta e o grits se destacam dentre os demais, no que concerne a resistência mecânica axial da argamassa, como materiais de substituição parcial do cimento e do agregado fino, respectivamente. A incorporação destes resíduos na argamassa com cimento CII-Z-32 aumenta sensivelmente a resistência à compressão (Tab. (6)).

Atualmente, os resíduos fibras e dregs, compostos majoritariamente de matéria orgânica, são queimados juntamente com a biomassa primária. Eles são então parcialmente eliminados sendo que o resíduo não volante da queima é o que está sendo chamado de cinza preta. Portanto, as amostras obtidas com os resíduos cinza preta e grits serão analisadas mais em detalhes a seguir.

Tabela 5. Resistência média dos corpos de prova produzidos com Cimento Portland comum (CPI-S-32) após cura de 28 dias. % em volume dos resíduos.

Corpos de prova	Tensão média de ruptura à compressão axial (MPa)	Desvio padrão (MPa)
Matriz (Rs)	21,28	2,36
Cimento + 5% fibras (G)	14,45	1,76
Cimento + 5% dregs (H)	16,94	2,05
Cimento + 5% fibras e 5% dregs (I)	15,90	1,72
Cimento + 5% de cinza preta (J)	20,36	2,39

Tabela 6. Resistência média dos corpos de prova produzidos com Cimento Portland comum (CII-Z-32) após cura de 28 dias. % em volume dos resíduos.

Corpos de prova	Tensão média de ruptura à compressão axial (MPa)	Desvio padrão (MPa)
Matriz (Rz)	4.86	1,38
Cimento + 10% cinza (K)	5.23	1,87
Cimento + 10% grits (L)	5.32	1,67

### 3.2. Caracterização morfológica e microestrutural

**Cimento Portland comum.** As observações metalográficas põem em evidência a diferença entre os dois cimentos. Através das Figs. (1) e (2) fica evidente que o cimento CII-Z-32 apresenta na sua composição uma grande quantidade de impurezas, quando comparado com o cimento CPI-S-32. Estas impurezas são constituídas principalmente de cinza inertes no cimento, representadas pelas partículas mais finas da Fig. (1). Esta grande quantidade de cinza é a principal responsável pela baixa resistência mecânica da argamassa.

**Resíduo Cinza Preta.** Constatou-se na morfologia do pó cerâmico cinza preta a presença de uma dispersão do tamanho e forma das partículas, conforme mostrado na Fig. (3). Observando a morfologia do cimento Portland e do pó cerâmico cinza preta, notou-se que as partículas do pó cerâmico cinza preta são inferiores, em tamanho, às partículas do cimento. Isto indica que o tempo de moagem da cinza preta foi muito longo, ou seja, que não existe a necessidade da moagem da cinza preta por 24 horas. Pode-se então reduzir o tempo de moagem para obter uma morfologia mais próxima do cimento.

**Resíduo Grits (agregado fino).** O resíduo grits, utilizado como agregado fino em substituição à areia convencional, apresentou uma morfologia bem distinta. Em forma de grânulos ( $d < 500 \mu\text{m}$ ), eles são constituídos de grãos de areia recobertos por finas partículas de cinza aglomerada conforme mostra a Fig. (4).

**Areia (agregado fino).** O estudo de caracterização da morfologia da areia permitiu identificar que esta é formada por grânulos ( $d < 300 \mu\text{m}$ ), como mostra a Fig. (5). Outra observação foi a presença de argila que recobre os grãos da areia.

**Microestrutura dos corpos de prova.** O estudo de caracterização da microestrutura para as diferentes amostras, após cura de 28 dias, foi realizado sobre os fragmentos recuperados da região de fratura, após o ensaio mecânico.

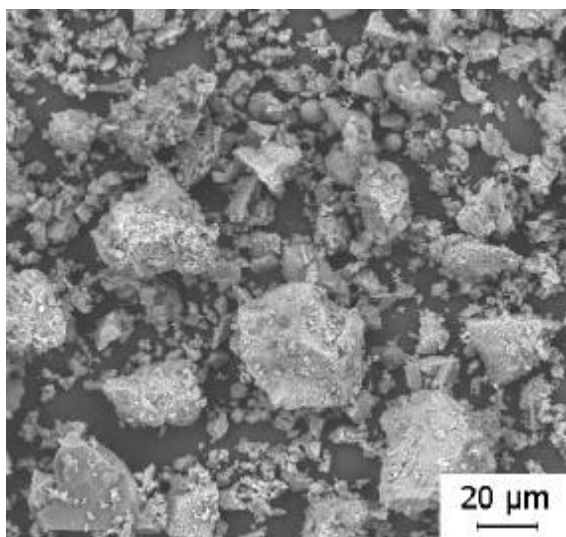


Figura 1. Morfologia do Cimento Portland (CPII-Z 32) mostrando a dispersão do tamanho das partículas e a presença de cinza inerte.

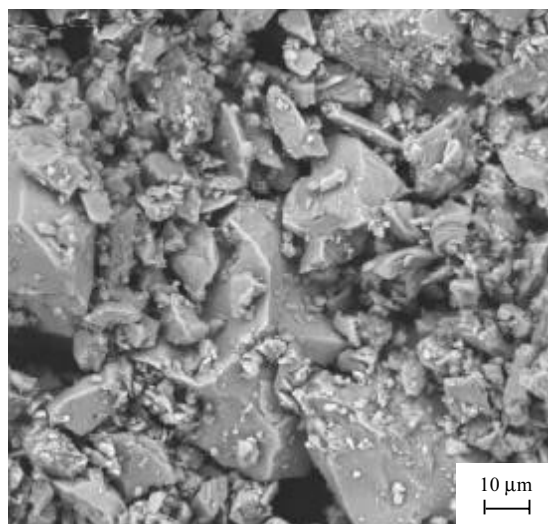


Figura 2. Morfologia do cimento Portland com CPI-S-32 mostrando as partículas cristalinas dos aglomerados.

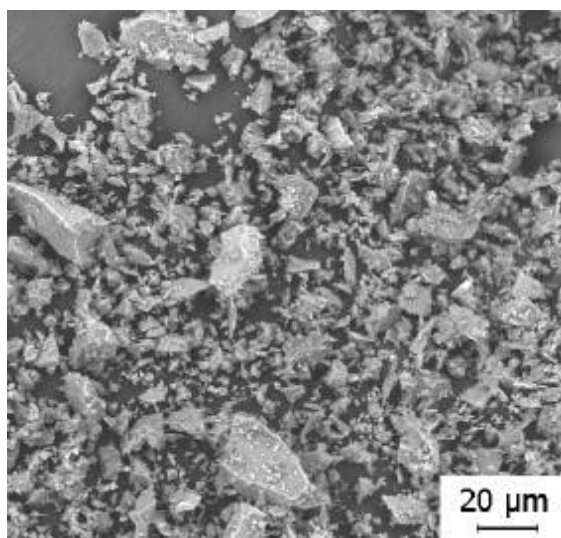


Figura 3. Micrografia do pó cerâmico Cinza Preta mostrando a dispersão do tamanho das partículas.

**Cimento CPII-Z-32/Areia (Rz).** Como resultado da caracterização da microestrutura para cimento CPII-Z-32/areia, observou-se uma porosidade elevada na interface cimento/agregado fino. Isto possivelmente deve ter ocorrido devido à grande quantidade de cinza observada na morfologia do cimento, o que inibe a germinação e formação dos cristais anidritos na argamassa. A formação de porosidade durante a formação do gel, promovida pela reação álcali-agregado, prejudica então a qualidade da interface gel/agregado.

A Fig. (6) mostra uma região porosa onde se pode observar claramente a dificuldade da formação do gel e crescimento dos cristais anidritos na argamassa. Esta observação mostra que a grande presença de cinza no cimento prejudica a reação álcali-agregado e a germinação e crescimento dos cristais anidritos na argamassa, gerando porosidade elevada e crescimento desordenado dos cristais anidritos.

**Cimento CPI-S-32/Areia (Rs).** Ao contrário do cimento anterior, a argamassa obtida com cimento CPI-S-32 é mais homogênea e apresenta pouca porosidade e cristais anidritos bem formados. A formação do gel provocado pela reação álcali-agregado ocorreu entre a pasta de cimento e o agregado fino como pode-se observar na Fig. (7). Na interface do agregado com a argamassa houve uma retração da pasta de cimento devido à desidratação provocada pela secagem da amostra na estufa, necessária para a observação no MEV.

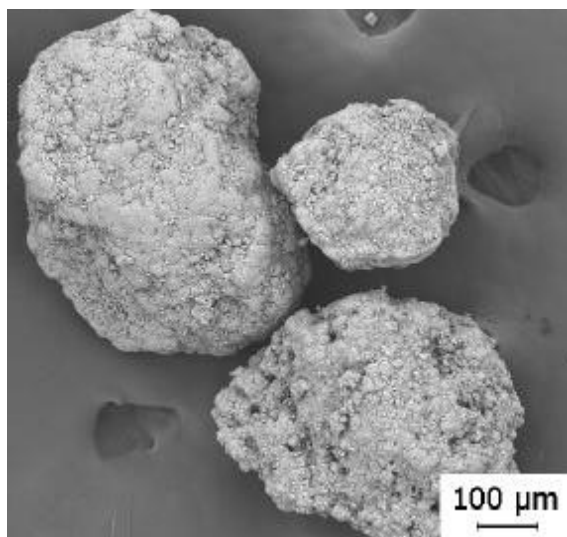


Figura 4. Morfologia do resíduo grits, “in natura”.

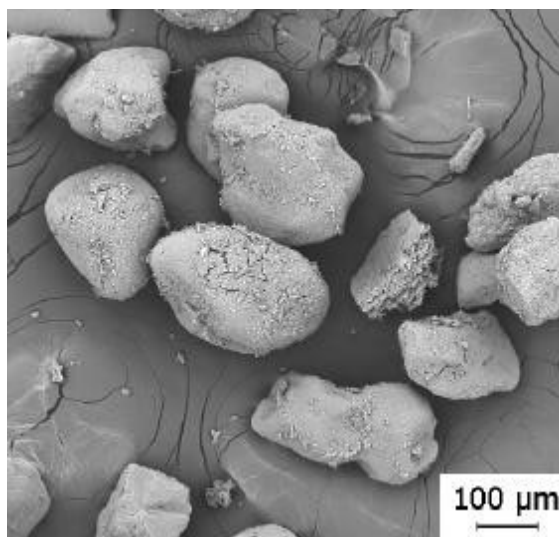


Figura 5. Micrografia mostrando os grânulos de areia recobertos com argila.

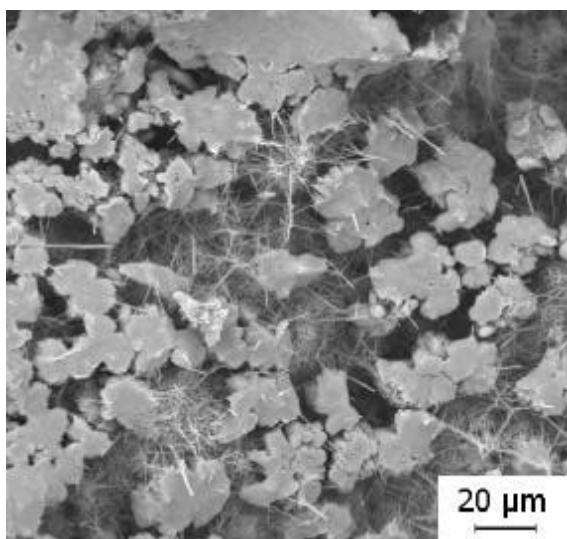


Figura 6. Micrografia da fratura cimento CII-Z-32/areia mostrando a porosidade e crescimento desordenado dos cristais anidritos após cura de 28 dias.

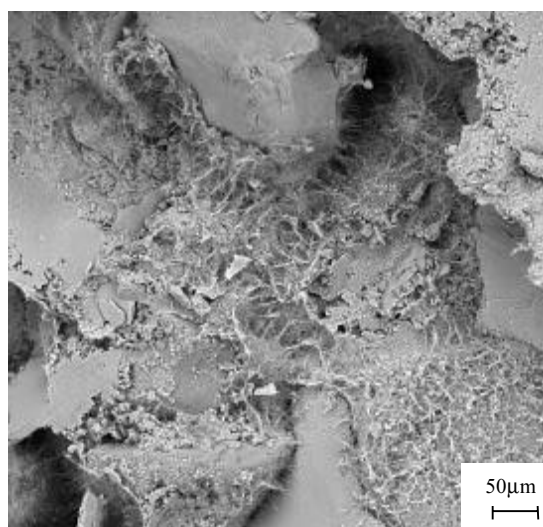


Figura 7. Detalhe da amostra cimento CPI-S-32/areia. Formação cristalina do GEL com o início da expansão cristalina após cura de 28 dias.

**Cimento CII-Z-32/areia com 10% de Cinza Preta (K).** A Fig. (8) mostra a microestrutura obtida por microscopia eletrônica de varredura da superfície do fragmento retirado do plano de ruptura do corpo de prova, após rompido no ensaio de compressão uni-axial. A micrografia mostra uma microestrutura com menos porosidade se comparado com a matriz (cimento/areia/água), o que indica que o pó cerâmico cinza preta contribuiu positivamente nas características da microestrutura do material. Tem-se assim uma melhor interface agregado/gel, pois o pó cerâmico cinza preta serve como um aglutinante na reação álcali-agregado melhorando a interface gel/agregado. Isto explica o aumento da resistência mecânica desta argamassa (K) com relação à matriz (Rz). Observou-se também que houve germinação e crescimento mais ordenado dos cristais de anidritos no material, com conseqüente diminuição da porosidade e formação de uma distribuição mais organizada das fibras. Também observou-se que os cristais de anidritos apresentam tamanhos inferiores àqueles observados na matriz (Fig. (9)). Isto ocorreu possivelmente pela absorção de água pelo pó cerâmico cinza preta.

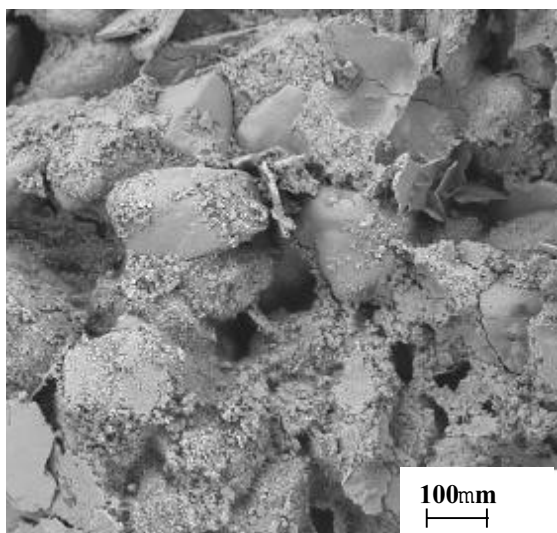


Figura 8. Micrografia de fratura cimento/cinza/areia mostrando a interface agregado/gel e a porosidade presente.

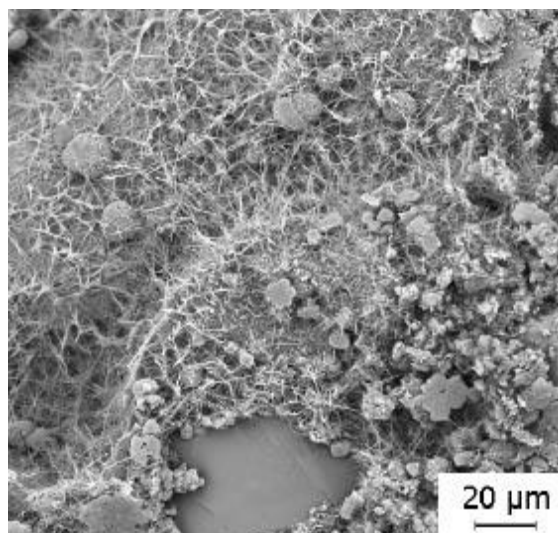


Figura 9. Micrografia de fratura cimento/cinza/areia mostrando os cristais anidritos.

**Cimento CPI-S-32/areia com 5% de Cinza Preta (J).** As Figs. (10) e (11) mostram que houve uma homogeneidade da mistura, pois o resíduo cinza preta apresenta-se por toda a superfície do fragmento. Pode-se observar também que a quantidade de poros (cavidades) na superfície fraturada é muito pequena, o que leva a crer que o resíduo cinza preta não causou nenhum tipo de expansão ou retração devido a absorção e perda de água durante os processos que antecederam esta observação. Conforme ocorreu nos corpos de prova que teve em sua composição somente o cimento como aglomerante, houve a formação cristalina proveniente da reação álcali-agregado em apenas alguns pontos isolados da superfície do fragmento. Estas eflorescências cristalinas apresentaram-se em menor quantidade que na argamassa produzida somente com cimento. Essas formações cristalinas podem ser observadas nas Figs. (12) e (13).

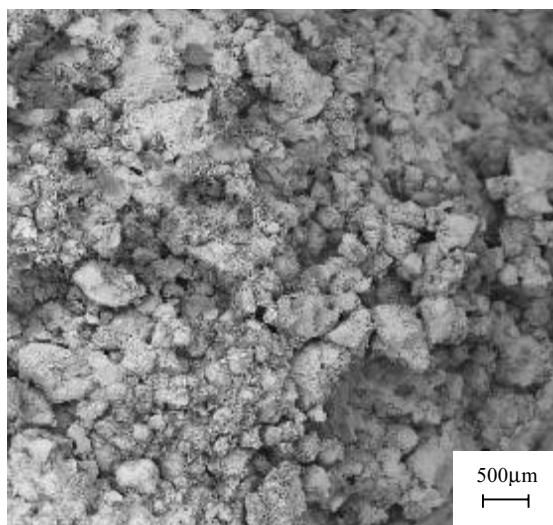


Figura 10. Vista geral da superfície do fragmento. Mistura homogênea e pouca porosidade do material.

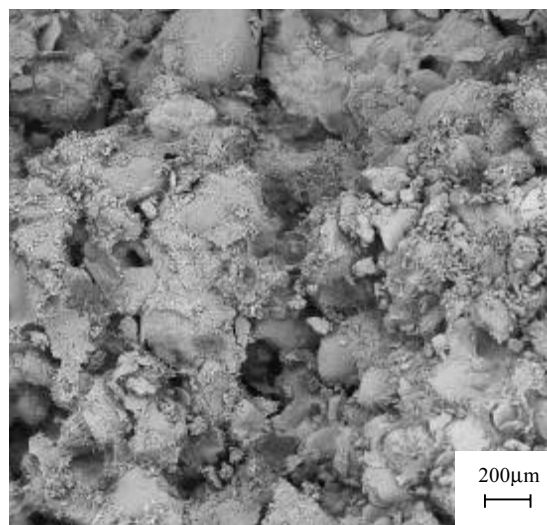


Figura 11. Detalhe do fragmento demonstrando o pó cerâmico recobrindo parcialmente os agregados.

**Cimento CPH-Z-32/areia com 10% de grits (L).** Como resultado da caracterização da microestrutura do cimento/agregado (areia e grits), observou-se uma melhor interface cimento/agregado fino (Fig. (14)). Constatou-se também que o gel apresenta-se sob forma de pequenos aglomerados em toda a superfície de fratura. Outra observação foi o crescimento desordenado e a presença de uma menor quantidade de cristais anidritos presentes no material (Fig. (15)). Isto deve ter ocorrido possivelmente devido a presença do grits na argamassa. O grits apresenta, em sua superfície, óxidos provenientes da queima do óleo impregnado nos grãos de areia e pode inibir a germinação e crescimento dos cristais anidritos na estrutura do material.



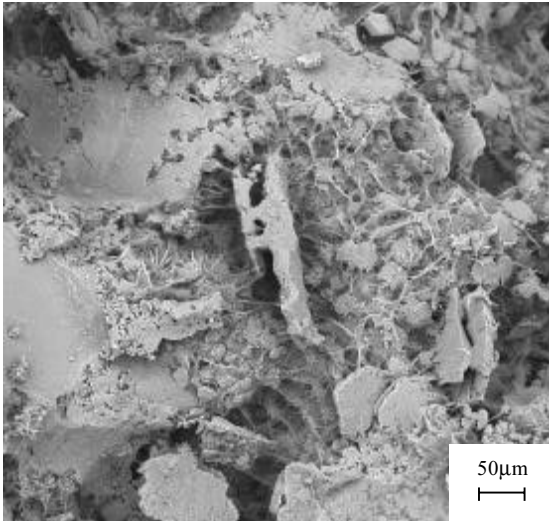


Figura 12. Detalhe da superfície do fragmento mostrando a formação cristalina sobre a superfície do agregado.

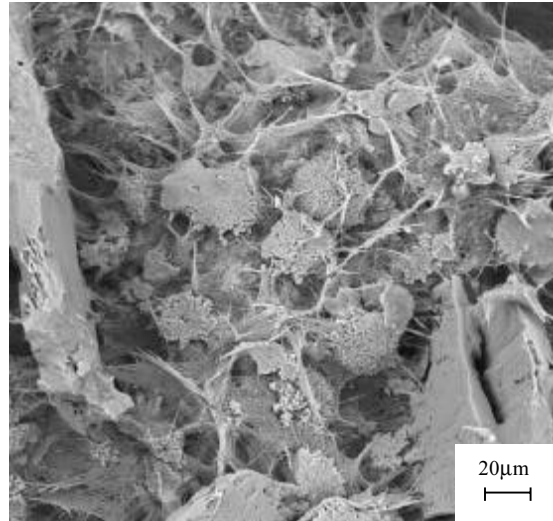


Figura 13. Detalhe da formação cristalina e das interfaces agregado/pasta.

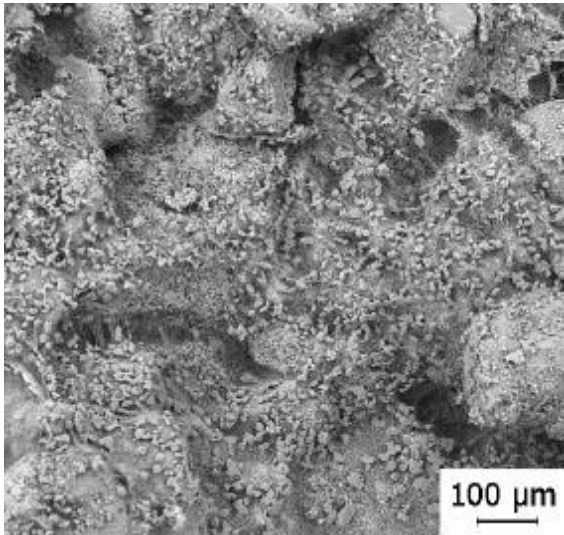


Figura 14. Micrografia da fratura cimento/areia e grits mostrando a interface agregado/gel.

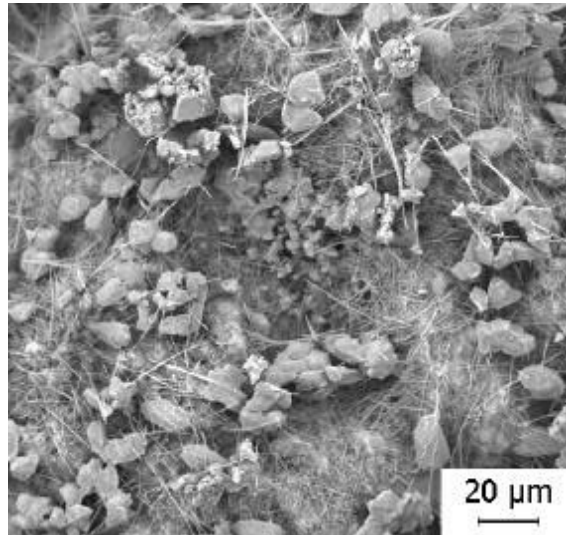


Figura 15. Micrografia de fratura cimento/areia/grits mostrando os cristais de anidritos.

#### 4. Conclusão

Em conclusão pode-se dizer que o estudo de caracterização da morfologia e da microestrutura das matérias primas é de grande importância no que concerne a utilização de resíduos sólidos industriais na preparação de argamassa para aplicação na construção civil. Em particular, neste trabalho destaca-se a diferença de composição dos dois cimentos. A grande quantidade de cinza já existente no cimento CII-Z-32 é a responsável pela baixa resistência mecânica e pela microestrutura grosseira dos corpos de prova elaborados e comparados com aqueles obtidos com um cimento de melhor qualidade, o CPI-S-32. Para o caso da morfologia do resíduo cinza preta, constatou-se que as partículas são menores às do cimento. A morfologia do grits, se comparada com os grânulos de areia, apresenta tamanho de grânulos superiores, mas não prejudica a microestrutura do material.

Observando as micrografias da superfície de fratura das amostras pode-se dizer que para o caso da matriz (Rz), ao contrário da matriz (Rs), obteve-se uma microestrutura porosa com crescimento desordenado dos cristais anidritos, possivelmente devido a grande presença de cinza observado no cimento, inibindo a formação do gel e a germinação e crescimento ordenado dos cristais anidritos. Para o caso da microestrutura do material com 10% de cinza preta (K), encontrou-se uma microestrutura menos porosa se comparado com a matriz (Rz), e uma distribuição mais ordenada dos

cristais anidritos. Os corpos de prova obtidos com cimento CPI-S-32 + 5% de cinza preta (J) não apresentam alterações significativas com relação à matriz (Rs). A distribuição do resíduo é homogênea em uma matriz de baixa porosidade e com cristais anidritos bem desenvolvidos. Para o cimento CPII-Z-32 com 10% grits (L) observou-se uma microestrutura apresentando uma porosidade ainda menor, se comparado com as amostras anteriores (Rz) e (K), apresentando uma boa interface agregado/gel. Outra observação foi uma menor quantidade de fibras de anidritos presentes na microestrutura quando comparada com a matriz (Rz) e a amostra cimento/10% cinza preta (K) (Fig. (15)).

A partir dos estudos realizados sobre a morfologia dos resíduos a serem incorporados na argamassa de cimento como função de substituição do aglomerante e do agregado fino pode-se dizer que a cinza preta apresenta composição e microestrutura semelhante à dos aglomerantes hidráulicos, podendo assim, ter um comportamento aglomerante idêntico. Já o grits é semelhante ao agregado fino (areia) podendo perfeitamente ser incorporado na argamassa, em substituição à areia.

Com relação aos resíduos fibras e dregs, apesar de apresentarem bons resultados de resistência mecânica, sua valorização é mais viável na geração de energia do que como aglomerantes hidráulicos.

## 5. Agradecimentos

Ao CNPQ pelo apoio financeiro a essa pesquisa, por meio de bolsa de iniciação científica.

## 6. Referências

- Bauer, L.A.F., 1987, "Materiais de Construção", 5ª ed., vol. 1, Rio de Janeiro, Ed. LTC- Livros Técnicos e Científicos., p. 71-72 e 79.
- Masuro, A. B., Dal Molin, D.C.C., Vilela, A. F., 1998, "Caracterização de escórias de aciaria como material alternativo na construção civil", Anais do 13º CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, CDROM, p.4769-4778.
- Moura, W. A., Dal Molin, D.C.C., Vilela, A. F., 1998, "Caracterização de escória de cobre com vistas à utilização em concretos e argamassas", Anais do 13º CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, CDROM, p. 3403-3412.
- Teles, A. R., Camargo, N.H.A., 1999, "Elaboração e Caracterização de Blocos para Construção Civil a Partir de Resíduos sólidos Industriais", Relatório de Iniciação Científica, CNPq, p. 51-60.
- Watanabe, A. P. , Nunes, J.J., Rebello, L., Moreno, M. A., Mendes, J.M.M., Buchler, P.M., 1994, "Reaproveitamento de resíduo catalítico da fabricação de polipropileno em massa de porcelana", Anais do 38º Congresso Brasileiro de Cerâmica e 2º Encontro de Mineradores e Consumidores, Volume II, p. 546-551.
- NBR 5732 – Cimento Portland Comum – Especificações.
- NBR 5738 – Moldagem e cura de corpos de prova cilíndricos ou prismáticos de concreto.
- NBR 5739 – Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos de concreto.
- NBR 7215 - Cimento Portland – Determinação da Resistência à Compressão – Método de Ensaio.
- NBR 12821 - Preparação de Concreto em Laboratório.
- NBR 77211 – Agregados para Concreto – Especificações.

## ASSESSMENT OF CELLULOSE AND PAPER INDUSTRY WASTES AS HIDRAULIC BINDERS

### Enori Gemelli

Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Ciências Tecnológicas  
Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil.  
[dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

### Nelson Heriberto Almeida Camargo

Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Ciências Tecnológicas  
Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil.  
[dem2nhac@joinville.udesc.br](mailto:dem2nhac@joinville.udesc.br)

### Janaína Brescansin

Departamento de Engenharia Civil, Centro de Ciências Tecnológicas

Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil.

**Abstract** – *The goal of this work was to study the utilization of cellulose and paper industry wastes in mortars for the building materials. The mortars were elaborated with CPI-S-32 or CPH-Z-32 Portland cements and sand in the proportion of 1:3. It was incorporate four solids residues, denominated Fibers, Dregs, Black Ash and Grits, in several proportions in the mortars. The black ash (bottom ash) and dregs residues were used in substitution to the cement while the fibers and grits residues were used in substitution to the sand. The cure time of the samples has varied from 7 to 28 days.*

*The results of the mechanical tests showed a strong influence of the cement type and of the cure time in the values of the samples resistance to the axial compression. The best values were obtained with cure time of 28 days and with the CPI-S-32 cement. On the other hand, the residue type and its concentration also influence in the resistance to the axial compression. The best results was obtained with the black ash and the grits residues.*

*The characterization of the raw materials and of the samples obtained with different mixtures showed that the CPH-Z-32 cement presents a great amount of impurities, mainly inert ashes. These impurities are responsible for the low mechanical resistance, vacancies, and insufficient and disordered formation of the anhydrite crystals. On the other hand, the incorporation of the black ash or grits residues improves the quality of the microstruture and, consequently, the mechanical resistance. The incorporation of black ash residue in the mortar obtained with CPI-S-32 cement has little influence in the microstruture and therefore in the mechanical resistance.*

**Key-words** - *Waste, Mortar, building materials, Microstruture.*

# VALORIZAÇÃO DO RESÍDUO DO PROCESSO DE FOSFATIZAÇÃO COMO MATÉRIA PRIMA PARA A CONSTRUÇÃO CIVIL

## Enori Gemelli

Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Ciências Tecnológicas  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil  
[dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

## Leonardo Saragiotto Colpini

Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Ciências Tecnológicas  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil

## Adriano Pereira

Universidade da Região de Joinville (UNIVILLE)  
Departamento de Química Industrial  
Campus Universitário, Bairro Bom Retiro  
89201-972, Joinville/SC, Brasil

**Resumo.** O processo de fosfatização realizado na indústria de transformação de superfícies metálicas gera um resíduo conhecido como "borra de fosfato". Este composto indesejável e de difícil eliminação está sendo depositado em aterros industriais, o que representa degradação e risco de contaminação do meio ambiente. O objetivo deste trabalho foi de encontrar uma aplicação economicamente viável para este resíduo. Optou-se primeiramente pela sua incorporação na massa para fabricação de pisos e azulejos (cerâmica branca). A argila utilizada foi fornecida pela Empresa Mineração Tabatinga LTDA do Paraná e a borra de fosfato pelo Grupo Empresarial Multibrás de Joinville - SC. Neste trabalho, a borra de fosfato foi incorporada na argila nas proporções de 0 a 20% em massa e sinterizadas a 950, 1050 e 1150 °C. Estes corpos de prova foram caracterizados quanto à microestrutura, estética, resistência mecânica, retração, densidade e porosidade. De modo geral, os resultados mostraram que o resíduo melhora as propriedades da argila, independentemente da temperatura de sinterização. No entanto, a 1150 °C os materiais estão mais bem sinterizados e apresentam maior resistência mecânica. A porosidade aumenta com a concentração em resíduo mas apresenta-se bem distribuída e com tamanhos micrométricos (< 8 µm). Esta porosidade pode provocar uma ramificação das fissuras, o que explicaria o aumento da resistência mecânica.

**Palavras-chave:** Resíduo, Borra de fosfato, Cerâmica branca, Construção civil.

## 1. Introdução

Os resíduos sólidos industriais e urbanos constituem atualmente em um dos principais problemas ambientais a serem enfrentados no País. A atividade industrial é a grande geradora de resíduos de natureza perigosa, oriundos principalmente dos setores químicos.

Fortemente influenciada pelo fator custo ou pela falta de estudo mais detalhado, a destinação dos resíduos sólidos muitas vezes não é a mais adequada. Quando estocados em aterros sanitários industriais roubam espaço físico, degradam a natureza, apresentam risco permanente de contaminação do meio e constituem matéria-prima ou fonte de energia desperdiçada.

Diversas empresas já estão se conscientizando do problema ambiental e estão se reestruturando a fim de diminuir ou eliminar os resíduos através da reciclagem ou do seu reaproveitamento. Dos estudos realizados até agora já foi possível concluir que certos resíduos podem ser incorporados em materiais cerâmicos utilizados na construção civil [Dondi e al., 1998, Luque, 1995, Palmonari e Tenaglia, 1985, Facincani e Borroni, 1987, Khalil e al., 1996, Prakash e Ahmad, 1987, Anderson e Jackson, 1983, De Gutierrez e Delvasto, 1996, Stefanov, 1989]. Mesmo quando adicionados em pequenas quantidades, grandes volumes de resíduos podem ser consumidos, pois a demanda de material neste setor é expressiva.

Os resíduos sólidos industriais são provenientes da extração, elaboração, transformação ou tratamento de materiais [Silva e Belo, 1996]. A conversão química superficial dos metais, que se destina a modificar as propriedades das superfícies, é um processo largamente difundido nas indústrias automotivas e de eletrodomésticos. Entre os métodos de transformação da superfície metálica, a fosfatização é um dos processos mais utilizados, pois prepara as superfícies para aumentar a aderência de tintas ou outros revestimentos assim como aumentar a resistência à corrosão. O processo de fosfatização gera um resíduo conhecido como "borra de fosfato". Este resíduo é composto basicamente de fosfato metálico -  $Zn(H_2PO_4)_2$ ,  $Fe_3(PO_4)_2$ , ou  $Mn_3(PO_4)_2$  - e outros metais que estão relacionados com o material em tratamento. Este composto indesejável e de difícil eliminação é aceito somente em aterros industriais controlados e em incineradores.

Devido aos custos elevados de incineração, a borra de fosfato está sendo depositada em aterros industriais. O gerenciamento do lixo industrial é feito por empresas terceirizadas. Neste caso os custos são mais baixos mas ainda

constituem um ônus significativo para as empresas. Esta constatação deu origem a este trabalho. O rejeito, que tanto prejudica o meio ambiente, ao invés de poluir poderia então aumentar a rentabilidade das empresas, que utilizam o processo de fosfatização, através do reaproveitamento do resíduo. Uma solução seria a sua utilização como matéria-prima para a fabricação de materiais para a construção civil. Dentre os materiais utilizados neste setor, a fabricação de telhas, tijolos, pisos ou azulejos é o que se apresenta com maiores perspectivas para absorver este tipo de resíduo. O objetivo deste trabalho foi então de encontrar uma aplicação economicamente viável para a borra de fosfato. Optou-se primeiramente pela sua incorporação na massa para fabricação de pisos e azulejos (cerâmica branca). A argila utilizada foi fornecida pela Empresa MINERAÇÃO TABATINGA LTDA do Paraná e a borra de fosfato pelo Grupo Empresarial Multibrás de Joinville - SC.

Neste trabalho, a borra de fosfato foi incorporada na argila nas proporções de 0 a 20% em massa e sinterizadas a 950, 1050 e 1150 °C. Estes corpos de prova foram caracterizados quanto à estética, resistência mecânica, retração, densidade e porosidade aberta/fechada. Análise química da matéria-prima (argila e resíduo) e análise microestrutural dos corpos de prova sinterizados, realizada através da difração de raios X e da microscopia eletrônica de varredura, também foram feitas a fim de interpretar os resultados obtidos.

## 2. Metodologia

### 2.1. Preparação das misturas e elaboração dos corpos de prova

A argila e a borra de fosfato foram secas em estufa com circulação de ar a 100 °C durante 24 horas. Preparou-se em seguida, amostras com aproximadamente 150 g cada de argila pura (sem resíduo) e argila com 5, 10, 15 e 20% (em massa) de resíduo. Cada amostra foi colocada em um moinho de bolas de 2 litros de volume onde foi adicionado água deionizada. As bolas, limpas e secas, foram pesadas antes e após a moagem das amostras para controle de contaminação. A relação entre bolas e amostras foi em torno de 2,5 : 1 em massa. O tempo de moagem foi de 6 horas a uma velocidade de rotação do moinho de bolas de 50 rpm. Logo após a moagem, o colóide passou por agitação lenta, em um agitador mecânico, durante 2 horas, seguido por secagem em um evaporador rotativo. O tempo de secagem variou de 2 a 3 horas sendo que a temperatura do banho de silicone ficou em torno de 80 °C.

Os pós (grânulos) secos obtidos com uma peneira, mesh 150, foram compactados a uma pressão de 150 MPa nas dimensões de 40 mm X 10 mm X 5 mm.

### 2.2. Sinterização

Os corpos de prova compactados foram sinterizados em um forno mufla em três temperaturas diferentes: 950, 1050 e 1150 °C, durante 2 horas. Os corpos de prova foram aquecidos a 5 °C/min até um patamar intermediário de 15 minutos a 570 °C e em seguida, aquecidos até a temperatura de ensaio a uma velocidade de 10 °C/min. O resfriamento ocorreu lentamente desligando-se o forno e mantendo-se os corpos de prova dentro do forno até a temperatura ambiente.

### 2.3. Caracterização dos corpos de prova

Os corpos de prova sinterizados foram caracterizados quanto à cor, resistência mecânica, retração, densidade, porosidade aberta/fechada e características morfológicas e estruturais.

A resistência mecânica à flexão foi determinada sobre 10 corpos de prova de cada amostra de acordo com a norma B 528 da ASTM. O limite de ruptura em flexão foi obtido com a seguinte equação:

$$\sigma_{rup} = \frac{3PL}{2t^2w} \quad (1)$$

Onde:  $\sigma_{rup}$  = tensão de ruptura em flexão;

P = carga de ruptura;

L = distância entre apoios;

t = espessura do corpo de prova;

w = largura do corpo de prova.

A densidade hidrostática (d), porosidade aberta/fechada foram determinadas através do método de Arthur [Pennings e Greliner, 1989]:

$$PA(\text{em}\%) = 100 \left( \frac{m_{iar} - m_{ar}}{m_{iar} - m_{i\acute{a}gua}} \cdot \frac{d_{\acute{a}gua}}{d_{xy}} \right) \quad (2)$$

$$PT(\text{em}\%) = 100 \left( 1 - \frac{m_{\text{ar}}}{m_{\text{iar}} - m_{\text{iágua}}} \cdot \frac{d_{\text{água}}}{d_{\text{amostra}}} \right) \quad (3)$$

$$PF = PT - PA \quad (4)$$

$$d(\text{g}/\text{cm}^3) = \left( \frac{m_{\text{ar}}}{m_{\text{iar}} - m_{\text{iágua}}} \right) d_{\text{água}} \quad (5)$$

Onde:  $m_{\text{iar}}$  = massa do corpo de prova, impregnado, no ar;  
 $m_{\text{ar}}$  = massa do corpo de prova, não impregnado, no ar;  
 $m_{\text{iágua}}$  = massa do corpo de prova, impregnado, na água;  
 $d_{\text{água}}$  = densidade da água;  
 $d_{\text{xy}}$  = densidade do xileno;  
 $d_{\text{amostra}}$  = densidade do corpo de prova;  
 PA, PT e PF são repectivamente as taxas de porosidades aberta, total e fechada.

### 3. Resultados experimentais e discussão

#### 3.1. físico-mecânicas

As Tabs. (1), (2), (3), (4), e (5) resumizam os resultados experimentais quanto à tensão de ruptura em flexão, retração linear, porosidade e densidade dos corpos de prova sinterizados a 950, 1050 e 1150 °C. As tabelas apresentam os valores médios obtidos.

A 1150 °C observa-se que a tensão de ruptura aumenta com a concentração de resíduo até 10%, tendendo a estabilizar para concentrações maiores. Passa-se então de 60 MPa a um valor aproximado de 70 MPa entre a argila pura e a argila contendo 10% de resíduo. A retração linear e a densidade diminuem com o aumento da concentração em resíduo. Por outro lado, para uma dada concentração de resíduo, a retração aumenta com a temperatura, porém a densidade permanece sensivelmente a mesma.

Quanto à cor, o resíduo escurece as amostras sinterizadas. A 1150 °C tem-se cor creme para a argila pura, creme escuro para a argila - 5% de resíduo, marrom claro para a argila - 10 % de resíduo, marrom para a argila - 15 % de resíduo e marrom escuro para a argila - 20 % de resíduo.

No que concerne à porosidade fechada, ela aumenta com a concentração de resíduo. Resultado este esperado tendo em vista que o resíduo apresenta matéria orgânica além de estar hidratado.

Tabela 1. Propriedades da argila MINA III CR sinterizada a 950, 1050 e 1150 °C.

Características	Temperatura de sinterização (°C)		
	950	1050	1150
Tensão de ruptura (MPa)	26,20	47,47	60,00
Retração linear (%)	1,92	5,16	7,24
Porosidade fechada (%)	5,05	4,85	5,89
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	1,90	2,08	2,55
Cor	Creme claro	creme	creme

Tabela 2. Propriedades das amostras argila - 5% resíduo sinterizadas a 950, 1050 e 1150 °C.

Características	Temperatura de sinterização (°C)		
	950	1050	1150
Tensão de ruptura (MPa)	40,00	52,50	62,00
Retração linear (%)	3,20	5,78	7,52
Porosidade fechada (%)	6,00	6,54	5,65
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2,46	2,45	2,40
Cor	Creme escuro	Creme escuro	Creme escuro

#### 3.2. Análise química

O resíduo do processo de fosfatização coletado no sistema de tratamento apresenta, após secagem do lodo, coloração branca. As análises químicas por absorção atômica mostraram que ele é composto basicamente de matéria orgânica e 11,5% Fe, 5,6% Zn, 0,25% de cloretos, 0,25% de fluoretos, 0,05% Cr, 0,1% Ni, 0,1% Al, 0,1% de antimônio e traços de chumbo, cobre, selênio e magnésio.

A Empresa MINERAÇÃO TABATINGA LTDA forneceu a argila, denominada MINA III CR, com a seguinte composição: 48,50% SiO<sub>2</sub>, 32,70% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 2,25% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, < 0,01% MnO<sub>2</sub>, 3,40% TiO<sub>2</sub>, 1,11% CaO, 0,10% MgO, 0,25% Na<sub>2</sub>O e 0,95% K<sub>2</sub>O.

Tabela 3. Propriedades das amostras argila - 10% resíduo sinterizadas a 950, 1050 e 1150 °C.

Características	Temperatura de sinterização (°C)		
	950	1050	1150
Tensão de ruptura (MPa)	45,40	58,86	70,40
Retração linear (%)	3,82	4,89	6,54
Porosidade fechada (%)	10,82	12,54	11,64
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2,47	2,35	2,26
Cor	Marrom claro	Marrom claro	Marrom claro

Tabela 4. Propriedades das amostras argila - 15% resíduo sinterizadas a 950, 1050 e 1150 °C.

Características	Temperatura de sinterização (°C)		
	950	1050	1150
Tensão de ruptura (MPa)	38,00	41,90	68,70
Retração linear (%)	2,96	4,15	5,82
Porosidade fechada (%)	14,34	15,67	14,76
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2,27	2,25	2,20
Cor	Marrom	Marrom	Marrom

Tabela 5. Propriedades das amostras argila - 20% resíduo sinterizadas a 950, 1050 e 1150 °C.

Características	Temperatura de sinterização (°C)		
	950	1050	1150
Tensão de ruptura (MPa)	44,60	59,20	68,00
Retração linear (%)	2,71	3,70	5,43
Porosidade fechada (%)	18,73	20,43	21,13
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2,24	2,28	2,16
Cor	Marrom escuro	Marrom escuro	Marrom escuro

### 3.3. Difração de raios X

As análises por difração de raios X do resíduo mostraram um forte barulho (ruído) de fundo e nenhum pico evidente, o que confirma seu caráter amorfo. Vários tratamentos térmicos, entre 600 e 850 °C, foram realizados a fim de cristalizar o resíduo. O tempo de tratamento térmico, após estabilização da temperatura, foi de 2 (duas) horas. Observou-se que entre 600 e 750 °C ocorre desidratação e volatilização de matéria orgânica. O resíduo começa a cristalizar em temperaturas superiores a 800 °C. Acima de 900 °C (entre 900 e 950 °C) o resíduo começa a fundir.

A análise por difração de raios X de uma amostra sinterizada por duas horas a 850 °C mostrou que o resíduo cristalizado é formado principalmente de óxido de silício (SiO<sub>2</sub>), óxido de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), óxido de zinco (ZnO) e óxido de manganês (MnO). Vários outros pequenos picos aparecem na difração de raios X, porém não foi possível identificá-los com precisão. Estes picos podem ser devido à presença de óxidos complexos tais como espinéis e/ou soluções sólidas. Contudo, os elementos químicos de baixa concentração contidos no resíduo se oxidam e se encontram sob forma de solução sólida nos óxidos majoritários ou sob forma de óxidos compostos. Deve-se salientar que o silício e o manganês não foram dosados por absorção atômica. A presença de silício no resíduo, em proporção majoritária, é devido à utilização de ácido exa-fluossilícico no banho de fosfato.

Sobre a argila pura não sinterizada, os picos de difração evidenciam a presença, em ordem decrescente, de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub> e CaO. Alguns picos indicam a presença de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e/ou Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Devido à semelhança estrutural destes dois óxidos, não foi possível afirmar se a hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) encontra-se isolada ou em solução sólida com a alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Os outros compostos (MgO, Na<sub>2</sub>O e K<sub>2</sub>O) não foram identificados por raios X por estarem presentes em baixa concentração.

Amostras sinterizadas a 1150 °C da argila pura e argila com 10 e 20% de resíduo foram analisadas por difração de raios X. Pôde-se observar que os picos de difração da argila pura sinterizada, com exceção das intensidades, são semelhantes àqueles encontrados sobre a argila pura não sinterizada. Isso mostra que os óxidos presentes na argila pura são estáveis e que não há mudança de estrutura durante a sinterização. No entanto, na interface dos grânulos, devido à difusão, é possível haver a formação de soluções sólidas como é o caso do óxido de ferro e de alumínio, assim como a formação de compostos de óxidos. De acordo com a difração de raios X, a argila é basicamente um silicato de alumínio. Este composto pode admitir a presença de outros elementos químicos como ferro, manganês, titânio, etc..

A comparação dos espectros de raios X do resíduo cristalino com as amostras de argila contendo resíduo, sinterizadas, mostraram que os picos das fases presentes no resíduo cristalizado não aparecem, ou pelo menos não são predominantes, nas amostras de argila com resíduo. Isso mostra que os elementos químicos presentes no resíduo são incorporados nos óxidos da argila pura e/ou estes elementos químicos se oxidam formando óxidos com estrutura cristalina iguais àqueles da argila pura. Um exemplo disso é o pico principal, que corresponde ao óxido  $\text{SiO}_2$ , encontrado a  $2\theta = 30,4$  no resíduo cristalino. Ele desaparece completamente sendo que nas amostras de argila com resíduo, o pico de  $\text{SiO}_2$ , também principal, é encontrado a  $2\theta = 26,7$ . Nenhum pico evidente de óxido foi encontrado em  $2\theta = 30,4$  sobre as amostras de argila com resíduo.

### 3.4. Análise morfológica e microestrutural

A análise metalográfica das amostras sinterizadas foi realizada no microscópio eletrônico de varredura. Foram feitas observações nas faces de ruptura dos corpos de prova sinterizados a  $1150\text{ }^\circ\text{C}$ . As Figs. (1), (2), e (3) mostram, respectivamente, uma vista geral da evolução da morfologia/microestrutura das amostras com concentração crescente de resíduo na argila (0,00; 10,00 e 20,00%).

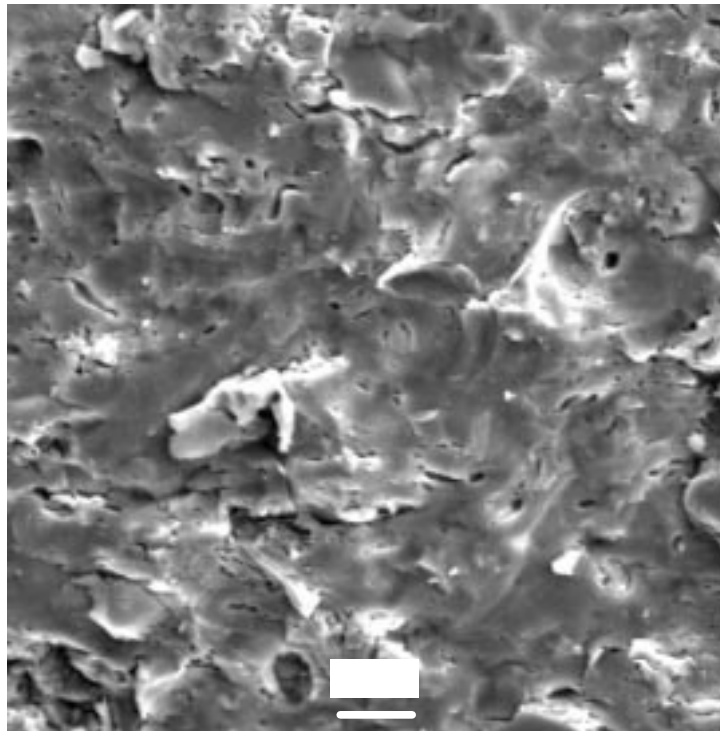


Figura 1. Micrografia eletrônica mostrando a estrutura da argila pura (sem resíduo) sinterizada a  $1150\text{ }^\circ\text{C}$ .

As observações metalográficas mostraram que as amostras de argila com resíduo estão mais bem sinterizadas do que as amostras com argila pura, independente da temperatura. Individualmente, quanto maior a temperatura, mais bem sinterizado fica o material. No entanto, ao contrário das amostras com resíduo, a argila pura não atinge sinterização completa a  $1150\text{ }^\circ\text{C}$ . Por outro lado observa-se uma porosidade crescente com a incorporação de resíduo na argila. Porosidade esta que se explica pela presença de matéria orgânica e eventualmente de hidróxidos no resíduo. No entanto esta porosidade está bem distribuída e apresenta tamanho menor ou igual a  $8\text{ }\mu\text{m}$ .

### 5. Conclusão

A argila utilizada neste trabalho é composta basicamente de silicato de alumínio contendo na sua composição, principalmente, óxido de ferro, titânio e cálcio. O resíduo é um composto amorfo, mas que cristaliza em temperaturas entre  $800$  e  $900\text{ }^\circ\text{C}$  formando essencialmente óxido de silício, ferro, zinco e manganês. Entre  $600$  e  $700\text{ }^\circ\text{C}$  ocorre desidratação e volatilização da matéria orgânica presente no resíduo.

A incorporação do resíduo modifica as características da argila. O escurecimento do material contendo resíduo se explica pela oxidação dos metais presentes no resíduo. Durante a sinterização, é bem provável que estes elementos químicos são incorporados nos óxidos presentes na argila, sob forma de solução sólida como é o caso por exemplo do ferro, manganês e eventualmente o titânio, no silicato de alumínio (composto presente na argila pura), ou se oxidam formando compostos, podendo ser compostos complexos de óxidos.



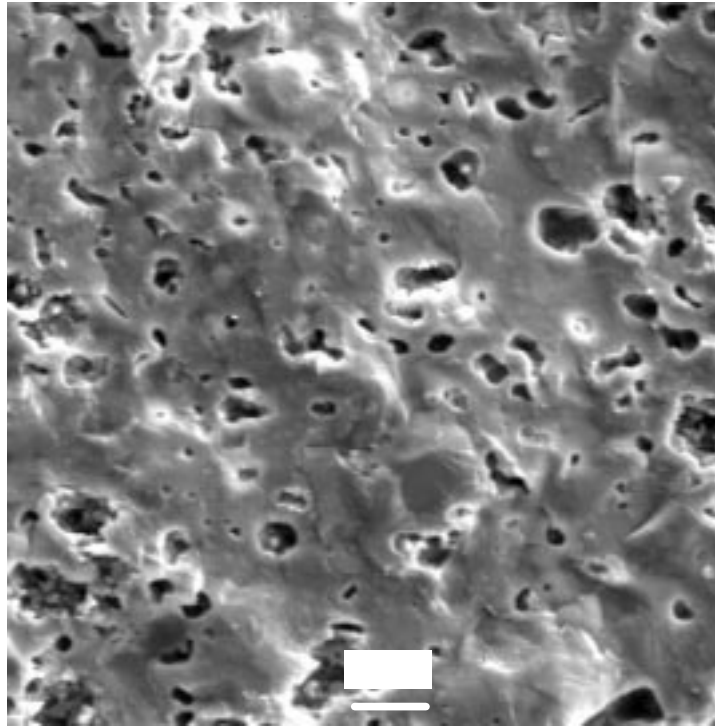


Figura 2. Micrografia eletrônica mostrando a estrutura da amostra argila - 10% resíduo sinterizada a 1150 °C.

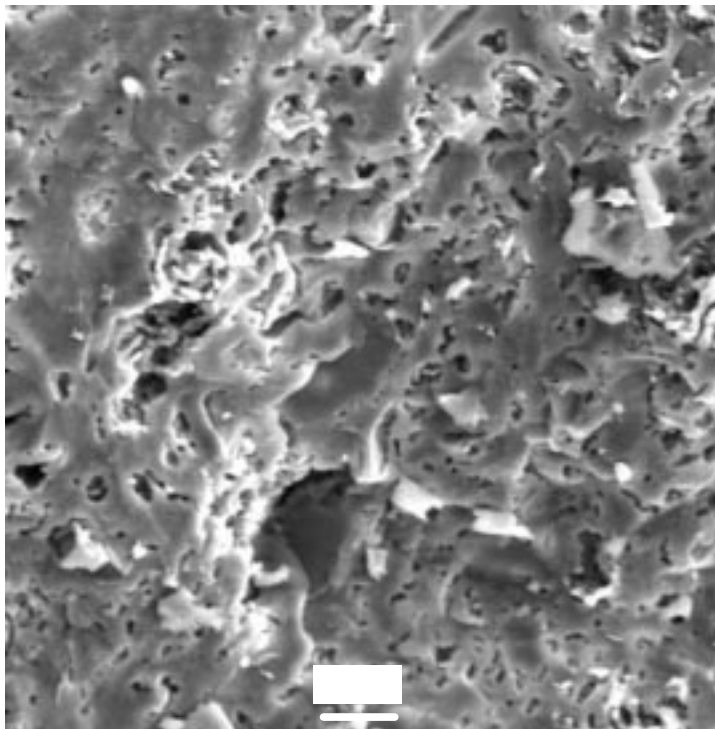


Figura 3. Micrografia eletrônica mostrando a estrutura da amostra argila - 20% resíduo sinterizada a 1150 °C.

A formação crescente de microporosidade com a concentração em resíduo é devido à presença de matéria orgânica no resíduo. Por outro lado, a resistência mecânica aumenta até um valor máximo de 70 MPa para a argila contendo 10% de resíduo. Acima deste valor, a resistência mecânica tende a diminuir sensivelmente. O aumento da resistência mecânica pode estar ligado à dois fatores: por um lado, as amostras contendo resíduo atingem a sinterização completa ou quase completa, o que não acontece com a argila sem resíduo. Por outro lado, a microporosidade também contribuiria com o aumento da resistência mecânica por efeito de desvio ou ramificação das fissuras, principalmente para a amostra contendo 10% de resíduo. Para concentrações maiores em resíduo, o tamanho das porosidades, pelo menos algumas, pode estar acima do tamanho crítico, fazendo com que a resistência do material diminua. Este fato

explicaria a tendência que o material apresentou em diminuir a resistência à flexão para concentrações acima de 10% de resíduo.

Em conclusão pode-se dizer que a utilização do resíduo de fosfato em cerâmica branca proporciona resultados interessantes: ele diminui a temperatura de sinterização da argila e aumenta a resistência mecânica em flexão. Por consequência o reaproveitamento do resíduo pode diminuir os custos de produção através da diminuição de energia e de matéria prima.

## 6. Referências

- Anderson, M. e Jackson, G., 1983, "The beneficiation of power station coal ash and its use in heavy clay ceramics", Trans. Br. Ceram., 82, pp. 50-55.
- De Gutierrez, R.M. e Delvasto, S., 1996, "Scorie di carbone: una materia prima alternativa per mattoni in laterizio", Ceramurgia, 26, pp. 1111-1113.
- Dondi, M., Fabbri, B., e Marsigli, M., 1998, "Resenha das experiências de reciclagem de resíduos industriais e urbanos na produção de tijolos. 3º Encontro Internacional sobre Inovação Tecnológica em Processos e Produtos da Indústria Cerâmica: Revestimentos, Sanitários, Louças de mesa e Cerâmica Estrutural", Cerâmica Informação, novembro/dezembro, pp. 17-30.
- Facincani, E. e Borroni, M., 1987, "Impiego di fanghi provenienti da impianti ceramici di smaltatura per il miglioramento qualitativo di prodotti di laterizio", Proc. 7tu CERP Conference, Torin, pp. 198-206.
- Khalil, A.A., Hanunad, E.M. e Mohamed, L., 1996, "Effect of firing temperature on the phase composition and physical properties of High Dam Lake sediments" Tile & Brick Int. 12 111, pp. 16-19.
- Luque, F.J., 1995, "Utilizzo dei noccioli d'oliva come combustibile in una fabbrica di laterizi", L'industria dei Laterizi, 35, pp. 370-372.
- Palmonari, C. e Tenaglia, A., 1985, "Manufacture of heavy-clay products with the addition of residual sludges from other ceramic industries", Miner. Petrogr. Acta, 29/A, pp. 547-562.
- Pennings, E.C.M. e Greliner, W., 1989, "Precise nondestructive determination of the density", J. Am. Ceram. Soc., V. 72, N° 7, pp. 1268-1270.
- Prakash, S. e Ahmad, F.U., 1987, "Utilization of mineral and mining wastes in building materials", Ind. Ceram., 7, N° 4, pp. 195-199.
- Sefanov, S., 1989, "L'impiego degli scarti industriali nella produzione del laterizio", Ceramurgia, 19, pp. 236-239.
- Silva, N.I.W. e Belo, P., 1996, "Avaliação de misturas de resíduo sólido com argila plástica para aplicação em cerâmica vermelha", Anais do 40º Congresso Brasileiro de Cerâmica e 1º Congresso de cerâmica do Mercosul - Parte II, pp. 335-338.
- Stefanov, S., 1989, "The use of industrial wastes in the brick and tile industry", Ziegelindustrie Int., 3, pp. 137-141.

## VALORIZATION OF THE PHOSPHATIZATION PROCESS RESIDUE AS RAW MATERIALS FOR CIVIL BUILDING INDUSTRY

### Enori Gemelli

Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Ciências Tecnológicas  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil  
[dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

### Leonardo Saragiotto Colpini

Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)  
Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Ciências Tecnológicas  
Caixa Postal 631, 89223-100, Joinville/SC, Brasil

### Adriano Pereira

Universidade da Região de Joinville (UNIVILLE)  
Departamento de Química Industrial  
Campus Universitário, Bairro Bom Retiro  
89201-972, Joinville/SC, Brasil

**Abstract.** From industrial phosphatization process, carried out on the metallic surfaces, we have a phosphate sludge generates during the process. This undesirable waste is being stocked in an industrial disposal and this procedure represents a contamination risk for environment. Therefore, the goal of this work is to find a viable application to the phosphatization process residue. In a first time we have decided to incorporate the solid residue in a white clay used to elaborate tiles. The clay was supplied by Tabatinga LTDA Company (Paraná) and the phosphate residue by Multibrás industry from Joinville - SC. In this work the phosphatization process residue was incorporated in the clay in the proportions from 0 to 20 Wt. % and sintered to 950, 1050 and 1150 °C. The raw materials and the samples were characterized by chemical and microstructural analysis, and by mechanical tests in order to

*interpret the results obtained. Also, the follows characteristics of the samples were observed: color, contraction, density and porosity. In general, the results showed that the residue improves the properties of the clay, independently of the sintering temperature. However, at 1150 °C the materials are better sintered and present higher mechanical resistance. The porosity increases with the residue concentration but remains well distributed with micrometric sizes (< 8 μm). This porosity could explain the increase of the mechanical resistance by the fissures ramification mechanism.*

**Key-words:** *Waste, Phosphate residue, white clay, building materials.*

## RELATIONSHIP BETWEEN THE $A_{66}/D_{66}$ RATIO AND THE IMPACT ENERGY OF HYBRID GLASS FABRIC-ARAMID FABRIC COMPOSITES

**Marden Valente de Souza**

Science and Technology Center, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Av. Alberto Lamego, 2000 - Horto - 28015-820, Campos, RJ, Brazil.

**Sérgio Neves Monteiro**

Science and Technology Center, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Av. Alberto Lamego, 2000 - Horto - 28015-820, Campos, RJ, Brazil.

**José Roberto M. d'Almeida**

Materials Science and Metallurgy Department, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rua Marquês de São Vicente, 225 - Gávea - 22453-900, Rio de Janeiro, RJ, Brazil.

dalmeida@dcm.puc-rio.br

**Abstract.** *In this work a study was undertaken to model the relationship between the impact strength and lamina stacking sequence using the macromechanical approach of composites. Although strictly developed for quasi-static problems, the use of the macromechanical equations to model impact events such as those caused by the standard Charpy, Izod or tensile impact tests is possible because, under the strain rates imposed by these tests, the behavior of the material still follows the approach of continuum mechanics. The results obtained show that there is a strong influence of the ratio of the  $A_{66}$  and  $D_{66}$  on the impact behavior of the composites. The macroscopic fracture modes of the composites were analyzed, the main acting fracture mechanism was determined, and a relationship between the  $A_{66}/D_{66}$  ratio and the impact energy of hybrid glass fabric-aramid fabric composites was established.*

**Key-words:** *hybrid composites, impact strength, stiffness matrix, coupling effects.*

### 1. Introduction

Nowadays, composite materials are being largely used in many industrial fields, such as aerospace, automobile, and offshore industries (Quinlivan, 1987). Typical examples of their widespread applications are panel boards for the aerospace industry or shafts for the automobile industry (Gibson, 1994). These materials have some advantages over the more traditional engineering materials, like metals, especially with respect to their high stiffness to density and strength to density ratios (Ashby, 1993). Among the most used composite materials, those reinforced with continuous fibers or with fabrics are very suitable for load bearing applications. Furthermore, laminated composites obtained by stacking laminas with continuous fibers or fabrics are one of the most efficient light weight load bearing materials, with the advantage of large design flexibility.

The use of fabrics as reinforcement in composite materials poses, nevertheless, many theoretical problems, due to the much more complicated task of modeling their behavior when compared to the modeling of non-woven reinforced fiber composites (Thon, 1999; Ito and Chou, 1998). These problems are intensified when modeling load bearing components or structures submitted to impact events, where dynamics could have to be taken into account.

In this work a study was undertaken to model the relationship between the impact strength of glass fabric-aramid fabric hybrid/resin matrix composites and the lamina stacking sequence. The approach of the macromechanical behavior of composites was adopted, and it is shown that, although strictly developed for quasi-static problems, its use to model impact events such as those caused by the standard Charpy, Izod or tensile impact tests is feasible. In fact, this approach is adopted by other researchers (Li et al, 1994), because under the strain rates imposed by these tests the behavior of the material could still follow the approach of continuum mechanics (Meyers, 1994).

### 2. Overview of the theoretical aspects

According to the well established equations of the macromechanical behavior of composite materials, the resultant forces and moments acting on a laminated composite are related to the laminate extensional stiffness matrix,  $A_{ij}$ , to the laminate coupling stiffness matrix,  $B_{ij}$ , and to the laminate bending stiffness matrix,  $D_{ij}$ ; where the values of  $i, j = 1, 2$  or 6 for the plane stress condition (Gibson, 1994). The values of  $A_{ij}$ ,  $B_{ij}$ , and  $D_{ij}$  are dependent on the transformed reduced stiffness matrix,  $\bar{Q}_{ij}$ , and on the relative position of the lamina within the thickness of the laminate. Therefore, the values of the  $A_{ij}$ ,  $B_{ij}$ , and  $D_{ij}$  matrices can be varied by changing the material properties, and thus the  $\bar{Q}_{ij}$  matrix, or by varying the lamina sequence inside a laminate.

As it is fully described on many textbooks, there are several special laminate configurations where the coupling elements of each stiffness matrix, viz.  $A_{16}$  and  $A_{26}$  for the extensional matrix,  $B_{16}$  and  $B_{26}$  for the coupling matrix, and  $D_{16}$  and  $D_{26}$  for the bending matrix are imposed to vanish. This is the case of cross-ply laminates, where the fibers

make 0° or 90° degrees with the edge of the laminates, as shown in Fig. (1). For these special composite configurations the overall equation relating resultant forces,  $N_i$ , and moments,  $M_i$ , with strain,  $\epsilon$ , and curvatures,  $k_i$ , are given by (Gibson, 1994):

$$\begin{Bmatrix} N_x \\ N_y \\ N_{xy} \\ M_x \\ M_y \\ M_{xy} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & 0 & B_{11} & B_{12} & 0 \\ A_{12} & A_{22} & 0 & B_{12} & B_{22} & 0 \\ 0 & 0 & A_{66} & 0 & 0 & B_{66} \\ B_{11} & B_{12} & 0 & D_{11} & D_{12} & 0 \\ B_{12} & B_{22} & 0 & D_{12} & D_{22} & 0 \\ 0 & 0 & B_{66} & 0 & 0 & D_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \epsilon_x^0 \\ \epsilon_y^0 \\ \epsilon_{xy}^0 \\ k_x \\ k_y \\ k_{xy} \end{Bmatrix} \quad (1)$$

For the more special case of symmetric laminates the entire coupling matrix,  $B_{ij}$ , is zero (Gibson, 1994).

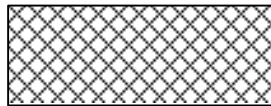


Figure 1. Cross-ply laminate.

### 3. Experimental methods and materials

Glass and aramid fabrics with the plain weave configuration were used in this work. Table (1) shows the basic specifications of these fabrics and Fig. (2) shows an illustration of the plain weave configuration.

Table 1. Characteristics of the glass fabric and aramid fabric used as reinforcement.

	Glass fabric	Aramid fabric
Fabric configuration	Plain weave	Plain weave
Ply thickness, mm	1.5	1.7
Fabric weight, kg/m <sup>2</sup>	1.07	0.74

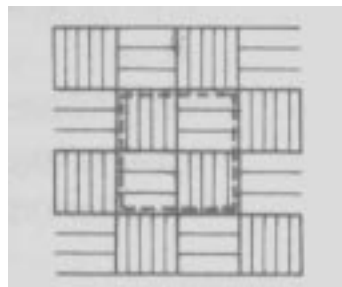


Figure 2. The plain weave configuration.

The epoxy system used as matrix was the common room temperature DGEBA/TETA, which is obtained by mixing 13 parts, in weight, of the hexafunctional aliphatic amine triethylene tetramine, TETA, with 100 parts, in weight, of the epoxy monomer diglicidyl ether of bisphenol-A, DGEBA. This hardener to epoxy mixture corresponds to the stoichiometric ratio of this epoxy system.

Glass, aramid and hybrid glass-aramid cross-ply composites, each one with 5 plies were fabricated by the hand lay-up procedure. Table (2) shows the staking sequences analyzed, where [V] denotes a glass fabric lamina and [K] an aramid fabric lamina. The cure of the laminates was done at room temperature. As recommended by the resin manufacturer, to guarantee the complete setting of the resin matrix, the composites were left at rest by no less than 7 days before machining of the test specimens.

Unnotched specimens 25 mm wide, 75 mm long and 10 mm thick were machined and impact tested. The Charpy impact test was conducted following the procedures of the ASTM standard D256 using a span to depth ratio of 40/10. At least 10 specimens were tested per staking sequence considered. An instrumented equipment from Tinius Olsen, was used and, therefore, the entire impact event could be followed recording the load vs. time and/or energy vs. time curves. An illustration of the trace of the curves obtained is shown in Fig. (3).

The fracture surfaces of the tested specimens were analyzed by scanning electron microscopy, SEM, to identify energy absorbing mechanisms, like delamination and fiber pull-out (Purslow, 1986). The SEM analysis was performed using secondary electrons imaging with a beam voltage of 15-20 kV.

Table 2. Staking sequence, total energy absorbed and macroscopic failure mode of the composites analyzed.

Laminate	Staking sequence	Total energy, kg.m
1	[V] <sub>5</sub>	3.06 ± 0.30
2	[K] <sub>5</sub>	2.58 ± 0.27
3	[K <sub>3</sub> /V <sub>2</sub> ]	2.68 ± 0.45
4	[V <sub>2</sub> /K/V <sub>2</sub> ]	3.30 ± 0.46
5	[K <sub>2</sub> /V <sub>3</sub> ]	2.76 ± 0.31
6	[K <sub>2</sub> /V/K <sub>2</sub> ]	2.10 ± 0.21
7	[V <sub>3</sub> /K <sub>2</sub> ]	2.58 ± 0.40
8	[V/K/V/K/V]	2.72 ± 0.21
9	[K/V/K/V/K]	2.26 ± 0.37
10	[V <sub>2</sub> /K <sub>3</sub> ]	2.23 ± 0.36

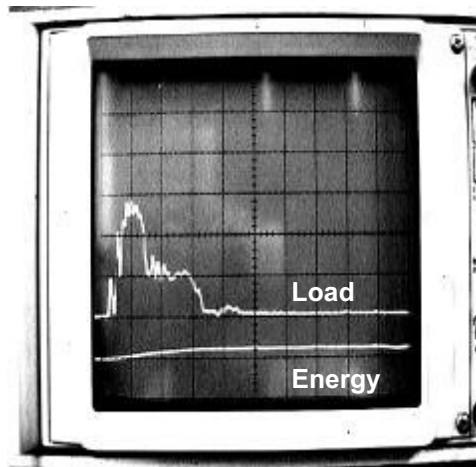


Figure 3. Example of the load vs. time and energy vs. time curves obtained at an instrumented impact test.

**4. Experimental results**

The experimental results are shown in Tab. (2), where one can see that the glass fabric dominated composites have the best impact performance. This is not surprising because aramid fibers do not perform well under compression, and the Charpy impact test poses a bending loading on the test specimens. Similar results were already found for unidirectional glass fiber and aramid fiber composites (Naglis and d’Almeida, 1998).

The macroscopic inspection and the fractographic analysis of the tested specimens shows that delamination was common to all composites. However, for composites showing a more planar failure, the laminas are delaminated only to short distances from the fracture plane, Fig. (4). Complete delamination between neighboring laminas was observed for the other composites, Fig. (5). A complete description of the fractographic analysis of these composites can be found elsewhere (Souza et al., 2001a; Souza et al., 2001b).

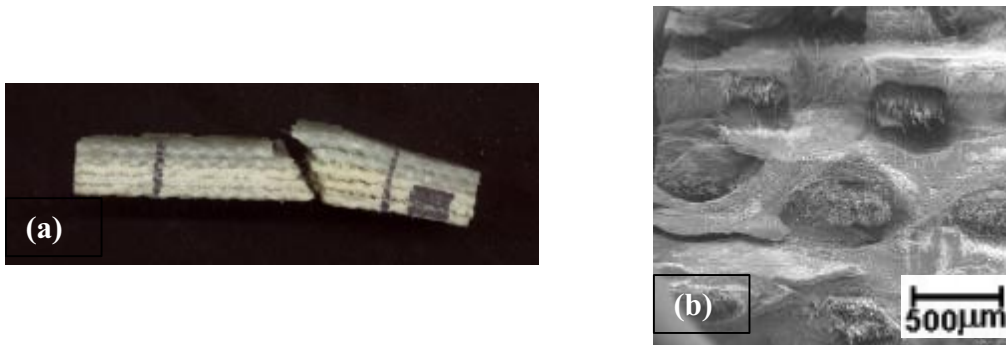


Figure 4. (a) Macroscopic failure mode of composites with shallow delamination; (b) The fracture surface of these composites, showing no gross delamination.

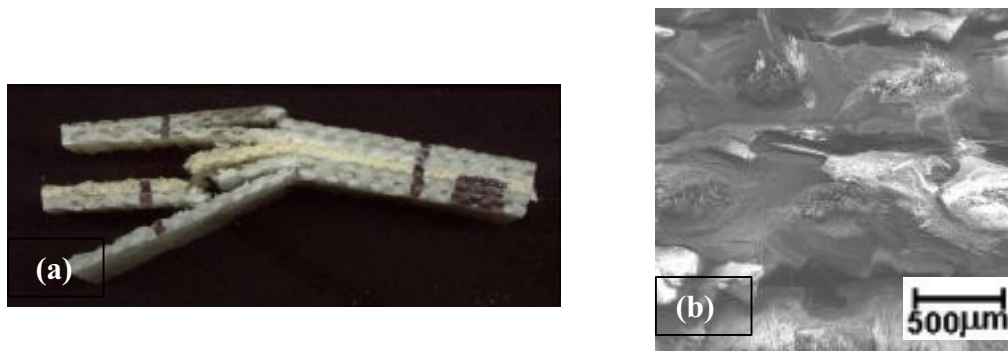


Figure 5 – (a) Same as Fig.4a with completely delaminated laminas; (b) Same as Fig.4b, showing completely separated neighboring laminas.

**5. Discussion**

From the results shown in Tab. (2), one can see that laminate # 4 has the best performance (i.e., it shows the maximum value of energy absorbed). It is not possible, however, to perform a straightforward qualitative materials analysis of all composites and identify a common parameter that govern their behavior as a function of the ply stacking sequence.

In order to avoid this cumbersome analysis and, based on the fact that delamination was the main fractographic feature observed at the fracture surfaces, a macromechanical analysis was performed in order to determine the influence of the stacking sequence on the values of the shear elements  $A_{66}$  and  $D_{66}$ , and to determine a relationship between them and the total energy absorbed. For these cross-ply composites, as said before, the coupling elements of the stiffness matrices, namely  $A_{16}$ ,  $A_{26}$ ,  $D_{16}$  and  $D_{26}$ , are zero, and therefore, do not matter. By the other side, the influence of the coupling matrix  $B_{ij}$  appear to be only secondary, since the symmetric  $[V_2/K/V_2]$  laminate # 4 showed the best performance. Therefore, the influence of the  $B_{16}$  element was not taken into account at this first approach.

The  $A_{ij}$ ,  $B_{ij}$ , and  $D_{ij}$  matrices were determined from the reduced stiffness matrices,  $Q_{ij}$ , of the basic glass fiber and aramid fiber laminas, as discussed on many text books (see for example Gibson, 1994). The values of  $Q_{ij}$  used on these calculations are shown in Tab. (3). The values obtained are shown in Tab. (4). From these values, a correlation between the  $A_{66}/D_{66}$  ratio and  $E_t$  was established, Fig. (6), that brought all composites to a single master curve of behavior. The composites with lowest  $A_{66}/D_{66}$  ratios (viz., laminates # 4 and # 8), show the highest energies. From the data in Tab. (4), one can see that these are the composites with the highest  $D_{66}$  values, among the hybrid composites analyzed. These results show that ply sequences that favor bending stiffness rather than extensional stiffness could have a better performance. In fact, the opposite behavior was just observed. When the ply sequence adopted produced a significant decrease of  $D_{66}$ , as for laminates # 6 and # 9, and has, therefore, the highest  $A_{66}/D_{66}$  ratios, the energy absorbing capacity of the composite decreases.

Table 3. Reduced stiffness matrices of the glass and aramid fabrics.

	Glass			Aramid		
$[Q_{ij}]$	76,4	1,89	0	39,2	2,18	0
GPa	1,89	5,55	0	2,18	8,39	0
	0	0	2,3	0	0	4,14

The approach just described could provide a powerful tool to properly design composites. If one is, nevertheless, interested in energy absorption, non zero coupling elements could also provide additional shear, bending or twisting deformations. In this case, additional energy consuming mechanisms could be operative. It seems clear, therefore, that  $B_{ij}$  terms could be taken into account to refine the above relationship, which can be looked as a particular case from a more general expression.

**6. Conclusions**

A simple relationship was developed using both the macromechanical analysis of composites, and the fact that delamination was the main topographic feature on the fracture surface of composite laminates submitted to impact. The approach used, established a linear relationship between the ratio of the  $A_{66}$  and  $D_{66}$  elements of the stiffness matrices and the total energy absorbed at impact, as a function of the ply stacking sequence. It was shown that the laminates, where the lamina sequences favor bending stiffness rather than extensional stiffness, have a better impact performance. The design of hybrid laminates could, on a first attempt, be optimized using the relationship developed.

Table 4. Calculated values of the stiffness matrices

Composites	[A] <sub>ij</sub> , GPa.m			[B] <sub>ij</sub> , GPa.mm <sup>2</sup>			[D] <sub>ij</sub> , GPa.mm <sup>3</sup>		
V5	392	21,8	0	0	0	0	3260	182	0
	21,8	83,9	0	0	0	0	182	699	0
	0	0	41,4	0	0	0	0	0	345
K5	764	18,9	0	0	0	0	6370	157	0
	18,9	55,5	0	0	0	0	157	462	0
	0	0	23	0	0	0	0	0	192
K3V2	615	20	0	-447	3,55	0	4830	169	0
	20	66,8	0	3,55	34,1	0	169	580	0
	0	0	30,4	0	0	22,1	0	0	268
V2KV2	466	21,2	0	0	0	0	3290	182	0
	21,2	78,2	0	0	0	0	182	697	0
	0	0	37,7	0	0	0	0	0	344
K2V3	541	20,6	0	-447	3,55	0	4800	170	0
	20,6	72,5	0	3,55	34,1	0	170	582	0
	0	0	34	0	0	22,1	0	0	269
K2VK2	690	19,4	0	0	0	0	6300	157	0
	19,4	61,1	0	0	0	0	157	464	0
	0	0	26,7	0	0	0	0	0	193
V3K2	541	20,6	0	447	-3,55	0	4800	170	0
	20,6	72,5	0	-3,55	-34,1	0	170	582	0
	0	0	34	0	0	-22,1	0	0	269
VKVKV	541	20,6	0	0	0	0	3910	177	0
	20,6	72,5	0	0	0	0	177	650	0
	0	0	34	0	0	0	0	0	313
KVVKV	615	20	0	0	0	0	5720	162	0
	20	66,8	0	0	0	0	162	511	0
	0	0	30,4	0	0	0	0	0	224
V2K3	608	19,4	0	470	-1,51	0	4750	162	0
	19,4	66,8	0	-1,51	-34	0	162	579	0
	0	0	30,4	0	0	-22,1	0	0	268

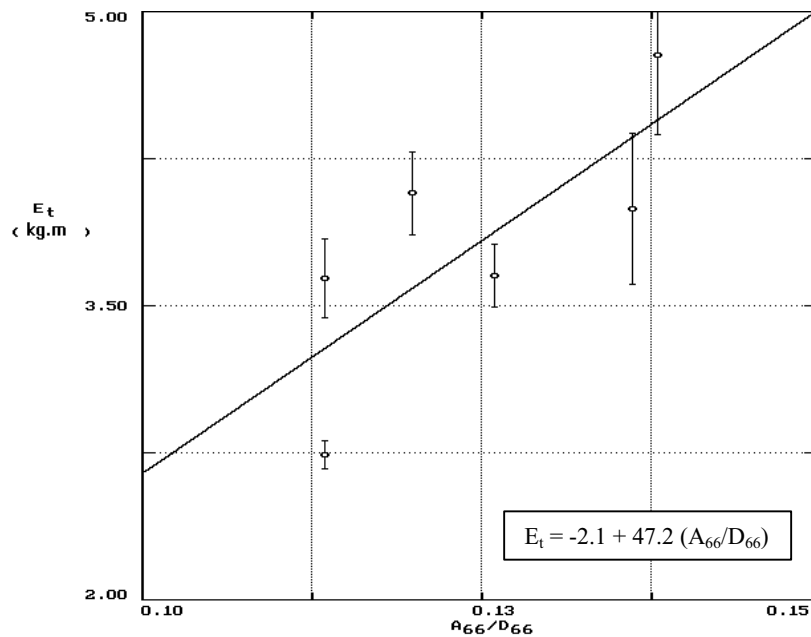


Figure 6. The relationship between the  $A_{66}/D_{66}$  ratio and  $E_t$  (coefficient of correlation,  $r = 0.76$ )



## 7. Acknowledgments

The authors acknowledge the grants from CNPq and FENORTE.

## 8. References

- Ashby, M.F., 1993, "Criteria for Selecting the Components of Composites", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol.41, pp.1313-1335.
- Gibson, R.F., 1994, "Principles of Composite Materials Mechanics", McGraw-Hill, New York, USA, 425 p.
- Ito, M. and Chou, T.-W., 1998, "An Analytical and Experimental Study of Strength and Failure Behavior of Plain Weave Composites", *Journal of Composite Materials*, Vol.32, pp.2-30.
- Li, Y., Ruiz, C. and Harding, J., 1994, "Modelling of the Impact Response of Fibre-Reinforced Composites", Technomic Pu. Co., Lancaster, USA, 128 p.
- Meyers, M.A., 1994, "Dynamic Behavior of Materials", John Wiley and Sons, New York, USA, 668 p.
- Naglis, M.M.M. and d'Almeida, J.R.M., 1998, "Avaliação dos Modos de Falha sob Impacto de Compósitos de Matriz Polimérica Reforçados por Fibras", *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, Vol. 8, pp.54-60.
- Purslow, D., 1986, "Matrix Fractography of Fibre-Reinforced Epoxy Composites", *Composites*, Vol. 17, pp.289-303.
- Souza, M.V., Monteiro, S.N. and d'Almeida, J.R.M., 2001*a*, "Fractographic Analysis of Hybrid Glass Fabric-Aramid Fabric Epoxy Matrix Composites. Part I: Glass-Fabric Topographic Features", *Proceedings of the XVIII Conference of the Brazilian Society of Microscopy and Microanalysis, Águas de Lindóia, São Paulo, Brazil, to be presented.*
- Souza, M.V., Monteiro, S.N. and d'Almeida, J.R.M., 2001*b*, "Fractographic Analysis of Hybrid Glass Fabric-Aramid Fabric Epoxy Matrix Composites. Part II: Aramid-Fabric Topographic Features", *Proceedings of the XVIII Conference of the Brazilian Society of Microscopy and Microanalysis, Águas de Lindóia, São Paulo, Brazil, to be presented.*
- Thon, H., 1999, "Finite element modeling of plain weave composites", *Journal of Composite Materials*, Vol.33, pp.1491-1510.
- Quinlivan, J.T., 1987, "Applications and Experience", in *Engineered Materials Handbook, Vol.1 Composites, Section*

## SIMULAÇÃO DA FORMAÇÃO DA MICROESTRUTURA DURANTE A SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL DA LIGA Al-4,5% Cu

### **Suzimara Rossilho de Andrade**

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, CP: 6122, CEP.: 13083-970, Campinas, SP, Brasil. E-mail: [suzi@fem.unicamp.br](mailto:suzi@fem.unicamp.br)

### **Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo**

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, CP: 6122, CEP.: 13083-970, Campinas, SP, Brasil.

### **Renato Pavanello**

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, CP: 6122, CEP.: 13083-970, Campinas, SP, Brasil. E-mail: [pava@fem.unicamp.br](mailto:pava@fem.unicamp.br)

### **Rezende Gomes dos Santos**

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, CP: 6122, CEP.: 13083-970, Campinas, SP, Brasil. E-mail: [rezende@fem.unicamp.br](mailto:rezende@fem.unicamp.br)

### **Resumo**

*A simulação da formação da microestrutura durante a solidificação de ligas metálicas apresenta grande importância em processos de fundição devido a sua influência nas propriedades mecânicas. A solidificação pode ser considerada como um processo de extração de calor em regime transiente com mudança de fase. Soluções analíticas para a equação de condução de calor são limitadas e métodos numéricos são, em geral, aplicados na análise do problema. Esse trabalho explora a possibilidade de utilização de um software, de aplicação genérica, baseado no método de elementos finitos, na simulação de processos de solidificação. A solidificação unidirecional da liga Al-4,5%Cu é analisada. A variação da temperatura ao longo da peça durante o processo é simulada e modificações foram introduzidas no programa básico para permitir a estimativa dos espaçamentos interdendríticos primários e secundários. Os resultados teóricos foram comparados com resultados experimentais apresentando boa concordância.*

**Palavras-chave:** Simulação, Solidificação, Microestrutura, Ligas Metálicas.

## 1. Introdução

A análise matemática do processo de solidificação é bastante complexa, envolvendo equações diferenciais com condições de contorno não lineares, para as quais soluções analíticas exatas são raras e limitadas. Os métodos numéricos têm adquirido uma importância crescente nos últimos anos associada ao intenso desenvolvimento da área computacional. Os principais métodos numéricos utilizados para análises matemáticas de processos de solidificação são o Método das Diferenças Finitas (MDF), o Método de Elementos Finitos (MEF) e o Método dos Volumes Finitos (MVF). Basicamente, um modelo matemático deve tratar de três aspectos relativos ao fenômeno da solidificação: a transferência de calor no metal (líquido e sólido) e no molde, a liberação de calor latente durante a mudança de fase e a transferência de calor nas interfaces entre o metal e o molde, entre o metal e o meio ambiente e entre o molde e o meio ambiente. Quanto maior o rigor matemático aplicado no equacionamento e solução do problema, em cada um de seus aspectos, mais precisos serão os resultados (Kurz e Fisher, 1992).

Em trabalhos anteriores (Andrade e Rezende, 2000) foram apresentadas simulações do processo de solidificação, de diferentes ligas, variando-se as formas e materiais dos moldes, e, considerando-se diferentes condições de extração de calor. As curvas de resfriamento obtidas numericamente, para o metal e o molde, durante a solidificação, foram comparadas com resultados experimentais. Nas simulações numéricas foi utilizado o software de aplicação genérica Ansys que resolve, numericamente, variados problemas mecânicos pelo Método de Elementos Finitos.

Neste trabalho, a partir das curvas térmicas simuladas, utilizando-se o Ansys, para a liga Al-4,5%Cu, porcentagem em peso, com extração de calor unidirecional através de uma coquilha refrigerada na base de uma casca cilíndrica de material cerâmico, foram determinados outros parâmetros de interesse tais como tempo local de solidificação, velocidade de avanço da interface sólido/líquido e gradiente de temperatura nessa interface. Esses resultados permitiram a determinação da variação do espaçamento interdendrítico primário e secundário da peça solidificada. Os resultados obtidos numericamente para as curvas de resfriamento e espaçamentos interdendríticos são comparados com resultados experimentais.

## 2. Simulação térmica utilizando o Ansys

A análise térmica desenvolvida aplicando o Ansys permite o cálculo de distribuição de temperatura e parâmetros térmicos relacionados em um sistema ou componente. Os parâmetros térmicos que podem ser calculados são:

- Quantidade de calor ganha ou perdida
- Gradiente térmico;
- Fluxo de calor.

A base para a análise térmica no Ansys é a equação de balanço de calor obtida a partir do princípio da conservação de energia, Equação (1):

$$\rho \cdot c_p \left( \frac{\partial T}{\partial t} + \{v\}^T \{L\} T \right) + \{L\}^T \{q\} = \dot{q} \quad (1)$$

onde :  $\rho$  = densidade  
 $c_p$  = calor específico  
 $T$  = temperatura  
 $t$  = tempo

$$\{L\} = \left( \frac{\partial}{\partial X}, \frac{\partial}{\partial Y}, \frac{\partial}{\partial Z} \right) = \text{vetor operador}$$

$$\{v\} = (V_x, V_y, V_z) = \text{vetor velocidade para transporte de calor}$$

$$\{q\} = \text{vetor fluxo de calor}$$

$$\dot{q} = \text{quantidade de calor gerado por unidade de volume. (Ansys Theory Reference, 1998)}$$

O programa trabalha com os três principais modos de transferência de calor: condução, convecção e radiação. Além dos modos de transferência de calor pode-se simular efeitos como transformações de fase (que é o caso desse trabalho) e geração interna de energia (devido ao efeito Joule, por exemplo). A liberação do calor latente durante a solidificação é tratada através do método da entalpia.

A simulação pelo método de elementos finitos é baseada na divisão do sistema em elementos com variados números de nós, permitindo o cálculo da evolução da temperatura para todos os nós e a obtenção das curvas de resfriamento em toda a extensão do metal.

Foram desenvolvidas, neste trabalho, rotinas computacionais, dentro do próprio Ansys e utilizando sua própria linguagem de comandos, que permitem, a partir das curvas de resfriamento, obter outros dados relevantes do processo de solidificação que neste caso são os tempos locais de solidificação, a velocidade da isoterma líquida, o gradiente de temperatura nessa interface e os espaçamentos interdendríticos primários e secundários.

A Equação (2) é a utilizada para o cálculo do espaçamento interdendrítico primário e foi proposta por Hunt (1979) e a Equação (3) é a utilizada para o cálculo do espaçamento secundário e foi proposta por Bower, Brody e Flemings (1966), (Melo, 1996; Melo, Rizzo e Santos, 1997):

$$\lambda_1 = 2,83 \cdot 4 \sqrt{\frac{D_{liq} \cdot \Gamma \cdot K \cdot \Delta T_0}{V_{liq} \cdot G_{liq}^2}} \quad (2)$$

onde :

$\lambda_1$  = espaçamento interdendrítico primário (m)

$D_{liq}$  = difusividade no líquido (m<sup>2</sup>/s)

$\Gamma$  = constante de Gibbs-Thompson (m.K)

$K$  = coeficiente de partição

$\Delta T_0$  = intervalo de solidificação (K)

$V_{liq}$  = velocidade de avanço da isoterma líquidas (m/s)

$G_{liq}$  = gradiente térmico na interface (K/m)

$$\lambda_2 = 7,5 \cdot 10^{-6} \cdot (t_{local})^{0,39} \quad (3)$$

onde :

$\lambda_2$  = espaçamento interdendrítico secundário

$t_{local}$  = tempo local de solidificação

### 3. Construção do modelo

A construção do modelo de elementos finitos é a primeira e mais demorada parte do processo. O pré processamento de dados engloba a escolha do tipo de análise, tipo de elemento a ser utilizado, as constantes reais do problema, as propriedades físicas dos materiais e a geometria do sistema metal/molde.

Para cada elemento é necessário estabelecer as propriedades físicas dos materiais que eles estão representando. Essas propriedades podem ser lineares ou não-lineares, isotrópicas ou anisotrópicas, constantes ou dependentes da temperatura. Dentro de uma mesma análise pode-se ter vários conjuntos de propriedades que definem os múltiplos materiais que podem compor o modelo. As propriedades relevantes na análise térmica são: condutibilidade térmica, densidade, calor específico e entalpia.

Definidas as propriedades, descreve-se a forma geométrica e gera-se a malha do sistema a ser simulado.

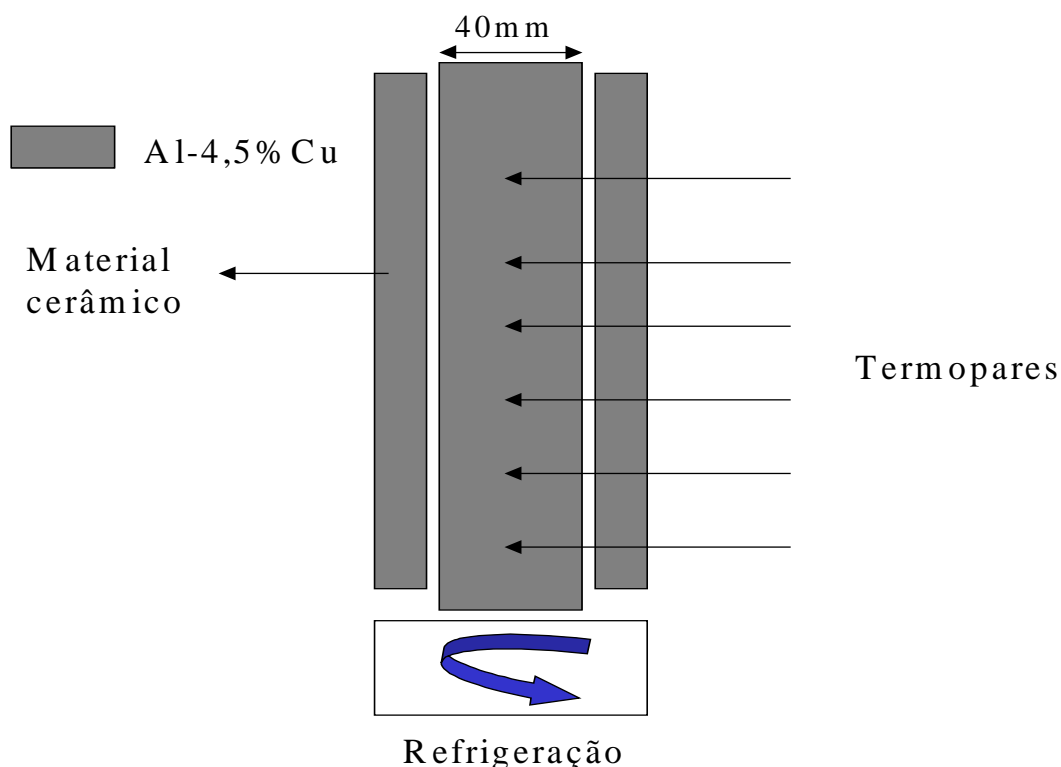
Especificar as condições de contorno e os intervalos de tempo de simulação são as próximas tarefas. Nesse caso as condições iniciais e de contorno do problema englobam temperatura inicial do material metálico e do molde, coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde, valor do coeficiente de transferência de calor por convecção na interface molde/meio envolvente e temperatura do meio que envolve o sistema. Finalmente, escolhe-se o intervalo de tempo a ser utilizado nos cálculos e o tempo total de simulação e o programa está pronto para iniciar a solução do problema.

Devido às limitações do Ansys no tratamento da transferência de calor na interface metal/molde, uma adaptação foi feita, introduzindo-se ao sistema, uma espessura pequena de um terceiro material, com condutibilidade térmica equivalente ao coeficiente de transferência de calor Newtoniano, entre o metal e o molde (Andrade, 1999).

O programa calcula inicialmente a variação de temperatura que ocorre durante a solidificação do metal e a partir desses resultados iniciam-se os cálculos pertinentes à nova rotina criada para a obtenção dos valores de espaçamentos interdendríticos primários e secundários, envolvendo a determinação do tempo local de solidificação, velocidade da isoterma líquidas e gradientes de temperatura.

### 4. Materiais e métodos

Os dados experimentais utilizados para análise comparativa dos resultados obtidos com a simulação da solidificação unidirecional da liga Al-4,5%Cu foram os obtidos por Melo (1996), usando um sistema metal/molde, representado pela Figura (1), composto por uma casca cerâmica com 250mm de altura e 40mm diâmetro interno colocada sobre uma coquilha de cobre refrigerada a água. Para garantia de fluxo unidirecional, a casca cerâmica foi pré-aquecida a uma temperatura de cerca de 700<sup>o</sup>C a partir de resistências provenientes de um forno que foi desligado no início do vazamento para não interferir no sistema de aquisição de dados. A temperatura de vazamento ( $T_v$ ) foi de 750<sup>o</sup>C, sendo o superaquecimento próximo de 15% do valor da temperatura líquidas ( $T_l$ ) da liga. Os perfis de temperatura foram obtidos com a colocação de termopares tipo K em diferentes posições no metal, a partir da interface metal/coquilha.



**Figura 1.** Esquema da solidificação unidirecional da liga Al-4,5%Cu.

O sistema de aquisição de dados era computadorizado e composto de um conjunto de placas condicionadoras de sinais, placa conversora de sinais analógico/digital (AD) e um aplicativo para aquisição e tratamento dos dados.

As curvas térmicas foram registradas para vários pontos da peça e da casca cerâmica a partir da base até a altura de 173mm.

Os resultados experimentais para espaçamento interdendrítico secundário também foram obtidos através de análise micrográfica de amostras de vários pontos do metal solidificado.

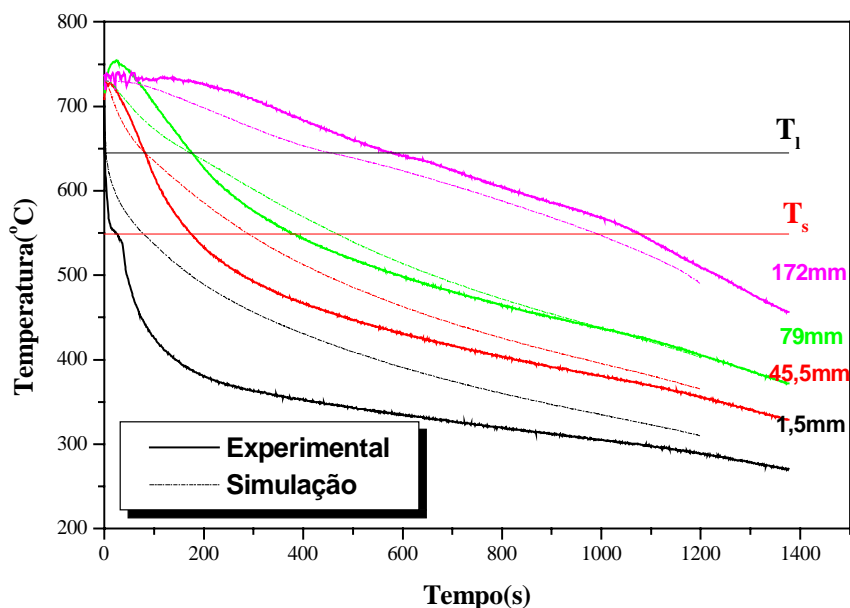
A Tabela 1 apresenta as propriedades térmicas da liga Al-4,5% Cu.

**Tabela 1.** Propriedades termofísicas da liga Al-4,5%Cu

Propriedade	Al-4,5%Cu	Referência
Densidade no estado sólido [kg/m <sup>3</sup> ]	2600	Poirier et al, 1987
Densidade no estado líquido [kg/m <sup>3</sup> ]	2450	Poirier et al, 1987
Calor específico no estado sólido [J/kg K]	1100	Sahn e Hansen, 1984
Calor específico no estado líquido [J/kg K]	900	Sahn e Hansen, 1984
Temperatura <i>Liquidus</i> [ °C ]	646	Swaminathan, 1994
Temperatura <i>Solidus</i> [ °C ]	548	Swaminathan, 1994
Condutibilidade Térmica [ W/mK ]	200 - 548 °C 100 - 646 °C	Voller e Sundarraj, 1995
Calor Latente [ J/kg ]	390000	Voller e Sundarraj, 1995

## 5. Resultados e discussões

A Figura 2 apresenta a comparação entre as curvas, teóricas e experimentais, da evolução da temperatura ocorrida durante a solidificação da peça analisada.



**Figura 2.** Curvas experimentais e simuladas da solidificação unidirecional da liga Al-4,5%Cu.

A simulação é feita a partir de um corte transversal do cilindro com as dimensões já apresentadas, considerando-se isolamento perfeito nas laterais e fluxo de calor vertical unidirecional realizado por condução, no metal, e transferência Newtoniana na interface metal/coquilha. Os valores do coeficiente de transferência de calor ( $h_i$ ) em função do tempo de solidificação utilizados nas simulações são apresentados na Tabela 2 (Melo, 1996).

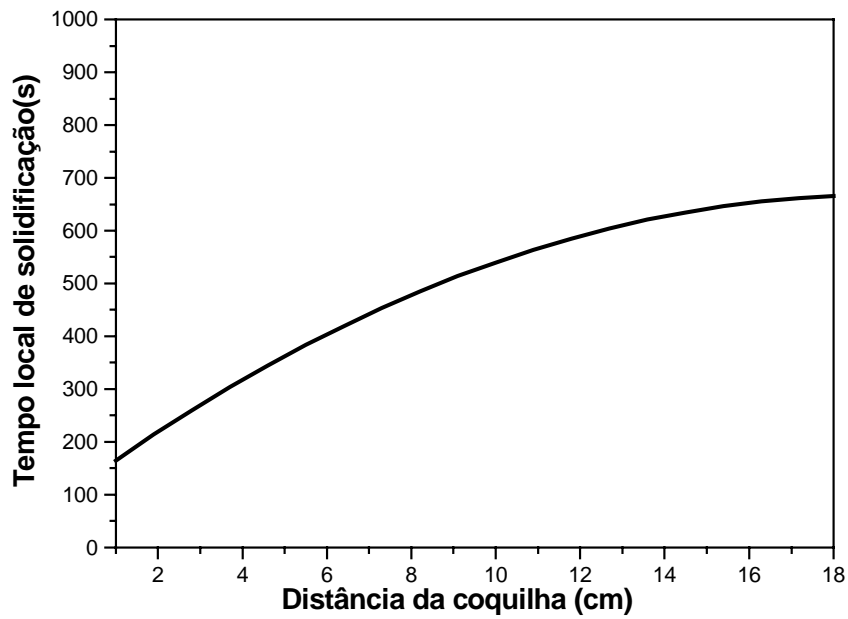
Observa-se uma boa concordância entre os resultados teóricos e experimentais. As diferenças entre os valores teóricos e experimentais de temperatura em um mesmo instante da solidificação unidirecional da liga Al-4,5%Cu apresentam-se maiores em pontos próximos à interface metal/molde. Os erros maiores ocorrem em geral a temperaturas abaixo da temperatura solidus ( $T_s$ ) da liga, ou seja, durante o resfriamento do material já solidificado, sendo que durante a solidificação os valores teóricos aproximam-se bastante dos experimentais. Esses erros em geral são esperados na medida em que valores precisos das propriedades térmicas da liga e, principalmente, sua variação com a temperatura são difíceis de serem obtidos, limitando a precisão da simulação.

**Tabela 2.** Variação do coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde durante a solidificação unidirecional da liga Al-4,5%Cu.

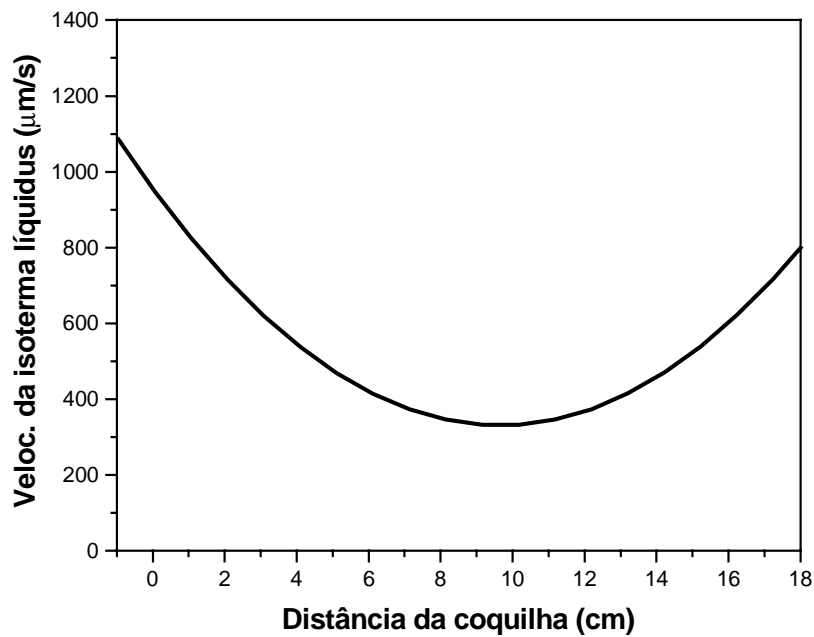
Temp. (°C)	$h_i$ (W/m <sup>2</sup> K)
250	1000
350	1100
418	1750
450	2300
730	4000

A partir dos valores de temperaturas representados na Figura 2, utilizando a nova sub-rotina desenvolvida, foi possível obter as variações do tempo local de solidificação, do gradiente de temperatura na posição da isoterma líquidus e a velocidade da isoterma líquidus.

A Figura 3 apresenta a variação do tempo local de solidificação em função da distância da interface metal/molde determinada através do modelo numérico. O tempo local de solidificação representa o intervalo de tempo necessário para as isotermas solidus e liquidus passarem por um mesmo ponto da peça. Como pode ser observado, o tempo local aumenta continuamente com a distância da coquilha indicando um aumento da extensão da zona pastosa. O tempo local de solidificação interfere diretamente na variação do espaçamento interdendrítico secundário durante o processo.

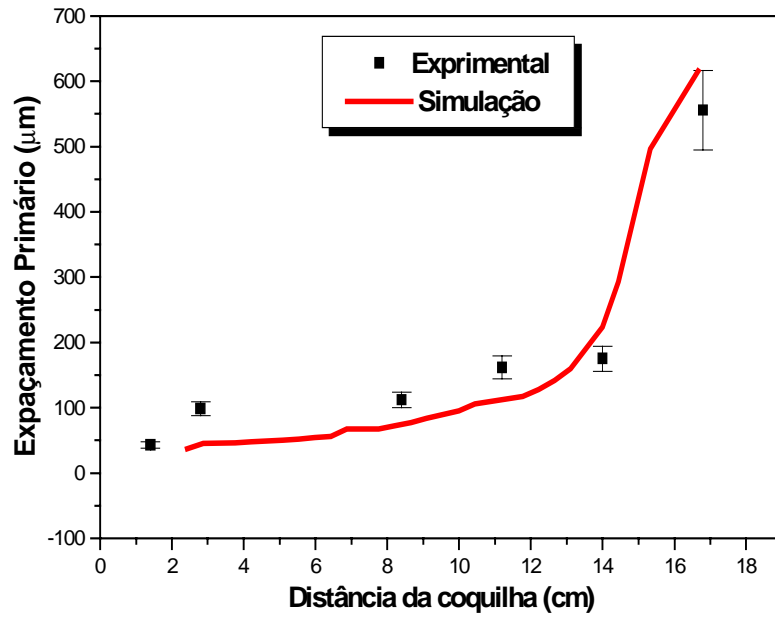


**Figura 3.** Valores simulados para o tempo de solidificação local em função da distância da coquilha

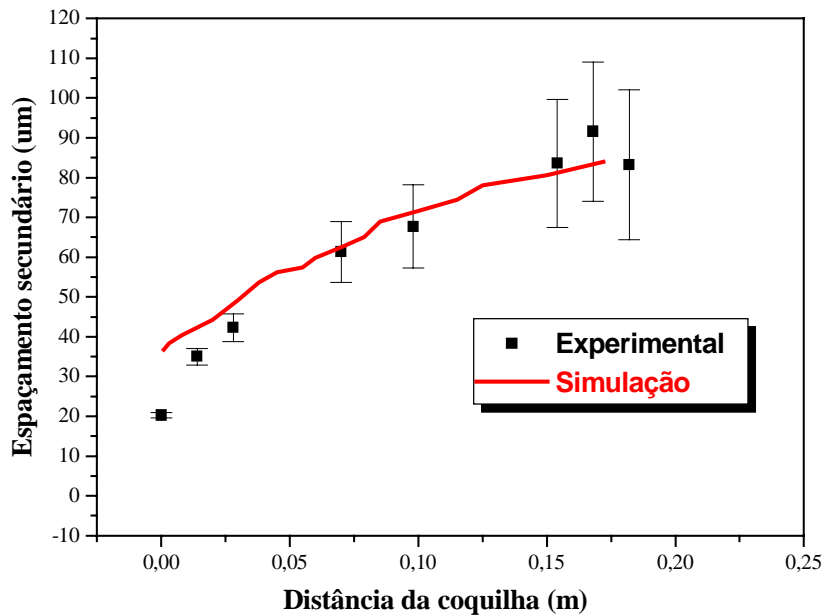


**Figura 4.** Valores simulados da velocidade da isoterma líquidus em função da distância da coquilha.

A Figura 4 apresenta a variação da velocidade de avanço da isoterma líquidus em função da distância da interface metal/molde. Pode-se observar que a velocidade é inicialmente alta, cai com o aumento da distância em relação à coquilha e volta a crescer no final. Tal comportamento é esperado uma vez que, inicialmente, o aumento da espessura de metal solidificado e a formação da camada de ar na interface metal/molde aumentam a resistência ao fluxo de calor, diminuindo a velocidade de avanço da interface e, no final do processo, devido à diminuição da massa de metal líquido em contato com uma grande espessura de metal já solidificado, a velocidade volta a crescer.



**Figura 5.** Variação do espaçamento interdendrítico primário em relação à distância do ponto à coquilha



**Figura 6.** Variação do espaçamento interdendrítico secundário em relação à distância do ponto à coquilha.

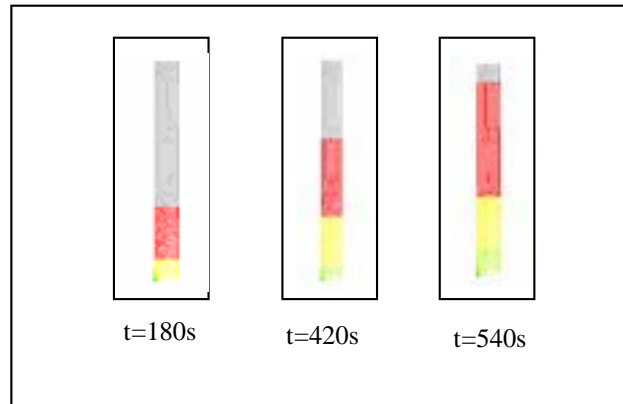
A partir da determinação dos parâmetros citados anteriormente, o modelo permite a determinação da variação dos espaçamentos interdendríticos primário e secundário durante o processo de solidificação. A Figura 5 apresenta a comparação entre os dados experimentais e a curva simulada da variação do espaçamento interdendrítico primário em função da distância à coquilha, mostrando que há uma boa concordância entre os mesmos. Nota-se um aumento do espaçamento interdendrítico primário com a distância a distância da coquilha. Tal aumento é consequência das variações da velocidade de avanço da interface liquidus e do gradiente de temperatura nessa interface.

A Figura 6 apresenta a comparação entre os valores experimentais e a curva simulada da variação do espaçamento interdendrítico secundário, mostrando, também, uma boa concordância entre eles. Nota-se um aumento dos valores do espaçamento. Tal comportamento é esperado já que esse espaçamento varia diretamente com o tempo local de solidificação.

Os modelos obtidos com a aplicação do Ansys apresentam vantagens relacionadas com suas ferramentas de pós-processamento, que permitem analisar, através de imagens que representam a peça em sua forma real, a evolução da



solidificação em função do tempo. Como exemplo na Figura 7 é apresentada a peça simulada em determinados instantes mostrando a evolução do processo de solidificação. A região amarela representa o metal já solidificado, a região vermelha representa a zona pastosa e a região cinza representa o metal líquido. Esses resultados evidenciam o aumento da zona pastosa durante o processo que está associado com o aumento do tempo local de solidificação como foi citado anteriormente.



**Figura 7.** Evolução da solidificação unidirecional da liga Al-4,5%Cu obtida através do modelo numérico (amarelo = metal solidificado, vermelho = zona pastosa, cinza = metal líquido ).

## 6. Conclusões e comentários finais

Comparando-se os resultados experimentais com os resultados das simulações realizadas através do modelo desenvolvido a partir do Ansys conclui-se que o mesmo pode ser aplicado com boa precisão para a simulação de processos de solidificação de ligas metálicas. Apesar de alguns resultados apresentarem algumas diferenças entre as curvas teóricas e experimentais, nota-se que não houve comprometimento dos resultados até o final da solidificação, sendo que os maiores erros ocorrem somente durante o resfriamento da peça já solidificada. A introdução de novas sub-rotinas permitiu a determinação de parâmetros do processo que permitem a previsão da variação dos espaçamentos interdendríticos primário e secundário ao longo da peça durante a solidificação, que também apresentaram boa precisão quando comparados com resultados experimentais.

Além dos confiáveis resultados teóricos obtidos na simulação, o programa apresenta vantagens relacionadas com pré e pós-processamento que tornam conveniente sua utilização. Como exemplos dessas vantagens pode-se citar as facilidades de programação quanto a definição da geometria da peça e a capacidade de tratamento bidimensional e tridimensional dos problemas a serem analisados, criação e introdução de rotinas complementares. Apesar de terem sido mostrados apenas resultados relativos a um processo de solidificação unidirecional, o programa é flexível permitindo a simulação da solidificação de peças com qualquer tipo de geometria, sendo conveniente para a otimização de processos de fundição quanto a forma de vazamento, grau ideal de superaquecimento, material do molde utilizado, projeto de alimentadores etc.

## 7. Referências

- Andrade, S.R., 1999, "Simulação de solidificação de ligas metálicas utilizando o método de elementos finitos", Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, Campinas, S.P., Brasil, 68p.
- Andrade, S.R., Santos, R.G., 2000, "Utilização do método de elementos finitos na simulação de processos de solidificação de ligas metálicas", Anais ( CD rom ) do Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM) 2000, 10p, agosto.
- Andrade, S.R., Santos, R.G., 2000, "Simulação de processos de solidificação de ligas metálicas utilizando método de elementos finitos", Anais ( CD rom ) do 55º Congresso Anual da ABM, 10p.
- Ansys Manual Guide*, 8.ed., New York : SAS IP, Inc., 1998, Cap. 1: Ansys Thermal Analysis Guide, Cap. 4 : Ansys Elements Reference, Cap. 6: Ansys Theory Reference.
- Kurz, W; Fisher, D.J, 1992, *Fundamentals of Solidification*, 3ed. Switzerland, Trans Tech Publications.
- Melo, M.L.N.M., 1996 "Análise numérico/experimental da formação de microporosidades durante a solidificação de ligas de alumínio", Tese ( Doutorado ), Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, Campinas, S.P., Brasil, 253p.
- Melo, M.L.N.M., Rizzo, E.M.S., Santos, R.G., 1997, "Numerical method for analysis of microporosity formation in aluminium alloy casting", *Materials Science Forum*, v.242, p.83-88.
- Prates, M., Davies, G.J. , "Solidificação e fundição de metais e suas ligas", São Paulo, LTC/EDUSP, 1978.
- Pehlke, R. D., et al, 1982, "Summary of Thermal Properties for Casting Alloys and Mold Materials" , Michigan : University of Michigan.
- Poirier, D. R., Uem, K., Maples, A. L., 1987, "A thermodynamic prediction for microporosity formation in aluminium-rich Al-Cu alloys" *Metall. Trans.*, vol.18A, p. 1979-1987..
- Sahn, P. R., Hansen, P. N., 1984, "Numerical Simulation and Modeling of Casting and Solidification Processes for Foundry and Casthouse", Aachen, Ed. CIATF.
- Swaminathan, C. R., Voller, V. R., 1992, "A general enthalpy method for modeling solidification processes", *Metall. Trans. B*, vol. 23B, p. 651-664.
- Voller, V.R., Sundarraj, S., 1995, "A model of inverse segregation: the role of microporosity", *Int. Journal of Heat Transfer*, v.38, n.6, p. 1009-1018.

## **SIMULATION OF MICROSTRUCTURE EVOLUTION DURING UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION OF Al-4,5%Cu ALLOY**

### **Suzimara Rossilho de Andrade**

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, CP: 6122, CEP.: 13083-970, Campinas, SP, Brasil. E-mail: [suzi@fem.unicamp.br](mailto:suzi@fem.unicamp.br)

### **Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo**

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, CP: 6122, CEP.: 13083-970, Campinas, SP, Brasil.

### **Renato Pavanello**

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, CP: 6122, CEP.: 13083-970, Campinas, SP, Brasil. E-mail: [pava@fem.unicamp.br](mailto:pava@fem.unicamp.br)

### **Rezende Gomes dos Santos**

Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, CP: 6122, CEP.: 13083-970, Campinas, SP, Brasil. E-mail: [rezende@fem.unicamp.br](mailto:rezende@fem.unicamp.br)

### **Abstract**

*The simulation of microstructure formation during metallic alloy solidification is important in casting processes due to its influence in mechanical properties. The solidification can be considered as a transient heat flow process with phase change. Analytical solutions for the differential equation of heat conduction are limited and numerical methods are generally employed in the analysis of the problem. This work explores the possibility of application of a software based on the finite elements method, designed for general use, to simulate solidification processes. The solidification of the Al-4,5%Cu alloy under unidirectional heat extraction is analyzed. The variation of temperature in the cast during the process is simulated and modifications are introduced in the basic program in order to estimate the primary and secondary interdendritic arm spacings. Theoretical results are compared with experimental results showing good agreement.*

**Keywords:** *Modeling, Solidification, Microstructure, Metallic Alloy.*

## CONTROLE DIFUSO APLICADO AO PROCESSO DE LINGOTAMENTO CONTINUO DE TIRAS BASEADO EM ROLOS DUPLOS

Renato Rosa do Nascimento  
[renator@sel.eesc.sc.usp.br](mailto:renator@sel.eesc.sc.usp.br)

Alexandre Simião Caporali  
[caporali@usp.br](mailto:caporali@usp.br)

Josemar dos Santos  
[josemar@sel.eesc.sc.usp.br](mailto:josemar@sel.eesc.sc.usp.br)

Natache do Socorro Dias Arrifano  
[natachea@sel.eesc.sc.usp.br](mailto:natachea@sel.eesc.sc.usp.br)

Vilma Alves de Oliveira  
[vilmao@sel.eesc.sc.usp.br](mailto:vilmao@sel.eesc.sc.usp.br)

Eduardo Morgado Belo  
[belo@sc.usp.br](mailto:belo@sc.usp.br)

Universidade de São Paulo, Av. Trabalhador São Carlense, 400 CEP – 13566-590

**Resumo.** Neste trabalho propõe-se a aplicação da técnica de controle difuso na produção de chapas finas de aço na indústria siderúrgica. O processo de lingotamento contínuo de tiras baseado em rolos duplos (LCT-RD) fornece chapas finas de aço fundido a partir da laminação através de rolos giratórios. A planta em estudo localiza-se no Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) do estado de São Paulo, divisão de metalurgia (DIMET). A lógica difusa foi utilizada visando o controle do nível do aço da piscina formada entre os rolos do sistema LCT-RD. O sistema é descrito como um sistema não linear, sujeito a vários tipos de perturbações tais como excentricidade dos rolos e ruídos nos sensores, etc. Nestas condições é extremamente difícil o controle do nível de aço utilizando unicamente controladores convencionais do tipo PID (proporcional-integral-derivativo). O controle difuso é baseado na idéia de incorporar experiência ou conhecimento especialista para se obter a melhor estratégia de controle. A implementação deste controle consiste na representação do sistema em termos lingüísticos e no estabelecimento de uma base de regras de controle para que a decisão possa produzir a saída desejada. Desta forma, o controle difuso compensa erros inevitáveis de modelagem de sistemas com fortes não-linearidades. Os resultados obtidos com o controlador difuso mostraram-se mais eficientes que o controle convencional PID, no controle do nível de aço da piscina formada entre os rolos.

**Palavras chave:** Lingotamento contínuo, twin roll, controle automático.

### 1. Introdução

O lingotamento contínuo de tiras baseado em rolos duplos foi sugerido por Henry Bessemer, ainda no século XIX. O processo fornece chapas finas de aço a partir da laminação através de rolos giratórios. Esta concepção de lingotamento não foi concretizada na época, uma vez que as tecnologias disponíveis não permitiam (Cook, 1995 e Shin, 1995). No processo, o fluxo de aço fundido é proveniente de um distribuidor que é depositado entre os rolos de laminação, formando uma poça, chamada piscina. A forma com que o aço é depositado é um problema a ser considerado para garantir a produção de tiras com espessura uniforme e com alta qualidade. Se o aço fundido for depositado diretamente nos rolos poderá ocorrer respingos na superfície dos mesmos, os quais, poderão se danificar prejudicando o processo. Também, pode ocorrer turbulência na superfície da piscina, podendo provocar desde o transbordamento até a má formação da tira. Além disto, o fornecimento de aço para os rolos deve ser mantido constante, para que não ocorra uma flutuação do ponto de colapso (ponto de solidificação) do aço fundido formado, prejudicando assim a homogeneidade da tira (Tavares, 1998).

Para prover um escoamento adequado de aço foi proposta a inclusão de um distribuidor intermediário entre os rolos. Este distribuidor intermediário consiste de um recipiente refratário dotado de orifícios laterais, que direcionam o metal para a superfície dos rolos (Spinelli, 2000). Mantendo o nível do tanque submerso controlado, o escoamento de aço para os rolos pode ser mantido constante, diminuindo assim as flutuações do aço.

No Brasil, o Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo – Divisão de Metalurgia (IPT-DIMET), possui uma planta protótipo de lingotamento contínuo de tiras finas de aço, com capacidade para produção de tiras de até 1 mm de espessura.

O trabalho é organizado como segue. Na Seção 2 uma planta LCT-RD é descrita com as suas diversas unidades de controle. Na Seção 3 o equacionamento do sistema de escoamento do aço é apresentado e em seguida, a Seção 4 apresenta a configuração de controle proposta para o nível de aço formado entre os rolos de laminação. Na Seção 5 resultados de simulação são apresentados.

## 2. Descrição da Planta LCT-RD

O diagrama esquemático da planta LCT-RD do IPT é apresentado na Fig. (1). As etapas envolvidas no processo de produção de tiras finas de aço são descritas a seguir. O aço no estado sólido é derretido em um forno de indução. Ao atingir a temperatura de cerca de 1700°C, o aço é conduzido até um distribuidor. Do distribuidor, o aço líquido é liberado através de uma válvula, depositando-se no tanque submerso e deste para os rolos laminadores que giram em sentidos opostos. A distância entre os rolos determina a espessura da tira a ser produzida e a velocidade dos mesmos é um dos fatores determinantes da qualidade da tira. Após a passagem do aço pelos rolos, forma-se a tira na sua espessura final a qual é conduzida para uma esteira, onde é resfriada com jatos d'água, determinando a característica de dureza do material. Finalmente, na saída da esteira, a tira de aço entra em uma bobinadeira, finalizando o processo. A planta LCT-RD do IPT possui um conjunto de controladores lógico programáveis (CLP's) operando sob o comando de um programa supervisor. Sensores distribuídos pela planta têm seus sinais condicionados para as suas unidades de controle. O motor que movimenta os rolos de laminação é de corrente contínua com 45KW de potência e o motor da bobinadeira, também de corrente contínua, é de 28,4KW. Estes dois motores são acionados por retificadores trifásicos controlados. A esteira possui dois motores de corrente alternada, de potência de 1,5KW, acionados por inversores.

As unidades principais de controle da planta de LCT-RD do IPT são: controle de posicionamento dos rolos laminadores, controle de resfriamento da tira na esteira, controle da altura do nível de aço formado sobre os rolos laminadores, controle do nível e temperatura do aço dentro do distribuidor, controle da espessura da tira, controle de força aplicadas aos rolos e controle da velocidade de bobinamento (Santos, 2000).

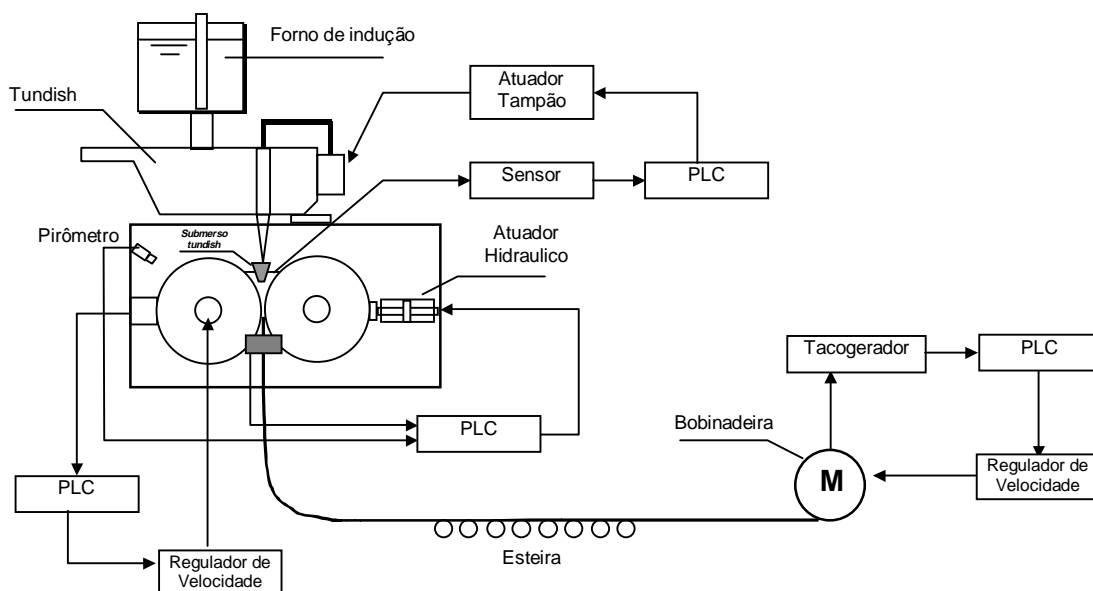


Figura 1 – Esquemático do processo LCT a rolos duplos.

## 3. Modelagem do Escoamento e Nível do Aço

A partir do movimento dos rolos e a refrigeração, formam-se duas camadas de aço que encontram um ponto de congelamento, denominado ponto de colapso, e originam a tira de aço (Hlinka, 1988). Se a altura do ponto de colapso sofrer alteração durante o processo, a tira de aço sofrerá alterações na sua espessura e qualidade. Para que isto não ocorra tanto a força imposta aos rolos como a velocidade dos mesmos devem estar devidamente controladas. O sistema de nível pode ser descrito como um sistema não-linear, corrompido por perturbações do tipo excentricidade do rolo, expansão de rolo por aquecimento, mudanças nas bordas do rolo, ruídos nos sensores, etc.

No desenvolvimento do modelo matemático foi considerado o aço fundido como sendo um fluido perfeito ou ideal, fluido incompressível. A equação da continuidade do aço fundida é descrita a seguir:

$$Q_{in} - Q_{out} = \frac{dV}{dt} \quad (1)$$

onde  $Q_{in}$  e  $Q_{out}$  correspondem respectivamente às vazões de entrada e saída do aço no espaço entre os rolos cilíndricos e  $V$  é definido como o volume total de aço depositado entre os rolos de laminação. A Fig. (2) ilustra a geometria do processo.

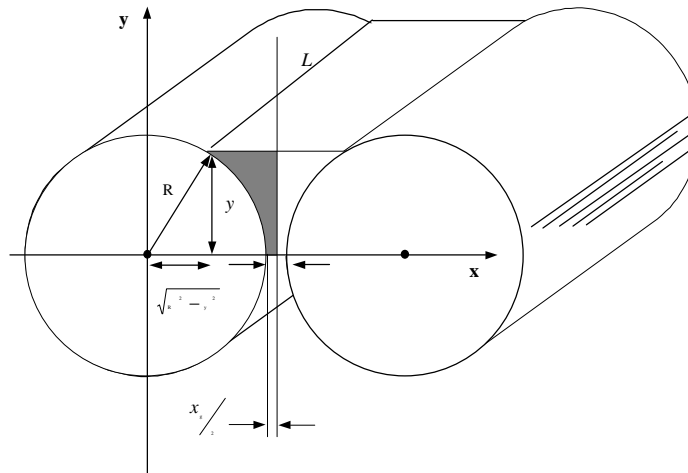


Figura 2 - Volume de aço fundido entre os dois rolos laminadores.

O volume  $V$  pode ser obtido calculando-se a área ocupada pelo aço entre os rolos ( $S$ ) pelo comprimento ( $L$ ) dos rolos, sendo a sua expressão dada por:

$$V = 2SL \tag{2}$$

A área  $S$  é fornecida pela equação:

$$S = \int_0^y \left[ \frac{x_g}{2} + R - \sqrt{R^2 - y^2} \right] dy \tag{3}$$

onde,

$x_g$  corresponde à distância entre os rolos e  $R$  ao raio dos rolos laminação.

Assim tem-se:

$$\frac{dV}{dt} = [(x_g + 2R) - 2\sqrt{R^2 - y^2}] \frac{dy}{dt} L \tag{4}$$

Com o objetivo de simplificar o equacionamento do sistema, define-se:

$$A_r(x_g, y) = [(x_g + 2R) - 2\sqrt{R^2 - y^2}] \tag{5}$$

$$M(x_g, y) = A_r(x_g, y)L \tag{6}$$

Substituindo as equações (4) e (6) na equação de continuidade (1), obtém-se:

$$\frac{dy}{dt} = \frac{1}{M(x_g, y)} (Q_{in} - Q_{out}(x_g, v_r)) \tag{7}$$

Esta equação representa o modelo matemático que descreve o comportamento do nível de aço fundido ( $y$ ) em função do vazão de saída (Lee, 1996). O fluxo de saída  $Q_{out}$  é determinado utilizando a equação de Bernoulli.

$$Q_{out}(x_g, v_r) = Lx_g v_r \tag{8}$$

onde  $v_r$  corresponde à velocidade dos rolos de laminação.

#### 4. Controle do Nível da Piscina

A regulagem do nível do aço apresenta diversas formas de ser efetuada. Pode-se regular o nível  $y$  em uma referência desejada  $y_d$  atuando sobre a distância entre os rolos  $x_g$ , vazão de entrada  $Q_{in}$  e velocidade de rotação dos rolos  $v_r$ . Entretanto, devido à imposição do próprio sistema, a distância  $x_g$  deve ser mantida constante e considerando que a vazão de entrada no processo é tida como constante, uma vez que o controle do escoamento do aço do distribuidor para os rolos é feita em uma etapa anterior, como apresentado na Seção 1. Assim, o controle do nível é realizado a partir da velocidade dos rolos,  $v_r$ , incluindo uma malha interna de controle do tipo proporcional derivativo (PD) para a regulação de velocidade do motor de acionamento dos rolos. Esta malha interna é adicionada a fim de evitar variações bruscas na velocidade do motor. O diagrama apresentado na Fig. (3) ilustra a configuração do controle do nível.

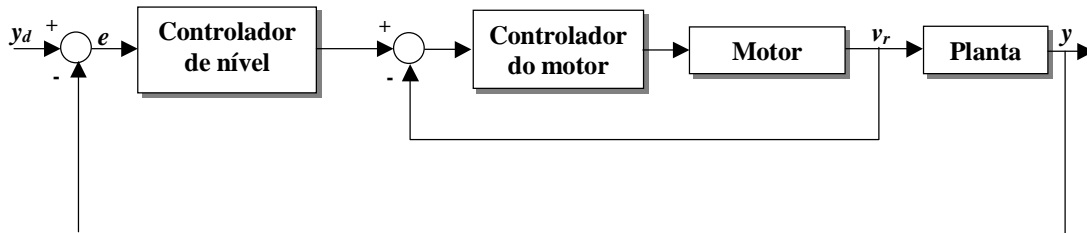


Figura 3 – Configuração do controle do nível.

#### 4.1. Controle Difuso Aplicado ao Processo LCT-RD

Nesta seção é descrita a técnica de controle baseado em lógica difusa para regular o nível de aço em uma referência desejada  $y_d$ . Esta técnica apresenta vantagens frente às técnicas de controle convencionais PID, pois incorpora características de controle não-linear em sua estrutura, visto que o processo LCT-RD apresenta características altamente não-lineares.

A lógica difusa (do inglês, *fuzzy logic*) foi desenvolvida com base na teoria dos conjuntos difusos, proposto em meados da década de 60, por Loft A. Zadeh, e os principais modelos de sistemas difusos descritos na literatura são classificados em três categorias: modelos com lógica difusa pura, modelos difusos tipo Takagi-Sugeno e modelos difusos com fuzificação e defuzificação, conhecido também como modelos difusos tipo Mandani (Wang, 1994). Este último modelo constitui a base do desenvolvimento do controlador proposto neste trabalho para o controle do nível de aço no processo de LCT-RD.

#### 4.2. Modelo Mandani

Um controlador difuso utilizando o modelo Mandani é projetado com base no conhecimento experimental do processo. Este modelo utiliza um mapeamento de entrada de valores definidos nos conjuntos dos números reais a valores definidos nos conjuntos difusos, cuja função de pertinência, representação de um universo difuso, é unitário em apenas 1 ponto e nulo nos demais, e um mapeamento de saída  $f(y)$  construído pela técnica centro de área, definido matematicamente por:

$$f(y) = \frac{\sum_{l=1}^{n_r} \prod_{i=1}^n \mu_{F_i^l}}{\sum_{k=1}^{n_r} \mu_{F_i^k}} \quad (9)$$

onde  $n_r$  é o número de regras lingüísticas,  $n$  corresponde ao número de estados ou elementos do universo de discurso e  $\mu_F$  são as funções de pertinência associadas às entradas do sistema.

A inferência lingüística difusa é realizada aplicando a operação de max-min proposta por Zadeh (1998). A base de regras difusas consistem em um conjunto de regras SE – ENTÃO descritas abaixo:

$$\begin{aligned} \text{R(1): SE } e \text{ é } F_1^l \text{ e } \dot{e} = -\dot{y} \text{ é } F_2^l \\ \text{ENTÃO } v_r \text{ é } G^l \end{aligned} \quad (10)$$

onde  $F_1^l$  e  $F_2^l$  são os conjuntos difusos de entrada,  $G^l$  é o conjunto difuso de saída,  $e$  e  $\dot{e}$  são erro do nível e variação do erro, respectivamente e  $v_r$  é a saída do controlador difuso, sendo  $(e, \dot{e}) \in U_y$  e  $v_r \in U_{v_r}$ , com

$U_y = [y_d - \delta_y, y_d + \delta_y] \subset R^n$  variáveis lingüísticas de entradas e saída, respectivamente; e  $l = 1, 2, \dots, r$  regras lingüísticas. A configuração do controlador difuso utilizado neste trabalho é mostrada na Fig. (4).

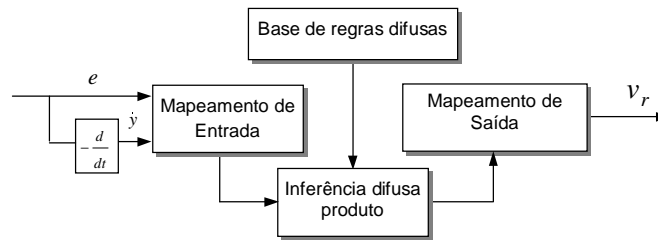


Figura 4 - Configuração do controlador difuso.

**4.2. Projeto do Controlador**

O controle difuso proposto é constituído de duas entradas, erro do nível e variação do erro, e uma saída, representada pelo nível de controle. Cada entrada é composta por um conjunto de sete bases lingüísticas, totalizando um total de quarenta e nove possíveis ações de controle. A determinação de todos os termos lingüísticos utilizados neste projeto aplicados às entradas, erro e variação do erro, e as saídas, controle do nível, associada as suas respectivas funções de pertinência são mostradas na Fig. (5).

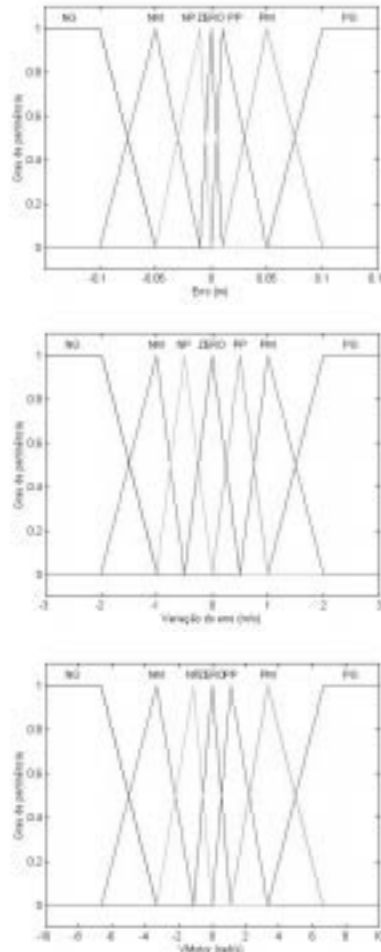


Figura 5 - Função de pertinência relativa às entradas e saída do controlador difuso.

**5. Resultados de Simulação**

Nesta seção são apresentados resultados de simulação do sistema de controle de nível com um controlador do tipo proporcional integral PI e um controlador difuso. Os resultados apresentados nesta seção foram obtidos a partir de



simulações feitas na planta LCT-RD do IPT-SP. O raio e o comprimento dos rolos de laminação são ambos iguais a 0.375[m] e a distância entre os rolos é de 0.002[m]. Os valores do nível de aço fundido no processo em operação normal são:  $y_d = 0.13[m]$ ,  $y_{\min} = 0.12[m]$ ,  $y_{\max} = 0.14[m]$  e a vazão de entrada nominal é  $Q_{in} = 3.07e-3[m^3/s]$ . Os rolos de laminação se movimentam com uma velocidade de 0.5[m/s] em operação normal. O controlador convencional PI apresenta ganhos integral e proporcional fixo com valores 0.0005 e 150, respectivamente. O controlador PD utilizado para regular internamente a velocidade do motor e principalmente para evitar variações bruscas em sua velocidade possui valores fixos para os ganhos proporcional e derivativo, iguais respectivamente a 3.7 e 10. Na Fig. (6) é apresentado o resultado da simulação para um degrau de referência de nível sem distúrbios no sistema.

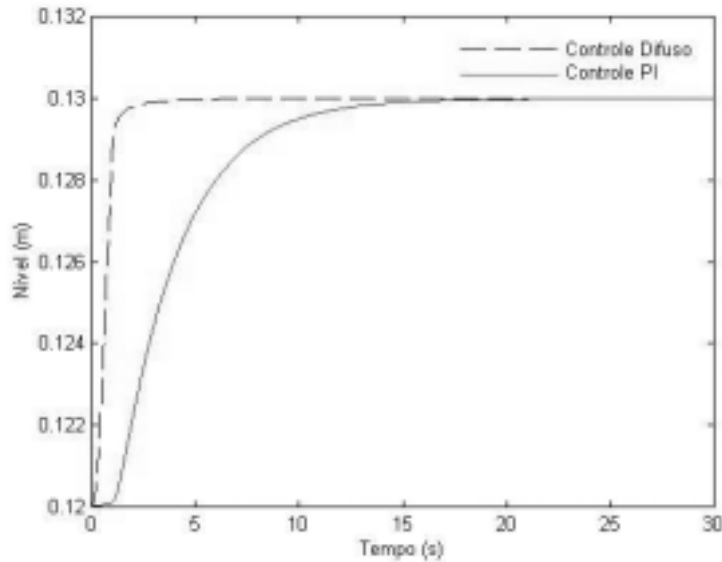


Figura 6 - Simulação sem distúrbios.

Na Fig. (7) são apresentados resultados da simulação para um degrau de referência de nível e uma perturbação na vazão de entrada  $Q_{in}$ . No instante de tempo igual a 20 segundos é acrescentado à vazão de entrada  $Q_{in}$ , uma perturbação correspondente a 30% de  $Q_{in}$ .

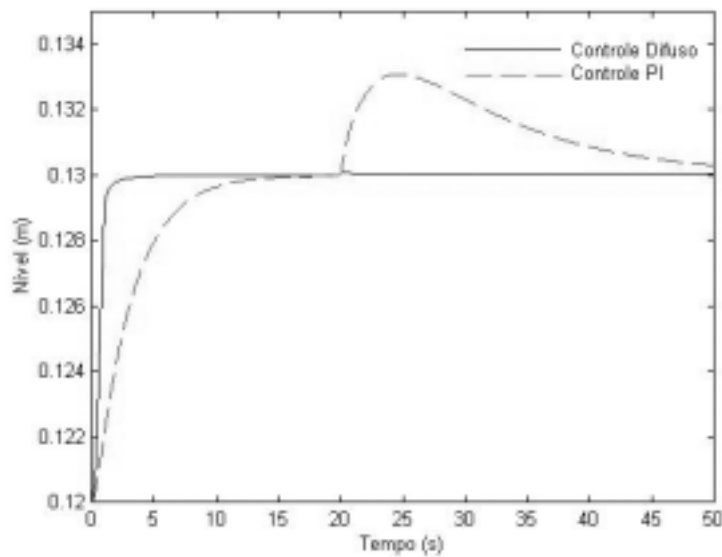


Figura 7 - Simulação com perturbação na vazão de entrada  $Q_{in}$ .

Na Fig. (8) são apresentados resultados de simulação para o sistema de controle do nível com o controlador difuso comparado com o controlador PI e, utilizando uma perturbação na velocidade de rotação dos rolos contendo até o seu terceiro harmônico, de acordo com (Lee, 1996).

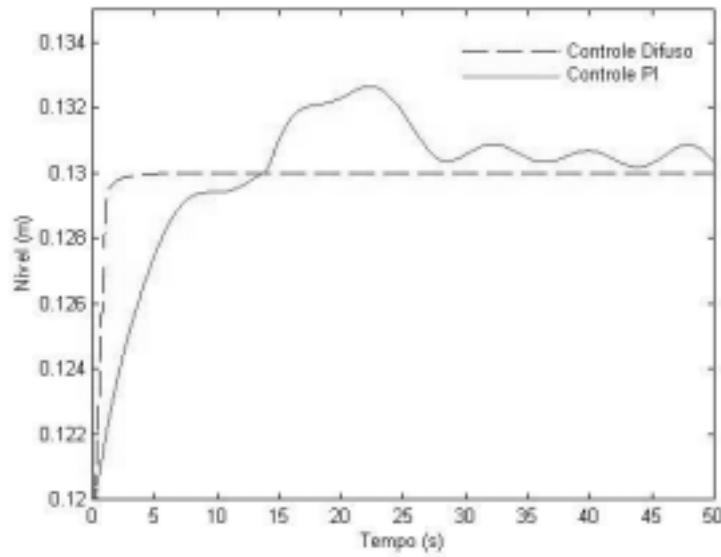


Figura 8 - Simulação com perturbação de até 3<sup>o</sup> harmônico na velocidade de rotação dos rolos.

Na Fig. (9) é apresentado o comportamento das variáveis de controle com o controlador difuso desenvolvido neste trabalho comparado com um controlador convencional PI. No instante de tempo igual a 20 segundos é acrescentado à vazão de entrada  $Q_{in}$ , uma perturbação correspondente a 30% de  $Q_{in}$ .

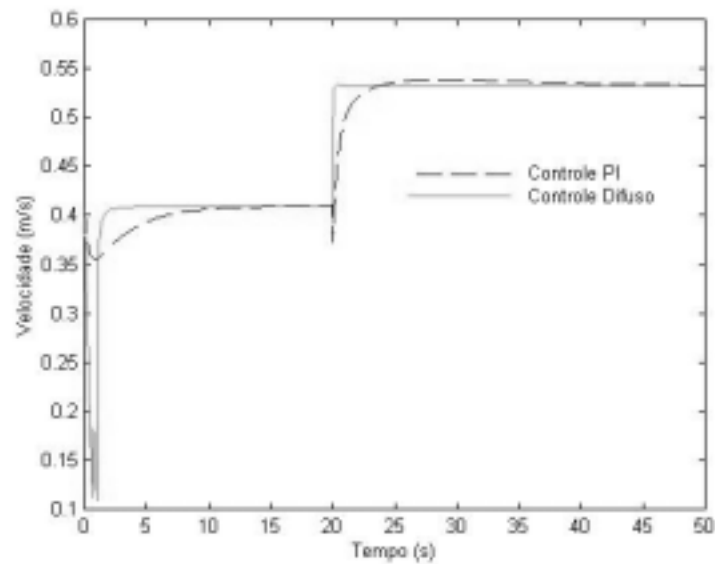


Figura 9 – Sinal de controle do controlador difuso.

## 6. Conclusão

Neste trabalho é apresentada uma proposta de controle de nível para o processo LCT-RD do IPT. Um controlador do tipo difuso é aplicado ao processo, com o objetivo de regular o nível de aço fundido. Os resultados obtidos em simulação, comprovam a ineficiência da utilização de controladores lineares convencionais PID quando aplicados em plantas que apresentam fortes não-linearidades em sua estrutura. O controlador proposto é robusto e apresenta uma resposta satisfatória a diferentes tipos de perturbações inerentes ao sistema. Escolhemos a velocidade dos rolos para realizar a regulagem do nível do processo LCT-RD, para verificar a adequabilidade de técnicas de controle não linear. Entretanto, a velocidade é no processo LCT-RD utilizada atualmente para regular a força entre os rolos. A continuação do presente trabalho inclui o controle do nível utilizando a vazão de entrada do distribuidor intermediário adequando a estratégia de controle ao processo LCT-RD utilizado atualmente.

## Referências

- Cook, R., Grocock, P.G., Thomas, P.M., Edmonds, D.V., Hunt, J.D., 1995, "Development of the Twin-Roll Casting Process", *Journal of Materials Processing Technology*, pp. 76-84.
- Hlinka, J.W., Burgo, J.A., Conarty T.J., 1988, "Modeling and Design of Twin-Roll", *Proceeding of an International Symposium on Casting of Near Net Shape Products*, in Honolulu, Hawaii pp. 115-132.
- L.A. Zadeh, 1965, "Fuzzy Sets", *Inform. Control*, Vol. 8, pp. 338-353.
- Lee, D., Lee, J.S., Kang, T., 1996, "Adaptive Fuzzy Control of the Molten Steel Level in a Strip-Casting Process", *Control Engineering Practice*, Vol. 4, No. 11, pp. 1511-1520.
- Santos, J., Lima, F., Oliveira, V.A., Oliveira, A.A., 2000, "Description of a Twin Roll Direct Strip Casting Process". *Anais do IINDUSCON*, 4., Porto Alegre, PUC-RS, Brasil, pp. 416-19.
- Shin, Y.K., Kang, T., Reynolds, T., Wright, L., 1995, "Development of Twin-Roll Strip Caster for Sheet Steels", *Ironmaking and Steelmaking*, Vol. 22, No. 1, pp. 35-43.
- Spinelli, J.E., Alves, R.A., Tosetti, J.P.V., Santos, C.A., Spim, J.A., Garcia, A., 2000, "Implementação de um Sistema de Controle Automático na Máquina de Lingotamento Contínuo de Tiras (Twin-Roll) do IPT/SP", *Anais do 31º Seminário sobre Fusão, Refino e Solidificação dos Metais*.
- Tavares, R.P., Guthrie, R.I.L., 1998, "Analysis of Metal Delivery System for Twin-Roll Casting Using a Mathematical Model for Turbulent Fluid Flow, Heat Transfer and Solidification", *Computer Applications in Metallurgy and Materials Processing*, The Metallurgical Society of CIM.
- Wang, L.X., 1994, "Adaptive Fuzzy Systems and Control", Ed. PTR Prentice Hall, New Jersey, USA.

## MODELLING AND CONTROL DESIGN FOR THE MOLTEN STEEL LEVEL IN A TWIN-ROLL STRIP CASTING PROCESS

Renato Rosa do Nascimento  
[renator@sel.eesc.sc.usp.br](mailto:renator@sel.eesc.sc.usp.br)

Alexandre Simião Caporali  
[caporali@usp.br](mailto:caporali@usp.br)

Josemar dos Santos  
[josemar@sel.eesc.sc.usp.br](mailto:josemar@sel.eesc.sc.usp.br)

Natache do Socorro Dias Arrifano  
[natachea@sel.eesc.sc.usp.br](mailto:natachea@sel.eesc.sc.usp.br)

Vilma Alves de Oliveira  
[vilmao@sel.eesc.sc.usp.br](mailto:vilmao@sel.eesc.sc.usp.br)

Eduardo Morgado Belo  
[belo@sc.usp.br](mailto:belo@sc.usp.br)

University of São Paulo, Av. Trabalhador São Carlense, 400 ZIP - 13566-590.

**Abstract.** The twin-roll strip casting process produces thin solidified steel strip from molten steel. In this paper the molten steel level model is described as a non linear system corrupted by various types of disturbances. The molten steel level may be controled from the roll gap, tundish output flow or roll rotation speed. Therefore, to keep the strip thickness uniformity the molten steel level is regulated via the roll rotation speed. The tundish output flow is regulated in an intermediary process unit submerge in the molten steel between the roll cylinders. To regulate the molten steel level conventional PI and a fuzzy controller is considered. Simulation results are presented considering the real system parameters.

**Keywords.** *strip casting, automatic control, twin roll.*

## ENCRUAMENTO DE BARRAS DE AÇO BAIXO CARBONO E LATÃO DEFORMADAS CÍCLICA E/OU MONOTONICAMENTE.

**Elaine Carballo S. Corrêa**

Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Escola de Engenharia – UFMG  
elaine@demet.ufmg.br

**Maria Teresa P. Aguilar**

Departamento de Engenharia de Materiais e da Construção, Escola de Engenharia – UFMG  
teresa@demc.ufmg.br

**Paulo Roberto Cetlin**

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola de Engenharia - UFMG  
p cetlin@demet.ufmg.br

**Resumo.** *O encruamento de metais processados ciclicamente difere do comportamento observado durante o deformação monotônica dos mesmos. Esse comportamento atípico, muitas vezes caracterizado por um estado de saturação de tensões, tem sido observado em ensaios com esforços alternados de mesma natureza e em alguns casos associados a processos de conformação mecânica. Comportamento não usual em relação ao escoamento também tem sido verificado para processamento em dois ou mais estágios, com alteração na direção e no tipo de esforço aplicado entre os mesmos. A associação dos dois fenômenos seria de grande interesse para maior compreensão dos mecanismos de encruamento dos metais. Neste trabalho, o comportamento mecânico de amostras de aço baixo carbono e latão submetidas a esforços seqüenciais de tração e torção cíclica é avaliado. Os efeitos da mudança na trajetória de deformação no encruamento dos metais são observados em termos de tensão de fluxo e taxa de encruamento. Resultados distintos foram obtidos de acordo com a seqüência de processamento, natureza da deformação e das características do material em estudo.*

**Palavras chave:** caminho de deformação, processamento cíclico, encruamento.

### 1. Introdução

O comportamento mecânico de metais durante a deformação cíclica tem sido investigado em uma série de experimentos relacionando esforços alternados de mesma natureza e em alguns casos associados a processos de conformação mecânica. Os resultados mostram que um comportamento não usual em relação ao escoamento pode ser observado, levando a níveis de encruamento menos severos e, até mesmo, ao amaciamento do metal.

Experimentos de tensão/compressão cíclica de aço médio carbono microligado (Sarma & Padmanabhan, 1997), compressão multidirecional (Armstrong et al, 1982) e extrusão/compressão cíclica (Richert et al, 1988; Richert, 1990) de alumínio 1100 mostraram que seria possível obter um estado de tensões constantes para valores relativamente baixos de deformação efetiva, fato não observado em processos convencionais de deformação monotônica. Os resultados foram associados à evolução/rearranjo da estrutura celular do material (Armstrong et al, 1982) e à formação e propagação de bandas de cisalhamento (Richert et al, 1988; Richert, 1990; Sarma & Padmanabhan, 1997).

Encruamento atípico também tem sido observado durante o processamento de materiais em duas ou mais etapas. Resultados provenientes de testes de tração em diferentes direções (Wilson et al, 1983) e da associação de ensaios de tração uniaxial ao estado plano de deformação/laminação (Wagoner & Laukonis, 1983; Doucet & Wagoner, 1989; Vieira & Fernandes, 1995) tem mostrado que transientes no escoamento do material podem ocorrer, aparecendo na própria curva tensão-deformação ou na taxa de encruamento. A ocorrência e magnitude do fenômeno dependeriam de características estruturais do metal, da seqüência de deformação (Wilson et al, 1983) e da magnitude da mudança na trajetória de deformação (Vieira & Fernandes, 1995). Novamente os resultados foram associados aos aspectos subestruturais do material. A estrutura de discordâncias gerada no primeiro estágio de deformação se tornaria instável, dissolvendo-se durante o recarregamento, e uma nova subestrutura seria gerada, compatível com o último modo de processamento.

A associação de ambos efeitos, deformação cíclica e mudanças no caminho de deformação, poderia induzir ao amaciamento do material. Entretanto, o estudo do processamento cíclico de metais previamente submetidos a trabalho monotônico tem sido realizado basicamente utilizando esforços de mesma natureza para os dois modos de deformação. Como exemplo, podem ser citados os ensaios de compressão multidirecional de alumínio 1100 pré-deformado unidirecionalmente, que indicaram a possibilidade de desenvolvimento de taxa de encruamento negativa, levando ao amaciamento do metal (Armstrong et al, 1982). Ainda amostras de cobre e alumínio, entre outros materiais, quando submetidas a ciclos de tração/compressão, tiveram os efeitos da pré-deformação por tração ou compressão minimizados ou até mesmo removidos (Coffin & Tavernelli, 1959). A realização de experimentos que associassem processos cíclicos e monotônicos de diferentes naturezas poderia levar a resultados distintos daqueles observados até o momento.

Neste trabalho, os efeitos dos processamentos cíclico e em estágios são observados através de ensaios sequenciais de tração uniaxial e torção cíclica. Os resultados são analisados em termos de tensão de fluxo e taxa de encruamento, através da comparação das curvas de recarregamento do material previamente deformado com aquelas provenientes de testes de torção cíclica e tração puros.

**2. Materiais e Métodos**

Neste trabalho, o efeito da mudança da trajetória de deformação sobre o encruamento de metais é avaliado através da associação de esforços monotônicos e cíclicos. Amostras pré-deformadas por tração foram submetidas a ensaios de torção cíclica, assim como corpos de prova previamente torcidos foram tracionados. Os resultados são comparados às curvas de escoamento obtidas através dos ensaios de torção cíclica e tração puros.

Os materiais utilizados foram aço baixo carbono e latão, cujas composições químicas (% em peso) podem ser observadas na Tab. (1). A escolha desses dois metais ocorreu por apresentarem diferentes características de encruamento. Os corpos de prova (diâmetro útil de 6,20mm e comprimento útil de 44,70mm) foram recozidos à 1000°C durante 20 minutos em vácuo (aço) e à 600°C durante 40 minutos em argônio (latão).

Tabela 1. Composição química dos materiais.

Aço		Latão	
Elemento	% (em peso)	elemento	% (em peso)
C	0,245	Cu	61,31
Mn	0,407	Zn	35,61
Si	0,155	Sn	0,316
S	0,0076	Pb	2,26

Os ensaios de tração e torção foram conduzidos à temperatura ambiente em uma máquina MTS com controle e aquisição de dados TESTSTAR2. Os corpos de prova foram mantidos à ~ -5°C entre os estágios de deformação. A taxa de deformação equivalente inicial em todos os experimentos foi de  $6,3 \times 10^{-2} s^{-1}$ .

Para análise dos resultados, os dados de carga (Q) e alongamento ( $\Delta L$ ), provenientes do teste de tração, torque (T) e ângulo de torção ( $\theta$ ), relativos ao ensaio de torção, foram convertidos em tensão e deformação efetivas a partir do critério de von Mises (Dieter, 1988; Cetlin et al, 1993):

Tração:

$$\sigma = \left( \frac{Q}{\pi R^2} \right) \cdot \left( 1 + \frac{\Delta L}{L} \right) \tag{1}$$

$$\epsilon = \ln \left( 1 + \frac{\Delta L}{L} \right) \tag{2}$$

Torção:

$$\sigma = \left( \frac{3,3 \sqrt{3} T}{2\pi R^3} \right) \tag{3}$$

$$\epsilon = \left( \frac{\theta R}{\sqrt{3} L} \right) \tag{4}$$

Conforme observado anteriormente, os testes de torção foram realizados em ciclos. Para melhor comparação com a deformação monotônica, os resultados foram preparados de forma que os valores de tensão e deformação fossem considerados sempre positivos e as curvas representassem a deformação total no experimento. No início de cada ciclo, o material era torcido no sentido horário, seguido do anti-horário, e assim sucessivamente. Na Figura (1) é apresentada uma representação esquemática dos resultados obtidos para um ciclo e o tratamento dos dados. A amplitude de deformação em todos os ensaios de torção cíclica foi de ~ 0,015.

Em relação aos resultados dos ensaios realizados em dois e três estágios, a montagem/análise da pré-deformação ocorreu de acordo com a seqüência de experimentos, visto que a torção é caracterizada por um gradiente linear de deformação ao longo da seção transversal do corpo de prova e a tração pela distribuição homogênea da mesma. Nos ensaios de torção seguida de tração, foi utilizado um valor de deformação médio na torção, ou seja, o valor de pré-deformação foi considerado como a metade da deformação total neste estágio. Para os experimento de tração-torção, esta consideração não foi realizada pois, conforme observado antes, a deformação no primeiro estágio é uniforme.

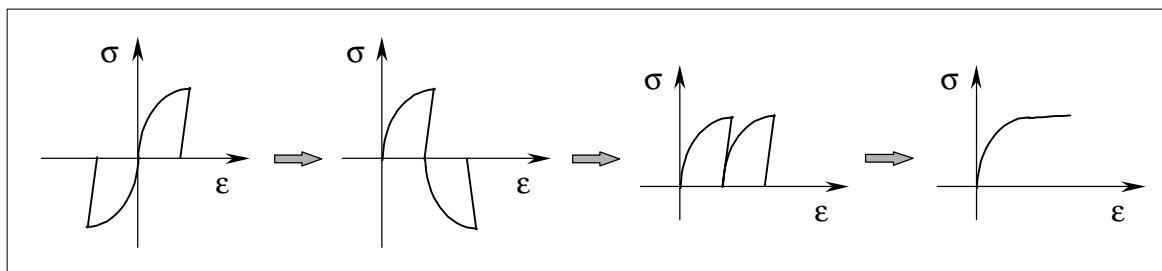


Figura 1. Representação esquemática de um ciclo de torção e da preparação da curva tensão-deformação efetivas.

### 3. Resultados e Discussão

Na Figura (2) podem ser observadas as curvas tensão-deformação efetivas provenientes dos ensaios de tração e torção cíclica para o aço e o latão. As curvas completas de cada segmento do processamento cíclico são apresentadas para melhor compreensão dos resultados; nas figuras seguintes serão apresentados apenas os dados do segmento inicial do primeiro ciclo, seguidos dos pontos de pico dos próximos segmentos/ciclos, de acordo com a Fig. (1). Comparando os resultados obtidos nos ensaios monotônicos, verifica-se que diferentes comportamentos em relação ao encruamento são observados para os dois metais, conforme citado anteriormente. A curva de escoamento à tração do aço apresenta acentuada queda na taxa de encruamento, fato associado à grande ocorrência dos processos de recuperação dinâmica, comportamento típico de metais de estrutura cúbica de corpo centrado. Já para o latão, material com estrutura cúbica de face centrada e baixa energia de falha de empilhamento, esse pronunciado decréscimo na taxa de encruamento não é observado, visto que se trata de um metal menos susceptível ao mecanismo de deslizamento cruzado. Os experimentos cíclicos, entretanto, levaram a resultados semelhantes para os dois metais: ambos apresentaram estado de tensões constantes,  $\sigma_s \sim 330\text{MPa}$  para o aço e  $\sigma_s \sim 225\text{MPa}$  para o latão. Resultados similares foram encontrados anteriormente para diferentes formas de processamento cíclico e materiais: experimentos de compressão multidirecional de alumínio 1100 (Armstrong et al, 1982), tensão/compressão de amostras de aço médio carbono microligado (Sarma & Padmanabhan, 1997) e compressão/extrusão de alumínio 1100 (Richert et al, 1988; Richert, 1990) também levaram a valores de taxa de encruamento  $\sim 0$ .

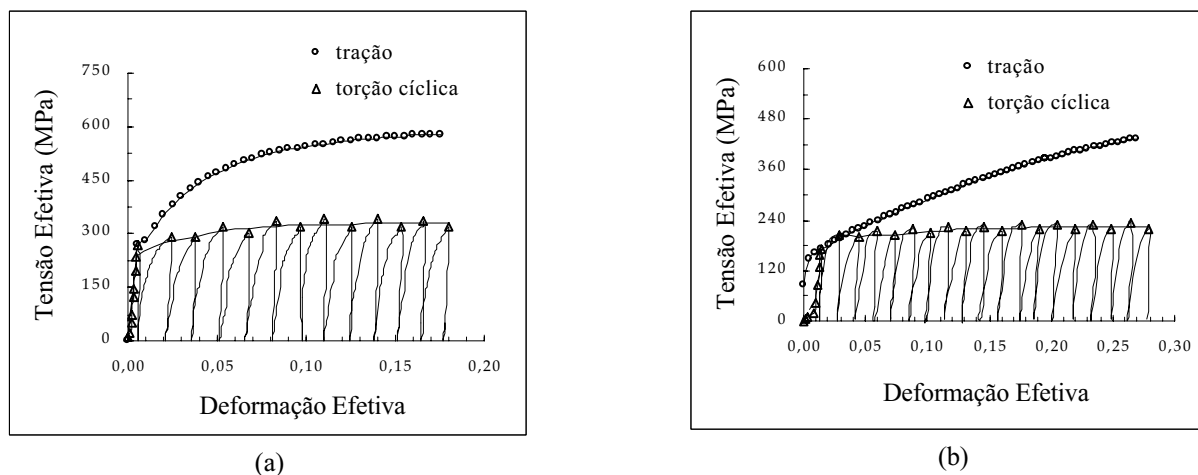


Figura 2. Curvas tensão-deformação efetivas obtidas nos ensaios de tração e torção cíclica: (a) aço e (b) latão.

O comportamento mecânico posterior dos materiais pré-deformados é apresentado nas Figs. (3) a (5). Na Figura (3) são mostradas as curvas obtidas na torção cíclica dos metais previamente tracionados. Para o aço (Fig. (3a)), verifica-se que a tensão de fluxo inicial no segundo estágio de processamento é maior que aquela observada na torção pura. A mesma é seguida de taxa de encruamento negativa, caracterizando a ocorrência de amaciamento do metal. Entretanto, esse comportamento atípico é transiente, e novamente é desenvolvido um estado de saturação de tensões ( $\sigma_s' \sim 445\text{MPa}$ ), cujo valor maior que aquele verificado na torção pura ( $\Delta\sigma_s' \sim 115\text{MPa}$ ). Resultados semelhantes foram observados em testes de compressão de alumínio 1100 (Armstrong et al, 1982), onde amostras submetidas à deformação unidirecional seguida de multidirecional também apresentaram taxas de encruamento negativas transientes. O aparecimento de um estado de tensões constantes, entretanto, estaria relacionado à amplitude de deformação por ciclo. Amaciamento por deformação também foi obtido para vários metais pré-deformados em tração ou compressão quando submetidos a processamento cíclico dessa natureza, e a magnitude dependeu do valor de deformação no primeiro estágio e da amplitude de deformação cíclica (Coffin & Tavernelli, 1959). O teste de tração-torção cíclica do

latão (Fig. (3b)) também levou a um estado de tensões constantes ( $\sigma_s' \sim 304\text{MPa}$ ) e, assim como ocorreu com o aço, foi observado um aumento na tensão de saturação ( $\Delta\sigma_s' \sim 79\text{MPa}$ ). Por outro lado, em contraste com a Fig. (3a), comportamento transiente não foi observado no princípio do 2º estágio de deformação. Dessa forma, verifica-se que um estado de tensões constantes foi desenvolvido para todos os experimentos onde o último (ou único) modo de deformação é a torção cíclica. Observa-se também que o processamento cíclico não foi capaz de remover completamente os efeitos da pré-deformação por tração.

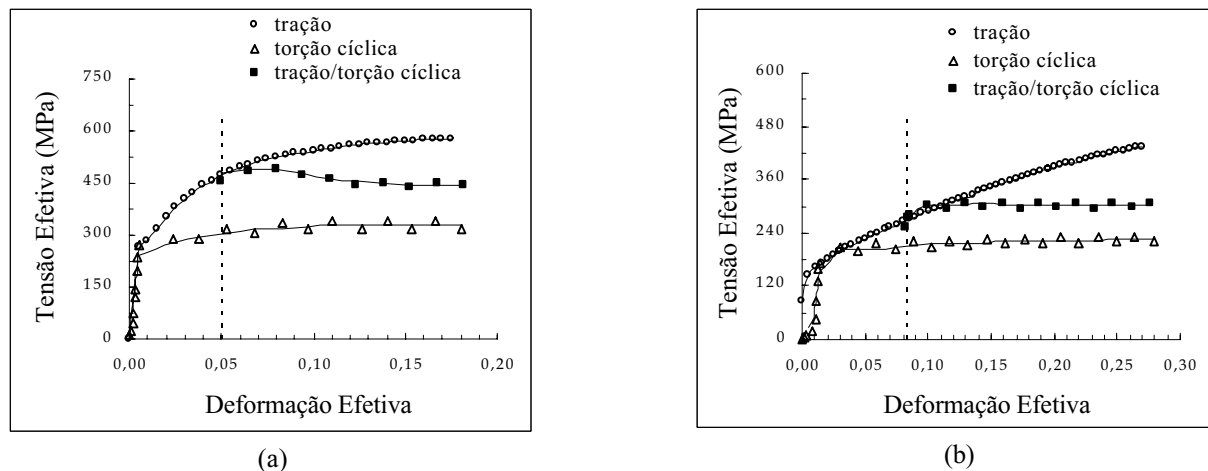


Figura 3. Curvas tensão-deformação efetivas de corpos de prova pré-deformados por tração submetidos à torção cíclica: (a) aço e (b) latão.

Na Figura 4 podem ser observadas as curvas do teste de torção cíclica seguida de tração para os dois materiais. Verifica-se que, para o aço, em contraste com os resultados da seqüência de experimentos anterior, a tração foi capaz de remover totalmente os efeitos da pré-deformação cíclica (Fig. (4a)). A curva de escoamento no segundo estágio de deformação, caracterizada por tensão de recarregamento inferior e taxa de encruamento superior, tornou-se equivalente à da tração pura após um valor de deformação de  $\sim 0,9$ . Para ambas as seqüências de experimentos, no entanto, a curva de escoamento do recarregamento tendeu para aquela relativa ao último tipo de esforço aplicado, assim como havia sido observado na compressão multi/unidirecional do alumínio 1100 (Armstrong et al, 1982). Nos testes com o latão (Fig. (4b)) também foi observada tensão de fluxo inicial inferior e taxa de encruamento superior. Contudo, esse aumento na taxa de encruamento foi muito mais pronunciado, levando a curva de escoamento do segundo estágio de deformação a ficar muito acima da curva da tração pura. Verifica-se que, diferentemente do resultado do aço, os efeitos da deformação previamente aplicada ao material não foram removidos com a torção cíclica.

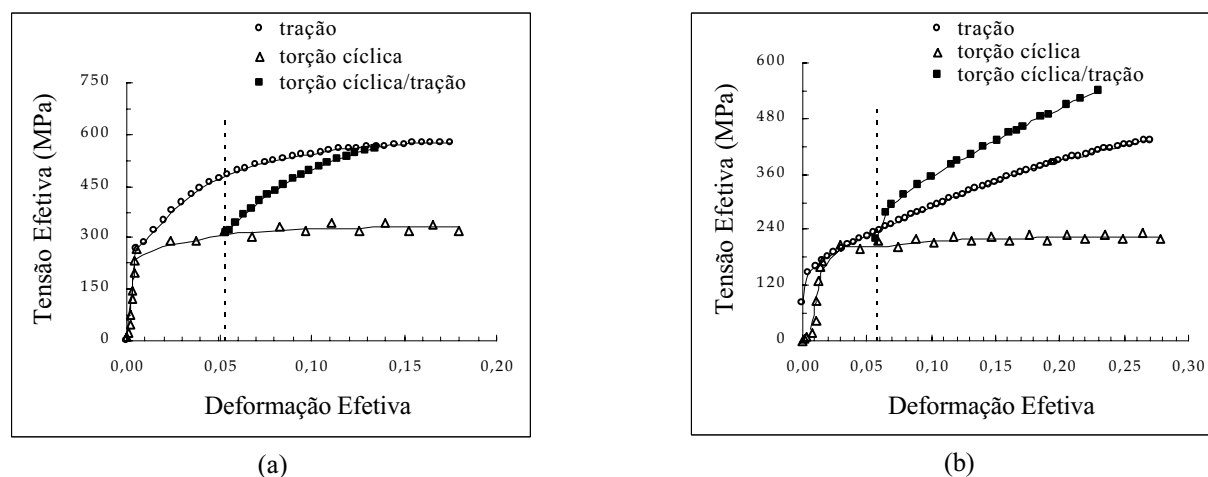


Figura 4. Curvas tensão-deformação efetivas de corpos de prova deformados por torção cíclica seguida de tração: (a) aço e (b) latão.

Conforme pode ser observado, o comportamento mecânico dos metais aço baixo carbono e latão, deformados em dois e três estágios em testes de tração e torção cíclica, depende da seqüência de deformação e das características do metal em estudo. Trabalhos realizados anteriormente para os mesmos materiais (Corrêa et al, 1999; 2000), onde as



mudanças na trajetória de deformação foram conduzidas através da associação de tração e torção monotônica, mostraram que os resultados também seriam observados de acordo com a sequência de deformação e do material. Comparando os resultados obtidos para o aço nos ensaios em dois estágios apenas com processamento monotônico ou com processamento cíclico e monotônico, verifica-se que comportamentos similares são observados tanto para os dois tipos de experimentos como para as duas seqüências de deformação: a curva de escoamento no recarregamento parece tender para aquela relativa ao último tipo de esforço aplicado, fato que não é observado na análise dos experimentos realizados com o latão. Dessa forma, verifica-se que os resultados de mudanças no caminho de deformação seriam uma combinação do material, da seqüência e da natureza da deformação aplicada.

#### 4. Conclusões

- Encruamento não usual pode ser observado quando o material é submetido a mudanças na trajetória de deformação. Os efeitos dessas mudanças dependem da seqüência de deformação, da natureza do esforço aplicado e das características do próprio metal.
- Estado de tensões constantes foi desenvolvido para os dois materiais em todos os experimentos onde o último (ou único) modo de deformação foi a torção cíclica.
- Comportamentos opostos foram verificados para o aço de acordo com a seqüência dos testes: tensão de fluxo inicial superior seguida de taxa de encruamento negativa/nula foi observada na tração-torção enquanto tensão de recarregamento inferior e alta taxa de encruamento estiveram presentes no experimento de torção cíclica-tração. Para ambos, as curvas de escoamento no recarregamento tenderam para aquelas relativas ao último tipo de esforço aplicado.
- O latão apresentou tensão de fluxo inicial superior e taxa de encruamento  $\sim 0$  na tração-torção cíclica enquanto o teste de torção-tração foi caracterizado por uma tensão de recarregamento reduzida e taxa de encruamento superior.
- Comportamento transiente foi observado apenas na torção cíclica do aço pré-tracionado.
- Em geral, o latão apresentou efeitos em relação às mudanças na trajetória de deformação mais pronunciados.

#### 5. Agradecimentos

Os autores agradecem ao CDTN/CNEN (Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear/Comissão Nacional de Energia Nuclear) pelo recozimento dos corpos de prova, ao CNPQ (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) e PRONEX (Programa de Núcleos de Excelência) pelo apoio financeiro.

#### 6. Referências

- Armstrong, P.E., Hockett, J.E., Sherby, O.D., 1982, "Large Strain Multidirectional Deformation of 100 Aluminum at 300K", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol.30, pp. 37-58.
- Cetlin, P.R., Yue, S., Jonas, J.J., Maccagno, T.M., 1993, "Influence of Strain Rate on the Interpass Softening During the Simulated Warm Rolling of Interstitial-Free Steels", *Metallurgical Transactions A*, Vol.24A, pp. 1543-1553.
- Coffin, L.F., Tavernelli, J.F., 1959, "The Cyclic Straining and Fatigue of Metals", *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol.215, pp. 794-807.
- Corrêa, E.C.S., Aguilar, M.T.P., Monteiro, W.A., Cetlin, P.R., 2000, "Work Hardening Behavior of Prestrained Steel in Tensile and Torsion Tests", *Journal of Materials Science Letters*, Vol.19, pp. 779-781.
- Corrêa, E.C.S., Aguilar, M.T.P., Cetlin, P.R., 1999, "Efeito do Caminho de Deformação no Encruamento do Aço e Latão Deformados por Tração e Torção", *Anais do 15º Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, Águas de Lindóia – São Paulo, Brasil*, pp.1-7.
- Dieter, G.E., 1988, "Mechanical Metallurgy", Ed. Mc Graw-Hill, London, England, 751 p.
- Doucet, A.B., Wagoner, R.H., 1989, "Transient Tensile Behavior of Interstitial-Free Steel and 70/30 Brass Following Plane-Strain Deformation", *Metallurgical Transactions*, Vol.20A, pp. 1483-1493.
- Richert, M., Richert, J., Zasadzinski, J., Dybiec, H., 1988, "The Boundary Strain Hardening of Aluminum with Unlimited Cumulation of Large Deformation", *Z. Metallkde*, Vol.79, pp. 741-745.
- Richert, M., 1990, "The Effect of Unlimited Cumulation of Large Strains on the Structure Softening Processes of 99,999Al", *Materials Science and Engineering*, Vol.A129, pp. 1-10.
- Sarma, V.S., Padmanabhan, K.A., 1997, "Transmission Electron Microscopy of a Cyclically Deformed Medium Carbon Microalloyed Steel", *Journal of Materials Science Letters*, Vol.16, pp. 1495-1498.
- Vieira, M.F., Fernandes, J.V., 1995, "Plastic Behavior of Copper Sheets Subjected to a Double Strain-Path Change", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol.47, pp. 261-272.
- Wagoner, R.H., Laukonis, J.V., 1983, "Plastic Behavior of Aluminum-Killed Steel Following Plane-Strain Deformation", *Metallurgical Transactions*, Vol.14A, pp. 1487-1495.
- Wilson, D.V., Zandrahimi, M., Roberts, W.T., 1983, "Effects of Changes in Strain Path on Work Hardening in CP Aluminium and an Al-Cu-Mg Alloy", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol.38, No. 2, pp. 215-226.

## **WORK HARDENING BEHAVIOR OF LOW CARBON STEEL AND BRASS UNDER CYCLIC AND MONOTONIC DEFORMATION**

**Elaine Carballo S. Corrêa**

Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Escola de Engenharia – UFMG  
elaine@demet.ufmg.br

**Maria Teresa P. Aguilar**

Departamento de Engenharia de Materiais e da Construção, Escola de Engenharia – UFMG  
teresa@demc.ufmg.br

**Paulo Roberto Cetlin**

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola de Engenharia - UFMG  
pctlin@demet.ufmg.br

**Abstract.** *The mechanical behavior of cyclically processed metals differs from that under monotonic deformation. This unusual behavior, which commonly leads to a saturation flow stress state, has been observed in experiments involving variable deformation directions and, in a few cases, in investigations associated with forming processes. Unusual flow behavior has been also observed in multiple stage tests, which are characterized by changes in the deformation direction or straining nature between the previous and the subsequent deformation stages. The association of both phenomena would be interesting for the better understanding of hardening mechanisms in metals. In this paper, the work hardening behavior of low carbon steel and brass samples submitted to sequential tensile and cyclic torsion straining has been investigated. The effects of strain path changes on the work hardening of these metals are verified through the analysis of the flow stress and the strain hardening rate. The results depended on the deformation sequence, the straining nature and the material characteristics.*

**Key words:** *strain path, cyclic processing, work hardening*

## PREVENÇÃO DE FALHA POR FADIGA EM LAMINADOS COMPOSTOS INDUSTRIAIS

### Raimundo Carlos Silvério Freire Júnior

UFRN-DEM/PPGEM - Centro de Tecnologia  
Campus Universitário - Lagoa Nova  
Natal - RN - CEP: 59072 - 970  
Tel/Fax: 0(xx)84 215 3768  
E-mail: [raimundo@dem.ufrn.br](mailto:raimundo@dem.ufrn.br)

### Eve Maria Freire de Aquino

UFRN-DEM/PPGEM - Centro de Tecnologia  
Campus Universitário - Lagoa Nova  
Natal - RN - CEP: 59072 - 970  
Tel/Fax: 0(xx)84 215 3768  
E-mail: [eve@dem.ufrn.br](mailto:eve@dem.ufrn.br)

**Resumo.** Uma análise que deve ser efetuada durante o projeto de uma estrutura é saber se a mesma estará submetida a carregamentos cíclicos. Caso a estrutura esteja submetida a esforços de fadiga, a prevenção de falha através da especificação de sua vida útil é imprescindível. Neste sentido, um dos principais diagramas de falha para esse tipo de aplicação é o Diagrama Modificado de Goodman. O mesmo demonstra os limites dos componentes de tensão que podem ser utilizados com segurança no material. Este trabalho tem como objetivo analisar a vida útil e resistência à fadiga de laminados compostos, de fabricação industrial, utilizados na confecção de reservatórios de carvão ativado. Os mesmos são constituídos de resinas de poliéster reforçadas com fibras de vidro/E. O estudo foi desenvolvido para diferentes configurações do laminado, incluindo variação do número de camadas. As mesmas se apresentam na forma de mantas e tecido têxtil cruzado. Como ensaios preliminares, foram realizados os ensaios de densidade e calcinação e os ensaios mecânicos de tração axiais. Em seguida foram feitos os ensaios de fadiga à tração ( $R=0,1$ ) e fadiga axial alternada ( $R=-1$ ), todos com variação da tensão máxima. A partir dos resultados obtidos o Diagrama Modificado de Goodman foi elaborado, bem como as curvas Tensão Máxima versus Número de Ciclos, para cada configuração estudada.

**Palavras Chave:** Material Composto Laminado, Fadiga, Vidro-E, Prevenção de Falha.

### 1. Introdução

Uma das características que deve ser considerada durante um projeto estrutural é a escolha de um material que seja adequado com as exigências do projeto, tais como, baixo custo, baixo peso e boas propriedades mecânicas. Pensando desse modo, os plásticos reforçados com fibra de vidro possuem todas estas características e por causa disso estão sendo cada vez mais aplicados na indústria (Liao, 1998).

Outra característica importante no projeto é a análise da vida do material sob a ação de carregamentos cíclicos, como no caso da maioria das aplicações aeronáuticas, onde as estruturas são projetadas para suportar milhões de ciclos sem se romperem (Sutherland, 1999).

Analisando a resposta à fadiga dos plásticos reforçados, são vários os fatores que podem influenciar na sua ruptura, entre eles pode-se considerar a frequência a que são submetidos (Mandell et al, 1997), a sua configuração e o número de camadas (Ding et al, 1995; Ogihara et al, 1999), o processo de fabricação (Branco et al, 1995), o percentual de fibra (Mandell et al, 1997; Mandell et al, 1999), o dano sofrido durante o carregamento (Subramanian et al, 1995), a intensidade da amplitude de tensão (é definido como a subtração da tensão máxima e mínima dividido por dois) ou de deslocamento, a razão de fadiga  $R$  ( $R$  é definido como a razão entre a tensão mínima e a máxima aplicada) e a intensidade da tensão ou deslocamento máximo aplicado (Sutherland et al, 1996; Caprino et al, 1999; Lavoit et al, 2000).

A influência da configuração, do número de camadas e do processo de fabricação do material composto foi observada a partir da obtenção de propriedades mecânicas diferentes com a variação destes parâmetros, modificando, inclusive, a resposta do material sob a ação de carregamentos cíclicos.

Foi observado, também, que a amplitude de tensão e a tensão máxima aplicada influenciam na ruptura do material pois quanto maior são os seus valores, menor será a vida útil do material. Caprino et al (1999) comparou os valores de  $R$  iguais a 10 e 1,43 para um material composto à base de tecido de fibra de vidro e resina epóxi e obteve melhor resistência à fadiga para  $R=1,43$  do que para  $R=10$ . Isto pode ser explicado devido ao fato de que para qualquer valor de tensão máxima aplicada utilizando-se  $R=1,43$  ter-se-á um valor menor de amplitude de tensão se comparado a  $R=10$ .

Quando se deseja prever a falha por fadiga de um material composto, se faz necessário primeiramente a criação de um modelo empírico, semi-empírico ou teórico que caracterize, pelo menos na região analisada, os dados obtidos experimentalmente (Bond, 1999). A partir deste modelo se desenha o Diagrama Modificado de Goodman, que

demonstra o número de ciclos que o material vai suportar antes de romper. Para tanto, o valor da tensão média (definida como a adição da tensão máxima e mínima dividido por dois) e da amplitude de tensão na qual o material vai trabalhar devem ser conhecidas. A partir do Diagrama Modificado de Goodman, procedimento contrário pode ser empregado, ou seja, a partir de um número de ciclos que se deseja que o material suporte antes de romper e da tensão média aplicada, se pode determinar o valor máximo de tensão alternada a ser aplicada. Este diagrama é bastante útil durante o projeto, pois é muito importante se saber a vida útil do material quando submetido a carregamentos cíclicos.

Este trabalho tem como objetivo analisar a resistência à fadiga de laminados compostos, de fabricação industrial, utilizados na confecção de reservatórios de carvão ativado. Os mesmos são constituídos de resina de poliéster reforçada com fibras de vidro/E em forma de manta e tecido têxtil cruzado. O estudo foi desenvolvido para dois tipos diferentes de configurações do laminado, incluindo variação do número de camadas. Os ensaios de fadiga foram realizados, inicialmente, para valores de  $R = -1$  (axial alternada) e  $R = 0,1$ , e diferentes intensidades da tensão máxima aplicada. A prevenção da Falha por Fadiga foi determinada a partir dos resultados obtidos, utilizando-se o Diagrama Modificado de Goodman. Todos os ensaios foram realizados com amplitude de tensão constante (fadiga não acumulativa) e o com o número de ciclos de falha dentro da faixa de fadiga de alto ciclo.

## 2. Procedimento Experimental

Os laminados utilizados neste trabalho foram confeccionados pelo processo de laminação manual em forma de placas de  $1 \text{ m}^2$ , nos quais utilizou-se como matéria prima a resina de poliéster insaturada ortoftálica e o reforço de mantas ( $5 \text{ cm}$ ,  $450 \text{ g/m}^2$ ) e tecidos têxteis cruzados ( $450 \text{ g/m}^2$ ) de fibra de vidro-E. Desse modo, foram fabricadas duas placas, uma com 10 e a outra com 12 camadas, com espessura de 7 e 10 mm, respectivamente e com as seguintes configurações.

$[M/T/M/T/M]_s$  Configuração do laminado de 10 camadas (C10)

$[M/T/M/T/M/M/T/M/T/M/T/M]$  Configuração do laminado de 12 camadas (C12)

Os símbolos **M** e **T** são referentes à manta e tecido têxtil cruzado de fibra de vidro E, respectivamente. **C10** e **C12** referem-se aos laminados de 10 e de 12 camadas, respectivamente. O símbolo **s** é referente à simetria do material, observando-se que o laminado **C10** é simétrico e o **C12** não apresenta simetria em sua configuração.

Foram realizados ensaios preliminares de densidade volumétrica e de calcinação nos dois laminados, necessários à obtenção dos percentuais de fibras, resina e vazios das duas configurações. Os resultados são mostrados na Tab. 1. A partir destes resultados percebe-se que os dois laminados possuem praticamente os mesmos percentuais de fibra, resina e vazios. Desse modo, pode-se considerar que qualquer variação nas propriedades mecânicas ocorridas entre eles será somente em consequência da variação da sua configuração e do seu número de camadas.

Tabela 1. Percentuais em volume de fibras, resina e vazios para as configurações C10 e C12.

	Fibra (%)	Resina (%)	Vazios (%)
<b>Laminado C10</b>	32,8	49,2	17,8
<b>Laminado C12</b>	32,9	49,9	17,1

Para o corte das placas utilizou-se um disco de corte diamantado (DIFER D252), de forma a evitar um possível "arranque" de fibras ou qualquer outro tipo de dano nos corpos de prova. As dimensões dos corpos de prova para o ensaio de tração uniaxial e de fadiga ( $R = -1$  e  $R = 0,1$ ), foram retiradas da norma ASTM D 3039 (1990) e do trabalho de Mandell et al (1997), respectivamente. As dimensões dos corpos de prova de fadiga e de tração podem ser vistas na Fig. 1. Os comprimentos úteis (gage) são 127 mm para os corpos de prova de tração e fadiga com  $R = 0,1$  e 43 mm para os corpos de prova de fadiga com  $R = 0,1$ . Exames microscópicos foram realizados em todos os corpos de prova com o objetivo de identificar possíveis danos induzidos nos mesmos, durante o processo de preparação.

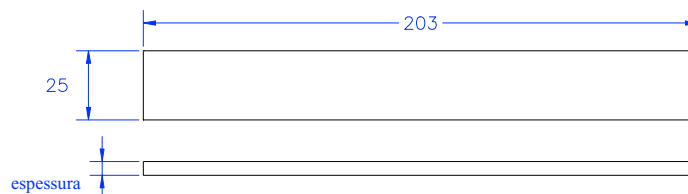


Figura 1. Dimensões dos corpos de prova utilizados para os ensaios de tração e fadiga (dimensões em mm).

Para os ensaios de tração uniaxial utilizou-se uma máquina de Tração Universal Mecânica PAVITEST, utilizando-se uma velocidade de deslocamento de  $1 \text{ mm/min}$ . Durante o ensaio fez-se o controle da deformação no sentido perpendicular ao tracionamento, para o cálculo do coeficiente de Poisson. Este controle foi feito utilizando-se um micrômetro devidamente calibrado com precisão de  $0,001 \text{ mm}$ .

Os ensaios de fadiga foram feitos em uma máquina MTS servo-hidráulica, utilizando-se uma frequência de 5 Hz com comportamento senoidal e razões de fadiga  $R = 0,1$  e  $R = -1$ . As tensões normalizadas (a tensão normalizada é definida como a razão entre a tensão máxima aplicada e o limite de resistência à tração) escolhidas foram 0,6, 0,5, 0,4, 0,3 ( $R = -1$ ) e 0,9, 0,8, 0,7, 0,6, 0,5 ( $R = 0,1$ ) para **C10** e 0,6, 0,5, 0,4, 0,3, 0,25 ( $R = -1$ ) e 0,7, 0,65, 0,6, 0,5, 0,4 ( $R = 0,1$ ) para **C12**. Os ensaios foram realizados para amplitude de tensão constante observando-se os limites de fadiga de alto ciclo. Todos os ensaios foram feitos a temperatura ambiente (25 °C) e com umidade relativa do ar a 50 %.

Mostra-se na Equação 1 o modelo matemático do comportamento à fadiga de laminados compostos, como uma função linear logarítmica, utilizada para a obtenção da razão entre a tensão máxima aplicada e o limite de resistência à tração em função do número de ciclos. O mesmo é referenciado na norma ASTM E 739 (1980) e nos trabalhos de Mandell et al (1997), Bond (1999), Sutherland et al (1996) entre outros.

$$\frac{S_{\max}}{S_{\text{tra}}} = 1 - b \cdot \log(N) \tag{1}$$

Aqui,  $S_{\max}$  é a tensão máxima aplicada,  $S_{\text{tra}}$  é o limite de resistência à tração suportada pelo material,  $N$  é o número de ciclos responsável pela ruptura dos corpos de prova, e  $b$  é definido como **coeficiente de fadiga** do material. Para a obtenção do valor de  $b$  utiliza-se o método dos mínimos quadrados, também descrito na norma ASTM E 739 (1980).

### 3. Resultados Experimentais

#### 3.1. Ensaio de tração uniaxial

Mostra-se na Tabela 2 os resultados das propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração uniaxial para as duas configurações utilizadas. A partir destes dados percebe-se que os resultados obtidos para os dois laminados são bastante próximos como o caso do limite de resistência à tração, que é aproximadamente igual a 115 MPa para os dois laminados compostos. Este fato pode ser visto na Fig. 2, que mostra as curvas de Tensão X Deformação dos dois laminados.

Tabela 2. Propriedades Mecânicas para os laminados **C10** e **C12**.

	Laminado com 10 camadas	Laminado com 12 camadas
<b>Modulo de Elasticidade (GPa)</b>	4,81	4,50
<b>Coefficiente de Poisson</b>	0,15	0,10
<b>Limite de Resistência à Tração (MPa)</b>	116,7	115,3
<b>Deformação Máxima (%)</b>	2,45	2,54
<b>Deformação Máxima Transversal (%)</b>	- 0,36	- 0,25

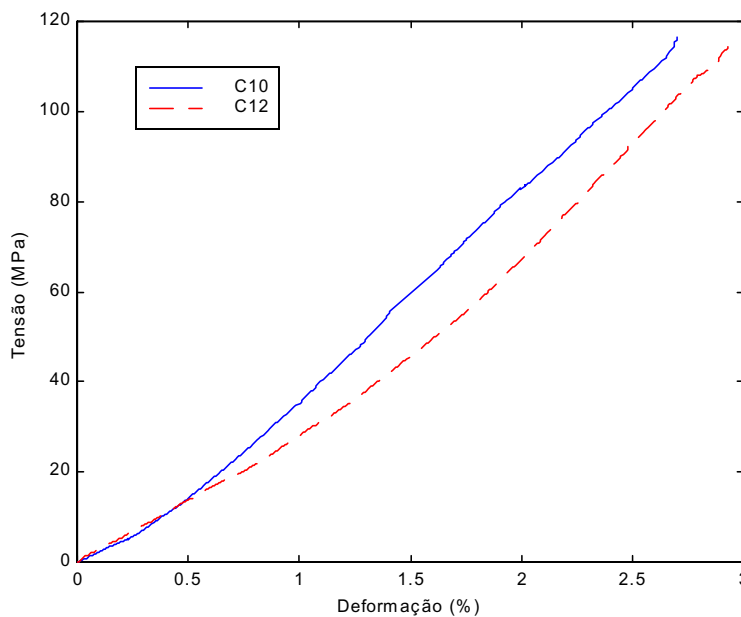


Figura 2. Gráfico da Tensão x Deformação dos dois laminados compostos

Tendo em vista que os percentuais de fibras, resina e vazios são praticamente os mesmos, a introdução de mais 02 camadas (1 M e 1 T) não originou grandes mudanças na resposta mecânica dos laminados.

### 3.2. Ensaio de Fadiga

Mostra-se na Figura 3 os resultados dos ensaios de fadiga do laminado **C12** para  $R = -1$  e  $R = 0,1$ . Analisando o gráfico percebe-se que os resultados dos ensaios com  $R = 0,1$  possuem melhor resistência à fadiga do que os ensaios com  $R = -1$ . Este resultado já era esperado, pois as amplitudes de tensão em  $R = 0,1$  são inferiores se comparadas às de  $R = -1$ , quando se utiliza o mesmo valor de tensão máxima. De estudos anteriores sabe-se que quanto maior for a amplitude de tensão menor será a resistência do material à fadiga (Sutherland et al, 1996; Caprino et al, 1999). Estes resultados também podem ser percebidos pelo valor de **b**, que quanto menor for, maior será a resistência à fadiga do material (Mandell et al, 1997). Nesta investigação, **b** é igual a 0,11 para  $R = 0,1$  e igual a 0,14 para  $R = -1$ .

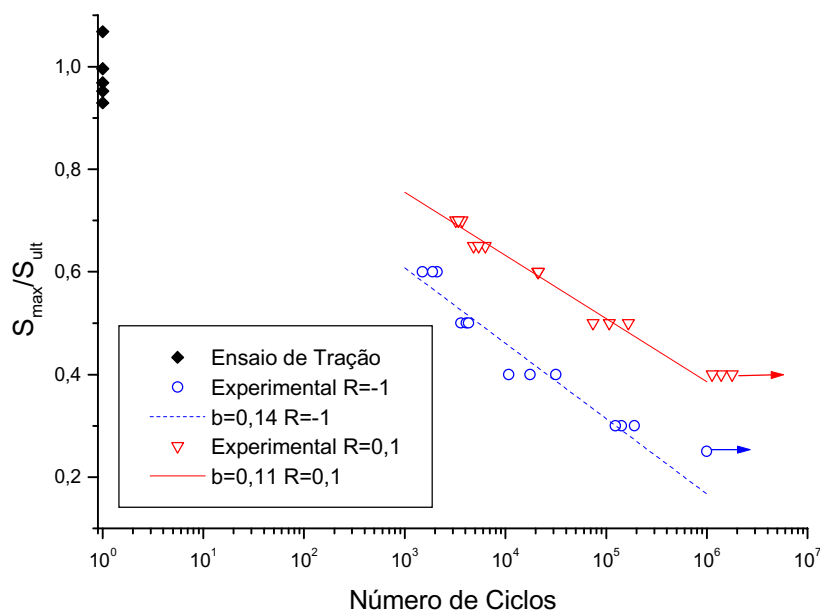


Figura 3. Gráfico semilogarítmico da tensão normalizada versus o número de ciclos de ruptura do laminado **C12**.

Além disso, percebe-se também na Fig. 3, que para a fadiga de alto ciclo a Eq. (1) representa bem os dados obtidos experimentalmente, demonstrando que o laminado **C12** possui um comportamento linear à fadiga na região analisada, e que isto é independente da razão de fadiga  $R$ .

Mostra-se na Figura 4 os resultados dos ensaios de fadiga do laminado **C10** para  $R = -1$  e  $R = 0,1$ . Analisando este gráfico percebe-se que os resultados dos ensaios com  $R = 0,1$  possuem melhor resistência à fadiga do que os ensaios com  $R = -1$  e conforme já foi explicado anteriormente, para o caso do laminado **C12**, isto ocorre devido às maiores amplitudes de tensão para  $R = -1$ , demonstrando desse modo a importância da razão de fadiga ( $R$ ) e conseqüentemente da amplitude de tensão na ruptura por fadiga dos materiais compostos.

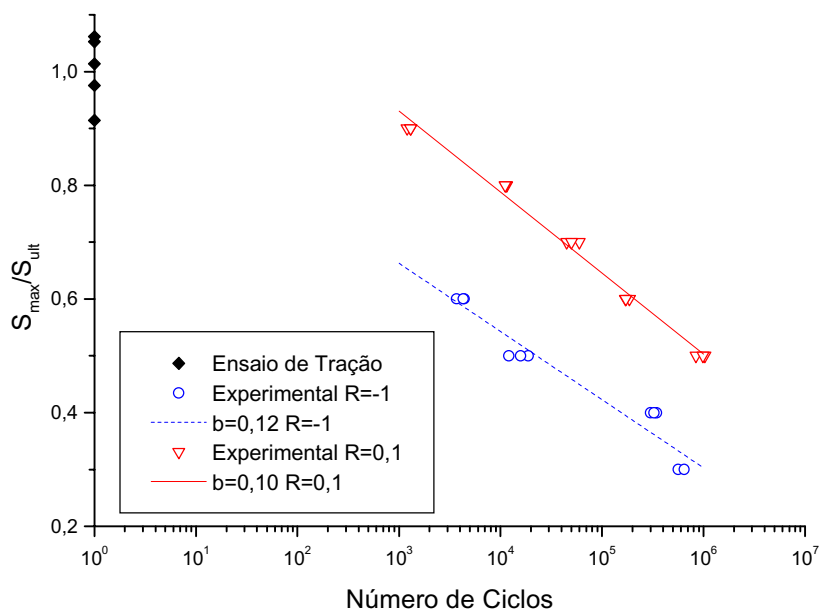


Figura 4. Gráfico semilogarítmico da tensão normalizada versus o número de ciclos de ruptura do laminado **C10**.

Comparando a variação do valor de **R** dos dois laminados nas Fig. 3 e 4, percebe-se que **R** teve maior influência no laminado **C12** do que no laminado **C10**, pois no primeiro o coeficiente **b** variou de 0,11 para 0,14, aumento de 0,03, e no caso do laminado **C10** o aumento foi de 0,02, na qual **b** aumentou de 0,10 para 0,12. Nas figuras aqui apresentadas os símbolos indicados com uma seta não romperam, porém foram ensaiados até o número indicado no gráfico.

Com o objetivo de comparar os resultados obtidos para  $R = -1$  dos dois laminados compostos, desenhou-se o gráfico da Fig. 5, no qual percebe-se que o laminado **C10** possui melhor comportamento à fadiga do que o laminado **C12**, demonstrando assim a influência da configuração e do número de camadas sob a resistência à fadiga do material. Um outro motivo da melhor resistência à fadiga do laminado **C10** se deve ao fato do mesmo ser simétrico e, por causa disso, possuir melhor distribuição de tensões (Herakovich, 1997) melhorando assim a resistência à fadiga do material.

Percebe-se também na Fig. 5, que para  $R = -1$ , os dois laminados compostos possuem um comportamento linear à fadiga, sendo bastante adequado o emprego do modelo teórico proposto para a previsão da vida útil nestes laminados compostos.

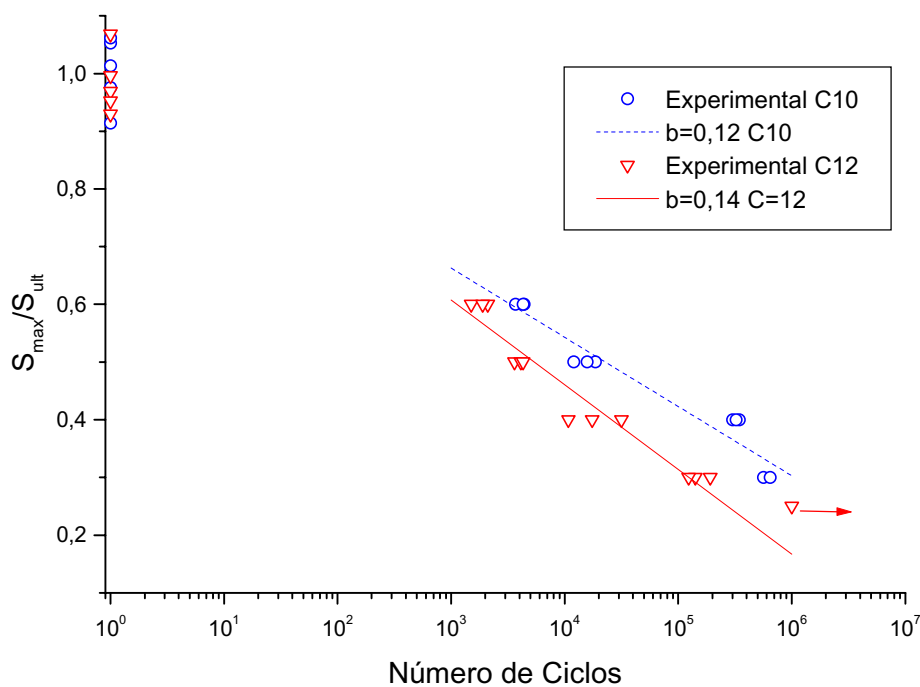


Figura 5. Gráfico semilogarítmico comparativo da razão da tensão máxima pelo limite de resistência à tração versus o número de ciclos, nos laminados **C10** e **C12** para  $R = -1$ .

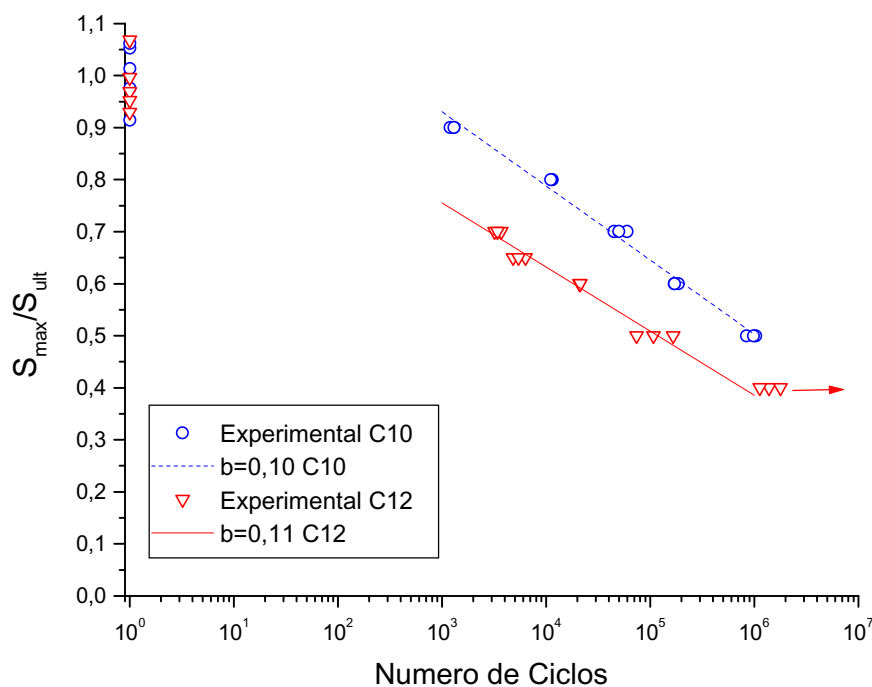


Figura 6. Gráfico semilogarítmico comparativo da razão da tensão máxima pelo limite de resistência à tração versus o número de ciclos, nos laminados **C10** e **C12** para  $R = 0,1$ .

Comparou-se no gráfico da Fig. 6 os resultados obtidos para  $R= 0,1$  dos dois laminados compostos. A partir deste gráfico percebe-se, também, que o laminado **C10** possui melhor resistência à fadiga do que o laminado **C12**, conforme foi dito anteriormente isto se deve principalmente ao fato que o laminado **C10** possui simetria e conseqüentemente possui melhor distribuição de tensões.

Comparando-se os gráficos da fig. 5 e 6, percebe-se que houve uma influência maior da configuração do laminado na resposta à fadiga dos laminados, para a razão de fadiga  $R= -1$ , pois, neste caso, o valor de **b** aumentou 0,02, enquanto que para  $R= 0,1$  o aumento foi só de 0,01.

Com relação a prevenção de falha por fadiga, na elaboração de projetos estruturais, a utilização do Diagrama Modificado de Goodman é mais adequado, visto que a partir do mesmo, se pode prever o comportamento à fadiga do material para as mais diversas formas de aplicação da carga cíclica. Nesta etapa do estudo, o Diagrama de Goodman é apresentado para cargas cíclicas com predominância da intensidade da carga de tração (tensão média positiva).

Para a concepção do Diagrama Modificado de Goodman, se faz necessário, no mínimo, os resultados do ensaio de tração uniaxial e do modelo teórico referente aos resultados do ensaio de fadiga com  $R= -1$  (Bond, 1999). A partir destes resultados obtém-se as Fig. 7 e 8, que mostram o Diagrama Modificado de Goodman, para os laminados **C10** e **C12**, respectivamente.

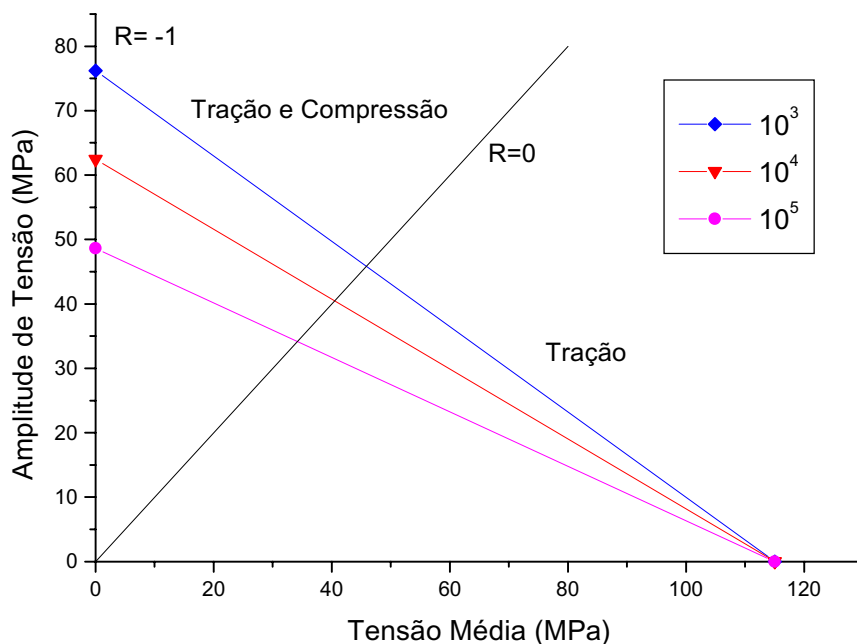


Figura 7. Diagrama Modificado de Goodman para o laminado **C10**, utilizando apenas os resultados obtidos para  $R=-1$ .

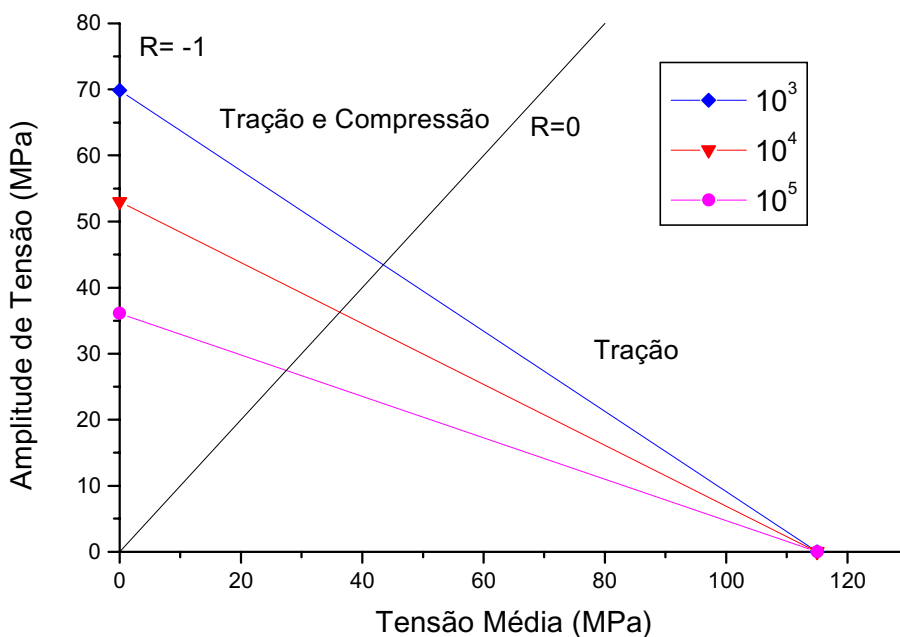


Figura 8. Diagrama Modificado de Goodman para o laminado **C12**, utilizando apenas os resultados obtidos para  $R=-1$ .



Percebe-se nestas figuras que é feita uma divisão de duas áreas distintas, utilizando-se para isso a linha  $R=0$ . Esta divisão é feita para demonstrar as duas regiões na qual o material sofrerá esforços somente de tração (região abaixo da linha  $R=0$ ) e esforços de tração (predominante) e compressão (região acima da linha  $R=0$ ).

Os Diagramas de Goodman expostos nas Fig. 7 e 8, retratam a previsão de falha por fadiga dos laminados conhecendo-se apenas as suas respostas para  $R=-1$ , (definido como Diagrama Simples de Goodman), o que pode levar a uma análise errônea (subestimar ou superestimar) da vida útil da peça para outros valores de razão de fadiga  $R$ .

Para a obtenção de um Diagrama de Goodman mais preciso, se faz necessário à utilização de outros modelos aplicados a outros valores de  $R$ , como é o caso das Fig. 9 e 10 que mostram o Diagrama de Goodman para os laminados **C10** e **C12**, respectivamente, desenhados a partir dos modelos obtidos para os ensaios de fadiga  $R=-1$  e a  $R=0,1$ .

A partir do gráfico da Fig. 8 percebe-se a importância de se conhecer outras respostas do compósito em função de  $R$  para a concepção do Diagrama de Goodman. Para o laminado **C10**, a utilização do Diagrama Simples de Goodman na prevenção da falha, subestima os valores obtidos para  $R=0,1$ . Por exemplo para um material que deve romper a mil ciclos com  $R=0,1$ , à aproximação da fig. 7 demonstra que o valor máximo de tensão média aplicada e de amplitude de tensão só pode ser de 51,5 e 42,1 MPa, respectivamente, enquanto que na realidade se pode aplicar até 58,9 MPa de tensão média e 48,2 MPa de amplitude de tensão, conforme é mostrado na fig. 9. Isso representa uma diferença bastante significativa nos resultados, ficando na ordem de 7,4 MPa para a tensão média e 6,1 MPa para a amplitude de tensão.

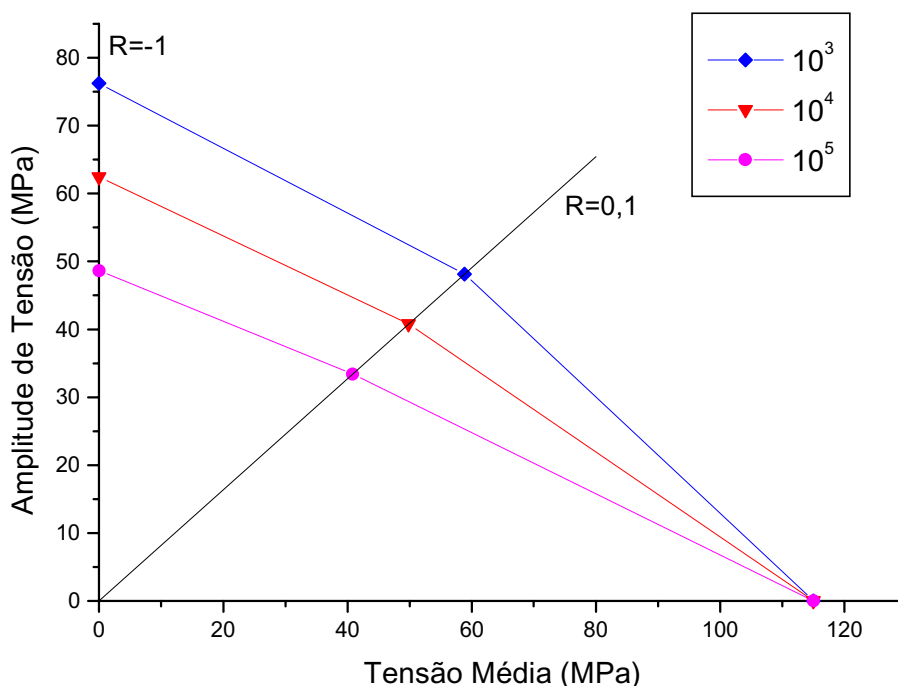


Figura 9. Diagrama Modificado de Goodman para o laminado **C10**.

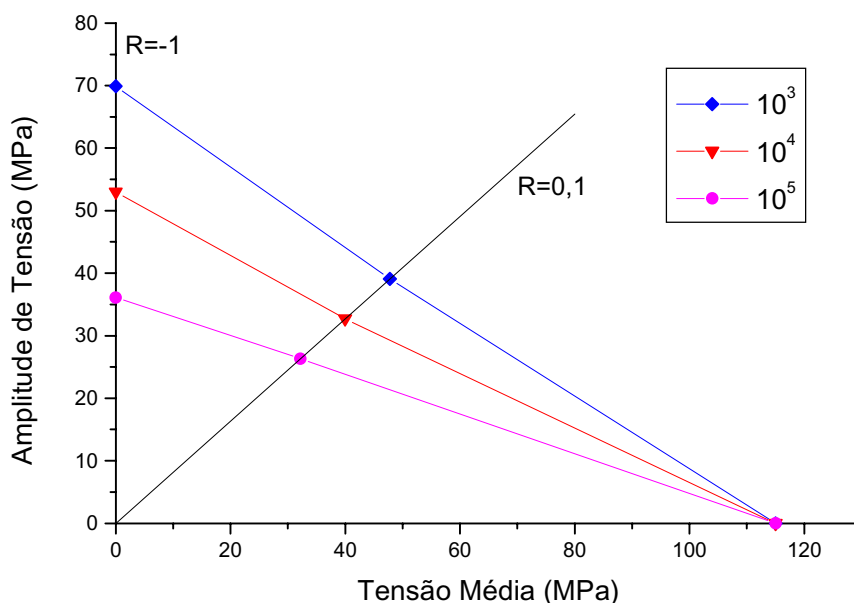


Figura 10. Diagrama Modificado de Goodman para o laminado **C12**.

Para o laminado **C12**, Fig. 10, observa-se que considerar o Diagrama Simples de Goodman como ferramenta na prevenção da falha, leva a erros menores, apesar do mesmo superestimar os valores referentes à vida útil do laminado. Observa-se que a diferença entre os resultados obtidos nas Fig. 8 e 10 é pequena. Por exemplo, para o caso na qual a variação entre a tensão média e a amplitude de tensão é maior (material submetido a mil ciclos com  $R=0,1$ ), a diferença entre as tensões médias é de 1,2 MPa e entre as amplitudes de tensão é de 1,1 MPa.

Para demonstrar melhor a diferença entre os resultados obtidos para o Diagrama de Goodman utilizando-se somente  $R=-1$  (Fig. 7 e 8) e os resultados obtidos utilizando-se  $R=-1$  e  $R=0,1$  (Fig. 9 e 10) desenhou-se os gráficos das Fig. 11 e 12, que superpõem os comportamentos à fadiga dos laminados e uma previsão de falha mais precisa.

Ainda dentro da análise dos Diagramas de Falhas, chama a atenção o fato de que, para os dois laminados em estudo, quando a intensidade da amplitude de tensão vai diminuindo (aumento da vida útil), o Diagrama Simples de Goodman (só para  $R=-1$ ) oferece bons resultados com relação à prevenção da falha. Testes para outros valores de  $R$  são recomendados para maior segurança no projeto estrutural.

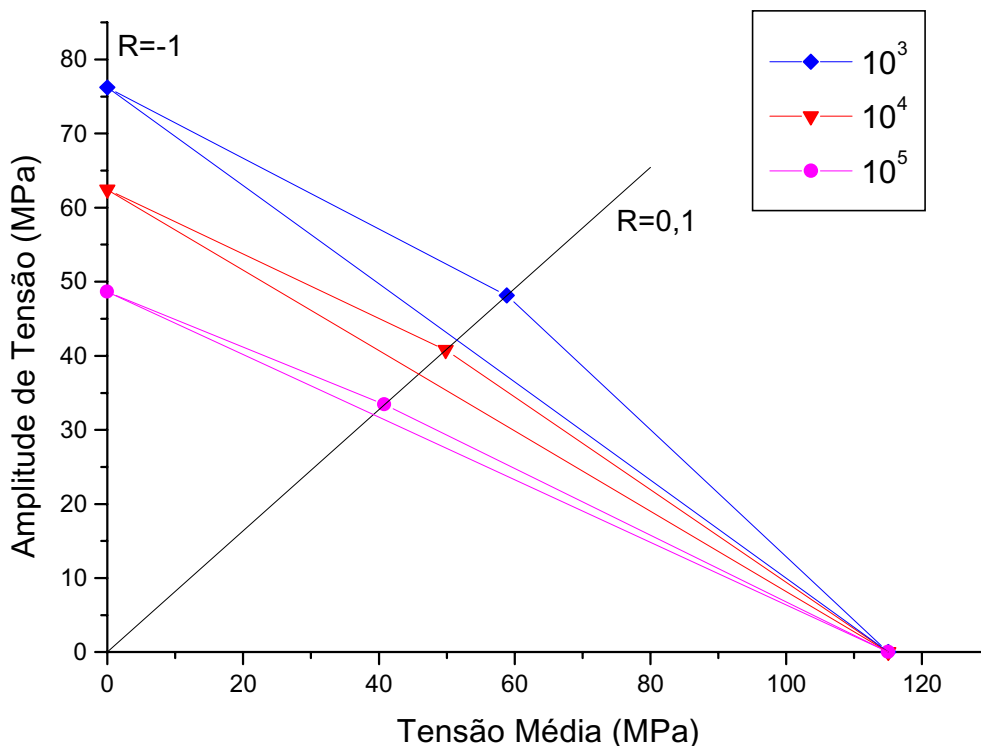


Figura 11. Superposição dos dois Diagramas de Goodman : Simples e com  $R=0,1$  para o laminado **C10**.

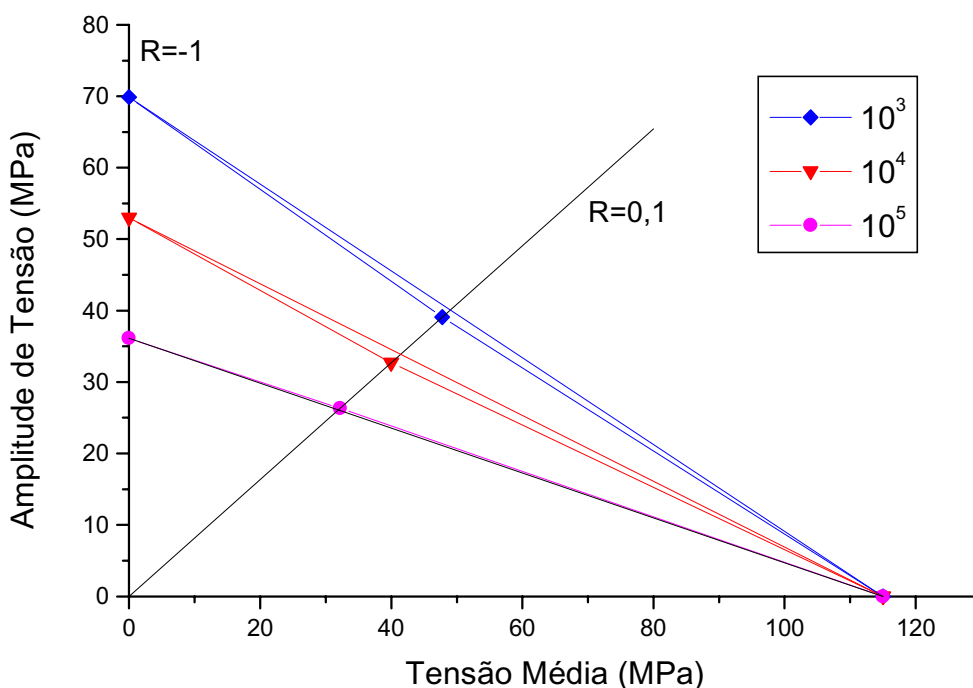


Figura 12. Superposição dos dois Diagramas de Goodman : Simples e com  $R=0,1$  para o laminado **C12**.

#### 4. Conclusões

A partir de todos os resultados analisados nos ensaios de tração uniaxial pode-se concluir que a configuração do material e o número de camadas tiveram influência pouco significativa na maioria das propriedades mecânicas tais como limite de resistência à tração e módulo de elasticidade longitudinal.

Nos dois laminados, o valor de  $R$  e, conseqüentemente, a intensidade da amplitude de tensão do material, origina uma influência na resistência à fadiga no material, de tal maneira que o aumento da intensidade da amplitude de tensão implica na diminuição da vida útil dos dois laminados compostos. Essa influência é mais intensa para o ensaio da fadiga axial alternada ( $R = -1$ ).

O laminado composto **C10** possuiu melhor comportamento à fadiga que o laminado composto **C12**, para os dois tipos de ensaios, demonstrando a importância da simetria do material e da configuração do mesmo.

O modelo teórico (equação 1) representa bem a reposta à fadiga de alto ciclo nos dois laminados compostos, demonstrando que estes materiais possuem um comportamento linear à fadiga.

A utilização do Diagrama Modificado de Goodman, na prevenção da falha por fadiga dos dois laminados, apresenta bons resultados quando se considera o comportamento dos laminados compostos para outros valores de  $R$ , diferentes de  $R = -1$ . Esse cuidado deve ser tomado para altos valores da amplitude de tensão, ou seja, quando a tensão máxima aplicada encontra-se acima de 50% do limite de resistência à tração uniaxial.

#### 5. Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES pelo financiamento da bolsa de mestrado, ao Departamento de Engenharia Mecânica da UFPB Campus II, pela utilização do MTS e ao CEFET – RN pela utilização do PAVITEST.

#### 6. Referências

- ASTM D 3039, 1990, “Standard Test Method for Tensile Properties of Oriented Fiber Composites”.
- ASTM E 739, 1980, “Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life ( $\epsilon$ -N) Fatigue Data”.
- Bond, I. P., 1999, “Fatigue Life Prediction for GRP Subjected to Variable Amplitude Loading”, *Composites: Part A*, 30, pp. 961-970.
- Branco, C. M., Ferreira, J. M., Faelt, P. and Richardson, M. O. W., 1995, “A Comparative Study of the Fatigue Behavior of GRP Hand Lay-up and Pultruded Phenolic Composites”, *International Journal of Fatigue*, Vol. 18, N. 4, pp. 255-263.
- Caprino, G., Giorleo, G., 1999, “Fatigue Lifetime of Glass Fabric/Epoxy Composites”, *Composites: Part A*, 30, pp. 299-304.
- Ding, Y. Q., Yan, Y., McIlhagger, R. and Brown D., 1995, “Comparison of the Fatigue Behavior of 2-D and 3-D Woven Fabric Reinforced Composites”, *Journal of Materials Processing Technology*, 55, pp. 171-177.
- Herakovich, C. T., 1997, “Mechanics of Fibrous Composites”, 460 p.
- Lavoir, J. A., Reifsnider, K. L., Renshaw, A. J. and Mitten, W. A., 2000, “Prediction of Stress-Rupture Life of Glass/Epoxy Laminates”, *International Journal of Fatigue*, 22, pp. 467-480.
- Liao, K., Shultheisz, C. R. and Hustan, D. L., 1998, “Long-term Durability of Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composite Materials for Infrastructure Application: A review”, *Journal of Advanced Materials*, vol. 4.
- Mandell, J. F. and Samborsky, D. D., 1997, “DOE/MSU Composite Material Fatigue Database: test Methods, Materials and Analysis”, SAND97-3002, Sandia National Laboratories, Albuquerque, 140 p.
- Mandell, J. F. and Sutherland, H. J., 1999, “Effects of Materials Parameters and Design Details on the Fatigue of Composite Materials for Wind Turbine Blades”, EWEC, download do arquivo na seguinte URL: [http://www.sandia.gov/Renewable\\_Energy/wind\\_energy/other/EWEC99-1.pdf](http://www.sandia.gov/Renewable_Energy/wind_energy/other/EWEC99-1.pdf).
- Ogihara, S., Takeda, N., Kobayashi, S. and Kobayashi, A., 1999, “Effects of Stacking Sequence on Microscopic Fatigue Damage Development in Quasi-Isotropic CFRP Laminates with Interlaminar-toughened Layers”, *Composites Science and Technology*, 59, pp. 1387-1398.
- Subramanian, S., Reifsnider, K. L. and Stinchcomb, W. W., 1995, “A Cumulative Damage Model to Predict the Fatigue Life of Composite Laminates Including the Effect of a Fibre-Matrix Interphase”, *International Journal of Fatigue*, Vol. 17, N. 5, pp. 343-251.
- Sutherland, H. J. and Mandell, J. F., 1996, “Application of the U. S. High Cycle Fatigue Database to Wind Turbine Blade Lifetime Predictions”, *Proceeding of Energy Week, ASME*, pp. 1-9.
- Sutherland, H. J., 1999, “On the Fatigue Analysis of Wind Turbines”, SAND99-0089, Sandia National Laboratories, Albuquerque, 133 p.

## FATIGUE LIFE PREDICTION IN COMPOSITE LAMINATES INDUSTRIAL

### **Raimundo Carlos Silvério Freire Júnior**

UFRN-DEM/PPGEM - Center of Technology

Lagoa Nova

Natal - RN - CEP: 59072 - 970

Tel/Fax: 0(xx)84 215 3768

E-mail: raimundo@dem.ufrn.br

### **Eve Maria Freire de Aquino**

UFRN-DEM/PPGEM - Center of Tecnology

Lagoa Nova

Natal - RN - CEP: 59072 - 970

Tel/Fax: 0(xx)84 215 3768

E-mail: eve@dem.ufrn.br

**Abstract.** An analysis that should be made during the project of a structure is to determine if it will be submitted to cyclic loads. In case the structure is submitted to cyclic loads, the fatigue life prediction is indispensable. In this sense, one of the main diagrams of the fatigue life prediction is the Goodman Diagram Modified. It demonstrates the limits of the tension components that can be safely used in the material. This work aims at analyzing the life and resistance to fatigue of composite laminates, of industrial manufacture, and used in the making for reservoirs of activated coal. They consist of polyester resins reinforced with E-glass/fibers. The study was developed for different stacking sequences of the laminate, including the variation of the number of layers. They come in the form of mat and (bi-direction) woven fabric textile. The preliminary tests such as, density determination, calcination and the tension tests were carried out. Subsequently, fatigue to tension ( $R=0,1$ ) and alternate axial fatigue ( $R = -1$ ) tests were carried out all with variation of the maximum tension. Starting from the obtained results the Modified Goodman Diagram Modified was elaborated, as well as the curves of Maximum Tension us Number of Cycles, for each studied stacking sequence.

**Keywords** Composite Laminates, Fatigue, E-Glass, Fatigue Life Prediction.

## PROPRIEDADES MECÂNICAS E FRATURA EM LÂMINAS DE PRFV: INFLUÊNCIA DO SENTIDO DA LAMINAÇÃO

**Bruno Antônio Netto Lamas**

UFRN – Departamento de Engenharia Mecânica – CT, Campus Universitário – Lagoa Nova, Natal/RN, CEP: 59072 – 970

Tel.Fax: (0xx84) 215 3768

[budlamas@terra.com.br](mailto:budlamas@terra.com.br)

**Alysson Régis de Freitas Barros**

UFRN – Departamento de Engenharia Mecânica – CT, Campus Universitário – Lagoa Nova, Natal/RN, CEP: 59072 – 970

Tel.Fax: (0xx84) 215 3768

[alyssonregis@zipmail.com.br](mailto:alyssonregis@zipmail.com.br)

**Eve Maria Freire de Aquino**

UFRN – Departamento de Engenharia Mecânica – CT, Campus Universitário – Lagoa Nova, Natal/RN, CEP: 59072 – 970

Tel.Fax: (0xx84) 215 3768

[eve@dem.ufn.br](mailto:eve@dem.ufn.br)

**Resumo.** Dentro dos materiais compostos, os plásticos reforçados com fibras de vidro (PRVF) são amplamente utilizados em aplicações estruturais devido a sua facilidade de produção e baixo custo. A dificuldade de se conhecer com precisão o comportamento mecânico e mecanismo de dano destes materiais é extrema devido a influência de muitos parâmetros, inclusive do processo de fabricação. O presente trabalho trata do estudo da influência do sentido da laminação em lâminas de tecido têxtil cruzado de PRFV, nas propriedades mecânicas e no mecanismo de fratura desses compósitos. Para tanto foram realizados ensaios mecânicos de tração uniaxial, flexão-em-três-pontos e impacto de baixa velocidade. No caso dos ensaios de flexão-em-três-pontos e de impacto, mecanismos de ensaios foram projetados e desenvolvidos, bem como, um programa computacional para aquisição de dados. Para o caso do ensaio de impacto estudou-se também a influência da umidade na resposta do compósito. Alguns ensaios preliminares foram realizados como: densidade volumétrica, calcinação, e saturação de umidade. A análise do mecanismo de dano foi realizada com a utilização de microscopia ótica.

**Palavras chave:** Compósitos, Poliéster/Fibra de Vidro-E, Processo de Fabricação, Propriedades Mecânicas, Mecanismo de Dano.

### 1. Introdução

Dentro dos materiais compostos, os plásticos reforçados com fibras, são amplamente utilizados em aplicações estruturais devido a sua facilidade de produção e baixo custo. As matrizes de poliéster e epóxi reforçadas com fibras de vidro-E têm se destacado nos setores de equipamentos esportivos e automobilístico, principalmente na produção de bugues, tubulações e reservatórios. A dificuldade de se conhecer com precisão as propriedades elásticas, físicas e químicas destes materiais é extrema, devido a influência de vários parâmetros, principalmente do processo de fabricação. Qualquer cálculo estrutural envolvendo as mais variadas aplicações, têm como princípio básico o conhecimento dessas propriedades. Os materiais compósitos, principalmente os laminados, sempre apresentaram um forte comportamento anisotrópico, ou seja, as suas propriedades elásticas e resistência dependem da rotação dos eixos coordenados, os quais, são, também, dependentes da direção das fibras ( Herakovich, 1998 e Boresep, 1993 ). Este comportamento tem levado à limitações em suas aplicações, bem como, em seus processos de fabricação ( Liao, 1998). Entretanto, a resposta mecânica de uma lâmina de tecido têxtil cruzado é considerada, pela literatura, como sendo isotrópica ( Jaehyon Choi, 2001 ). Na prática, algumas indústrias do ramo, se preocupam em fabricar ( laminar ) seus produtos levando em conta a direção de “bobinamento” do tecido, alegando ter a mesma, propriedades mecânicas preferenciais. Neste sentido, um estudo detalhado do comportamento mecânico ( resistência, rigidez e dano ) foi desenvolvido para vários tipos de ensaios mecânicos e condições de serviço. Em resumo, ensaios de tração uniaxial, flexão-em-três-pontos e impacto de baixa velocidade foram realizados para o caso da lâmina de poliéster/vidro-E, constituída de tecido têxtil cruzado ( LTC ). No caso do ensaio de flexão-em-três-pontos, foi necessário o projeto e confecção de um mecanismo de ensaio, adaptável à máquina de ensaio mecânico de forma a proporcionar um controle mais rígido do tipo de tensão responsável pela fratura final. Foram realizados também ensaios de densidade volumétrica e calcinação para determinação dos percentuais de fibras, resina e vazios. O estudo da fratura, através de análise microscópica e micrográfica, se faz necessário com o propósito de determinar se durante o carregamento existe influência ou não, da mesma, nas propriedades mecânicas da lâmina ( Allen, 1994 e Talreja, 1994 ).

Quando as condições de serviço induzem ao contato direto com meios aquosos, o efeito da absorção de umidade na resistência e rigidez deverá ser totalmente esclarecido, uma vez que a água poderá vir a ser ou não um elemento degradador dessas propriedades. Desta forma, foi realizado um estudo comparativo sobre a influência da umidade na resistência e mecanismo de dano acumulativo para o caso dos ensaios de impacto de baixa velocidade ( Ben Jar, 2000 e Sekine, 1998 ). As lâminas utilizadas nos ensaios encontram-se nas condições de saturação de absorção de água e seca.

Para o estudo do ensaio de impacto, se fez necessário, também, o desenvolvimento de um mecanismo apropriado com maior controle de aplicação de carga e monitoramento do dano acumulativo. O processo de fabricação utilizado na obtenção das lâminas foi o processo de laminação manual ( hand - lay - up), produzidas pela Hemfibra Indústria e Comércio Ltda.

## 2. Procedimento experimental

Para a obtenção dos corpos-de-prova (CP) de tração uniaxial, flexão-em-três-pontos e de impacto utilizou-se um disco com fio de corte diamantado, evitando desta forma danos na seção de corte, como por exemplo arranque de fibras.

Todos os CP's foram confeccionados levando em conta os sentidos de laminação da lâmina LTC, definidos como longitudinal ( sentido do bobinamento ) e transversal ( perpendicular ao mesmo ).

As normas utilizadas foram ASTM D 3039 ( tração ) e ASTM D 790 M ( flexão ). Os CP's para o ensaio de tração uniaxial foram definidos com as dimensões de 150 x 25 x 1 mm ( comprimento x largura x espessura ) e para o ensaio de flexão-em-três-pontos as dimensões foram de 50 x 25 x 1 ( comprimento x largura x espessura ). Já para os CP's de impacto as mesmas foram de 70 x 35 x 2mm ( comprimento x largura x espessura ), condizentes com as condições de apoio do mecanismo projetado. A Figura (1) mostra o mecanismo de impacto desenvolvido necessário ao monitoramento do mecanismo de dano e controle de aplicação da carga.

Para todos os CP's, os carregamentos de impacto foram aplicados por meio de um martelo impactador do tipo 8202 (BRÜEL KJAER), cuja massa efetiva pode ser variada. As massas utilizadas no mecanismo de impacto foram de 290,3 g e 412,3 g. Esse martelo possui um Transdutor de Força do tipo 8200 (BRÜEL KJAER) em sua extremidade, o qual é ligado por meio de um cabo ao Analisador de Vibrações tipo 2515 (BRÜEL KJAER), que fornece a aceleração de impacto aplicada ao CP's. Para este caso foi realizado o ensaio de saturação da umidade do material. A força real de impacto aplicada é sempre maior que a força medida pelo transdutor devido à inércia da extremidade. Logo, o carregamento real aplicado é obtido utilizando a Eq. (1):

$$F_a = M_e \cdot A \cdot \frac{M}{(M - M_t)} \quad (1)$$

Onde  $F_a$  é a carga real aplicada ao CP (N),  $M_e$  é a massa efetiva do martelo (Kg),  $M$  é a massa efetiva do martelo mais a extremidade de aço (Kg),  $M_t$  é a massa da efetivada extremidade de aço (Kg),  $A$  é a aceleração medida pelo Analisador de Vibrações ( $m/s^2$ ).

Na realização dos ensaios de impacto, na condição de apoio bi-engastada, os CP's foram rebitados no sistema de impacto de modo que estivessem bem centralizados com relação ao apoio, e o martelo impactador foi ajustado de modo que a sua ponta estivesse centralizada com relação ao CP.

Na escala de impacto, para cada corpo-de-prova, foram ajustados ângulos iniciais de  $35^\circ$ , com incremento constante de  $\Delta\theta = 10^\circ$ . Após cada impacto é feita a leitura da aceleração de impacto no Analisador de Vibrações. Em seguida um programa, denominado de IMPACT, foi desenvolvido especificamente para a aquisição e plotagem dos dados bem como para o cálculo da força de impacto. A partir do décimo impacto a massa do martelo é aumentada e o incremento de impacto passa a ser de  $\Delta\theta' = 20^\circ$ .

O ensaio de saturação de umidade foi realizado conforme a norma ASTM D 570 – 81. Os CP's no estado úmido foram retirados da água e imediatamente submetidos ao carregamento de impacto. Com relação ao estudo do mecanismo de dano, sob o carregamento de impacto, a identificação e o monitoramento do modo de fratura, foram realizados através de um estudo micrográfico utilizando um microscópio óptico ( UNION MC 85955 ).

Através do ensaio de calcinação foram determinados os teores de fibras, resina e vazios, precedido pela determinação da densidade volumétrica da lâmina pelo método de flutuação em líquido baseado na norma ASTM D792-79.



Figura 1. Mecanismo de impacto desenvolvido.

Para a realização do ensaio de flexão-em-três-pontos foi projetado e confeccionado um mecanismo, Fig. (2), para aplicação da carga. O mesmo foi projetado de forma a ser adaptado a máquina de ensaios mecânicos, induzindo a fratura final por tensões de tração. As velocidades de carregamento para os ensaios de tração e flexão foram de 0,6 mm/min e 0,43 mm/min, respectivamente. Conforme as normas, 05 ( cinco ) CP's foram testados para cada sentido de laminação.



Figura 2. Mecanismo para o ensaio de flexão-em-três-pontos.

### 3. Resultados obtidos

#### 3.1. Ensaios de densidade e calcinação

O ensaio de calcinação na lâmina LTC, deu como resultados: Densidade volumétrica de  $1,69 \text{ g/cm}^3$ , volume de fibras igual a 28,32%, volume de resina igual a 63,85% e volume de vazios igual a 7,83%.

#### 3.2. Ensaio de umidade

O ensaio de absorção de umidade indica que os mesmos absorveram em média 0,56% em um tempo de imersão em água de 1056 horas ( aproximadamente 1 mês e meio ). O comportamento da absorção de umidade até a saturação encontra-se mostrado na Fig. (3).

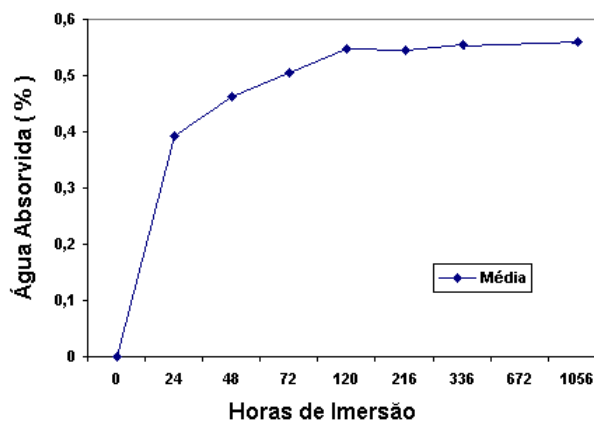


Figura 3. Média de absorção de umidade nos corpos-de-prova de impacto.

#### 3.3. Ensaios de tração uniaxial

O ensaio mecânico de tração uniaxial foi realizado para determinação do limite de resistência à tração, módulo de elasticidade longitudinal, deformação de ruptura e coeficiente de Poisson da LTC, para o sentido de laminação da lâmina e transversal ao mesmo, com o objetivo de se verificar uma possível anisotropia, ou seja, diferentes propriedades elásticas e de resistência na mesma.

Os resultados obtidos neste ensaio são mostrados nas Figs. (4), (5) e (6). As Figuras (4) e (5), mostram as curvas tensão/deformação obtidas nos ensaios para os CP longitudinais e transversais, respectivamente.

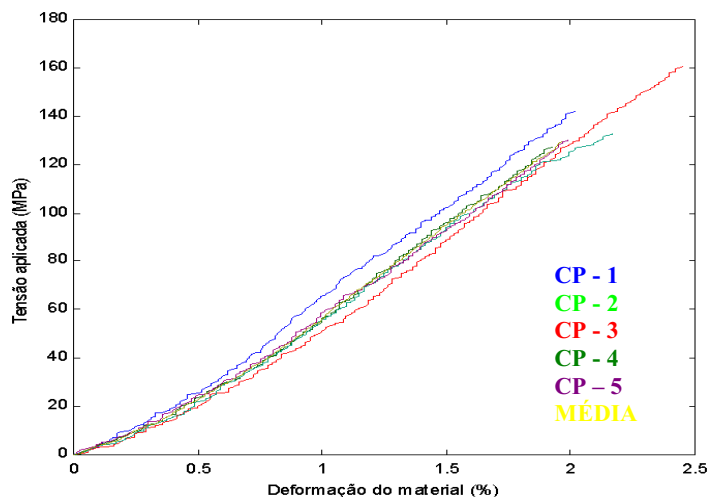


Figura 4. Curvas obtidas no ensaio de tração uniaxial para os CP longitudinais.

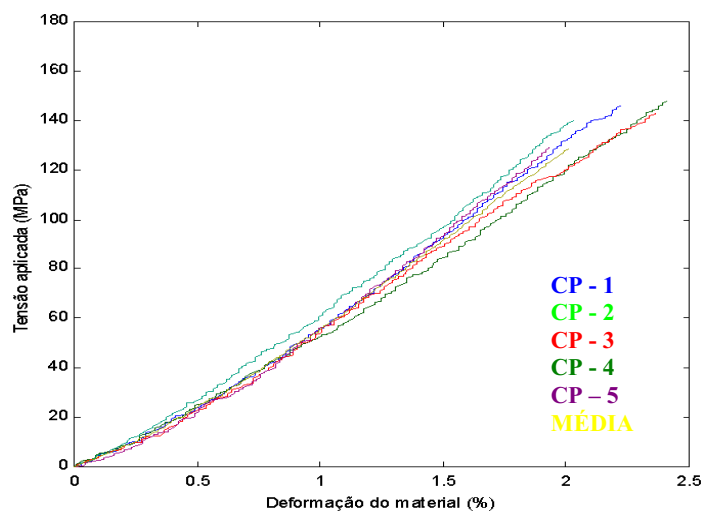


Figura 5. Curvas obtidas no ensaio de tração uniaxial para os CP transversais.

A Figura (6), mostra a curva média obtida para cada sentido de laminação. Através destas, podemos constatar que o LTC apresenta propriedades isotrópicas, indicando que o compósito não sofre influência do sentido da laminação, para o caso da tração uniaxial. A carga externa aplicada nos sentidos de laminação dos CP's, originou uma distribuição uniforme da tensão no mesmo, constatada pelo processo, semelhante, de fratura ao longo de todo o comprimento da amostra.

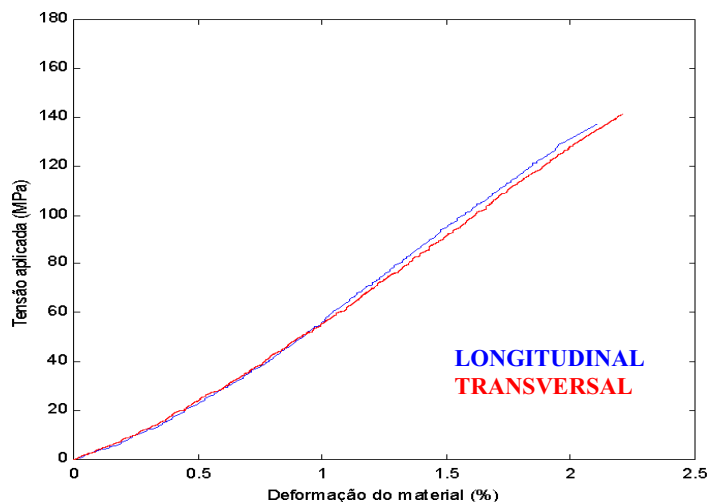


Figura 6. Curvas médias do ensaio de tração uniaxial para análise comparativa do comportamento do LTC.



A Tabela (1) mostra os valores obtidos para o limite de resistência à tração, módulo de elasticidade longitudinal, deformação de ruptura e coeficiente de Poisson do LTC, para os CP's longitudinal e transversal. As diferenças apresentadas podem ser consideradas desprezíveis, tendo em vista que a maior diferença obtida foi a relacionada com o coeficiente de Poisson (7,9%), diferença esta já esperada, devido ao tipo de instrumento (micrômetro analógico milesimal) utilizado na medição. A diferença entre os módulos de elasticidade longitudinais e do limite de resistência ficou em torno de 3%, enquanto que a diferença entre as deformações de ruptura foi de 4,5%.

Tabela 1. Valores obtidos da LTC para o ensaio de tração uniaxial.

Sentido da Laminação	Módulo de Elasticidade Longitudinal (GPa)	Resistência Última à tração (MPa)	Coefficiente de Poisson	Deformação de Ruptura (%)
Longitudinal	6,6	137,41	0,116	2,11
Transversal	6,4	141,31	0,107	2,21

Quanto ao mecanismo de dano, observa-se um comportamento semelhante para os dois casos. Dentro das características gerais do mecanismo de dano, nota-se a presença de microfissuras transversais à aplicação da carga, ver Fig. (7), distribuídas com espaçamento uniforme ao longo de todo o comprimento dos CP's e propagando-se através da sua espessura. A propagação dessas microfissuras transversais originam tanto a fratura adesiva (desaderência na interface fibra/matriz) quanto a coesiva (ruptura da matriz ou fibra). A Figura (8) ilustra a fratura adesiva na região de fratura final do CP.

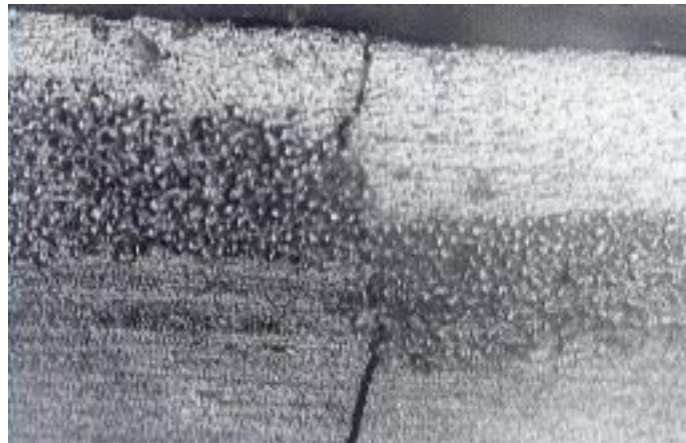


Figura 7 – Microfissura transversal propagando-se na espessura do CP – Tração uniaxial.

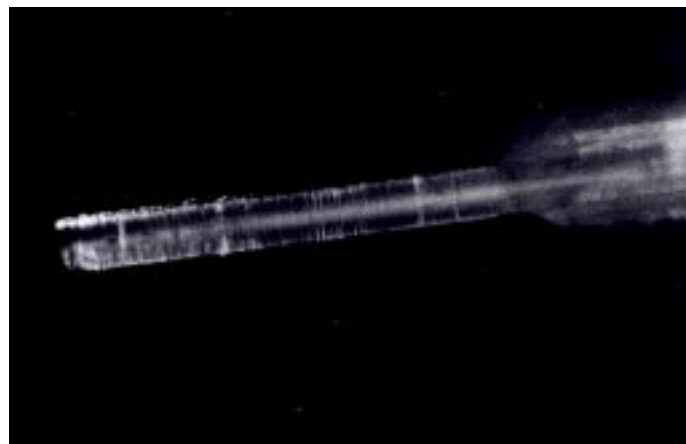


Figura 8 - Desaderência fibra/matriz na região de fratura final – Tração uniaxial.

Outra característica do mecanismo de dano é a presença de fendas, as quais originam-se da propagação das microfissuras transversais ao longo dos cruzes do tecido laminado. Devido a semelhança no mecanismo de dano, não observa-se variação das propriedades mecânicas da LTC independente do sentido de laminação (bobinamento).

### 3.4. Ensaio de flexão-em-três-pontos

O ensaio mecânico de flexão-em-três-pontos foi realizado para determinação do limite de resistência à flexão e módulo de elasticidade flexional da LTC, para os CP's longitudinal e transversal, com o objetivo de se verificar uma possível anisotropia no compósito, também para esse tipo de carregamento.

Os resultados obtidos neste ensaio são mostrados na Fig. (9) e na Fig. (10). A Figura (9), mostra as curvas obtidas para cada CP longitudinal, enquanto que a Fig. (10), mostra as curvas obtidas para cada CP transversal. Pode-se notar, a partir dos resultados obtidos, características diferentes apresentadas pelos CP's, em termos do limite de resistência, já que o módulo de elasticidade inicial (antes do início do dano) é praticamente o mesmo para os dois casos. Em análise ao processo de fratura, verificou-se influência do mesmo na resposta do material. Através da Fig. (10), podemos observar a influência da fratura predominante na resina (picos de perda de carga), debilitando assim o material, e ocasionando uma perda na resistência de 25% quando comparado com os longitudinais.

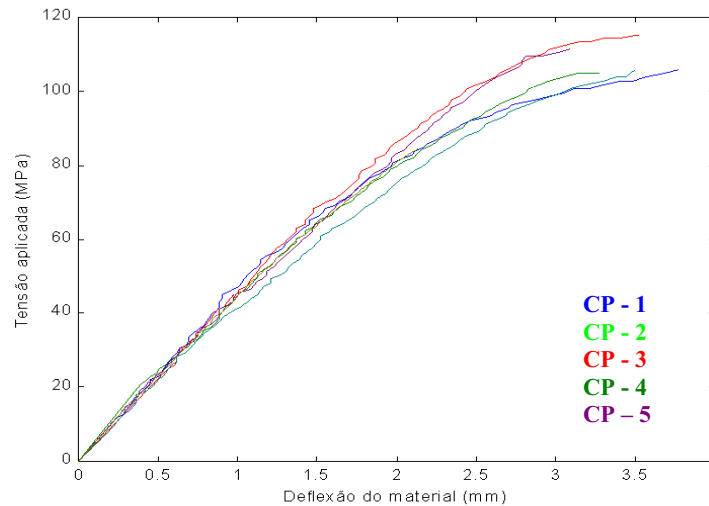


Figura 9. Curvas obtidas no ensaio de flexão-em-três-pontos para os CP's longitudinais.

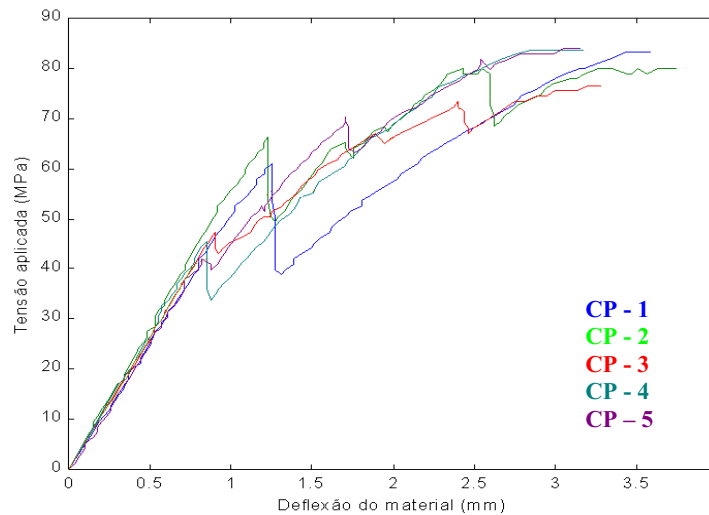


Figura 10 – Curvas obtidas no ensaio de flexão-em-três-pontos para os CP's transversais.

No mecanismo de dano desenvolvido, observou-se diferenças em alguns aspectos e características comuns em outros. As características comuns estão no fato de ambos apresentarem uma fenda ao longo da aplicação da carga, ver Fig. (11), fissuras na seção transversal, propagando-se pelos “cruzes”, ruptura de fibras e desadherência fibra/matriz, todos restritos a região de fratura final. A principal diferenciação no mecanismo de dano se deve a forma de propagação da fenda (largura do CP), onde nos CP's longitudinais esta se dá com nucleação em várias regiões (desadherência nos pontos de “cruze”), enquanto que nos transversais, é contínua (predominância do dano na resina). Observa-se, também, na seção transversal, a presença de fendas entre as mechas transversais à aplicação da carga com ruptura das fibras, apenas nos CP's longitudinais.

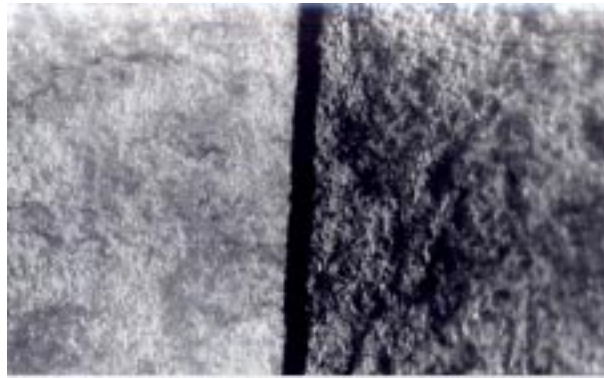


Figura 11 – Fenda ao longo da aplicação da carga - Flexão-em-três-pontos – CP longitudinal.

A Tabela (2) mostra os valores obtidos para o limite de resistência à flexão e módulo de elasticidade flexional da LTC. A diferença entre os módulos de elasticidade foi de 4,5%.

Tabela 2. Valores obtidos da LTC para o ensaio de Flexão-em-três-pontos.

Sentido da Laminação	Módulo de Elasticidade Flexional (GPa)	Resistência Última à flexão (MPa)
Longitudinal	2,1	108,63
Transversal	2,2	81,42

Os ensaios de flexão-em-três-pontos apresentaram diferentes comportamentos, em termos do limite de resistência, dependendo do sentido de laminação da LTC.

### 3.5. Ensaio de impacto

A etapa inicial dos ensaios de impacto de baixa velocidade foi para os corpos-de-prova na condição de estado seco, enquanto que a segunda etapa dos mesmos foi realizada com corpos-de-prova no estado úmido saturado. O estudo do monitoramento do mecanismo de dano mostra que no primeiro impacto,  $\theta = 35^\circ$  com relação ao CP, na condição de estado seco, surgem as primeiras microfissuras longitudinais e transversais, além da desaderência fibra/matriz nos cruzeiros ( trama / urdume ) do tecido impregnado. A desaderência localiza-se na região de impacto, enquanto que as microfissuras situam-se na face posterior ao impacto. Microfissuras também foram observadas na região dos engastes. A medida que o ângulo de impacto é aumentado, o número de microfissuras na região de impacto aumenta, bem como o fenômeno da desaderência nos “cruzeiros”. Com a seqüência dos impactos nota-se, também, que tanto as microfissuras transversais como longitudinais pouco se propagam tornando-se praticamente estacionárias na região de impacto. Já as microfissuras nos engastes aumentam com a evolução do ensaio.

No nono impacto os CP's já apresentam um estado bem avançado de fissuras e desaderências, ver Fig. (12). A partir do décimo impacto faz-se uso da massa extra do martelo de forma a obter forças de impacto maiores. As características básicas da fratura ao longo dos impactos não mudam muito, ou seja, observa-se no CP na condição seca somente um aumento do dano já observado nos impactos anteriores. Com o décimo quarto impacto registrou-se a presença de deformação permanente ( deflexão ) dos CP's.

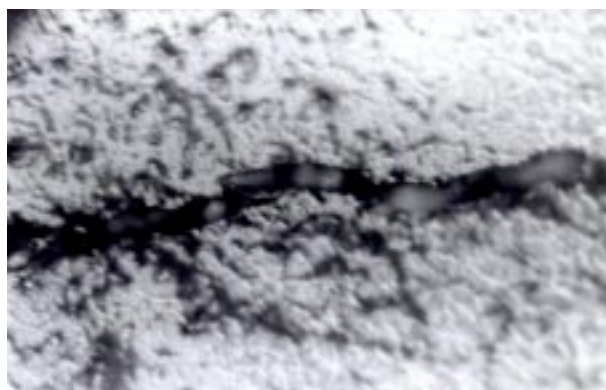


Figura 12 – Fissura na região de impacto – Impacto de baixa velocidade.

Os ensaios de impacto foram interrompidos devido ao esmagamento ocorrido nos engastes, resultando em uma deflexão máxima permanente do corpo-de-prova. A característica final do mecanismo de dano, resume-se em uma forte desaderência da fibra/matriz nos cruzes do tecido cruzado, microfissuras longitudinais e transversais na região de impacto e inúmeras fissuras nos engastes.

Nos CP's no estado úmido saturado observou-se a partir do primeiro impacto, um nítido aumento da capacidade de amortecimento do impacto, concretizando assim uma mudança ocorrida no módulo elástico da lâmina LTC.

Este fato se deve a uma menor força de impacto registrada durante todo o ensaio. Os CP's mostraram uma maior resistência à desaderência nos cruzes do tecido, só sendo verificada em média no sexto impacto. Com o aumento do número de impactos nota-se pouca mudança com relação à desaderência resultando em um dano menos intenso quando comparados com os CP's no estado seco.

A deformação ( deflexão permanente ) é apresentada antes do décimo impacto, quando é acrescida a massa extra, permanecendo estável até o esmagamento ou rompimento nos engastes.

O comportamento do mecanismo de dano como já descrito anteriormente apresenta diferenças entre os corpos-de-prova no estado seco e no estado úmido saturado. A principal diferença está no comportamento das desaderências nos cruzes que se propagam com maior facilidade nos CP's no estado seco. Não foi registrado nenhuma influência do sentido da laminação no comportamento ao impacto de baixa velocidade, para as duas condições de serviço: seco e úmido saturado.

O pico da força no primeiro impacto, ver Fig. (13), para o CP úmido, foi 14,58 % menor que a registrada no CP na condição seca. Na Figura (14) podemos visualizar picos de intensidade de força de impacto para o último impacto nos CP's.

Nota-se que com o acréscimo da massa extra a diferença entre o pico da força de impacto no estado seco e estado úmido é aumentada. No último impacto com  $\theta = 115^\circ$  para os CP's na condição úmido saturado e condição seca respectivamente, a diferença de pico é de 42,54 %.

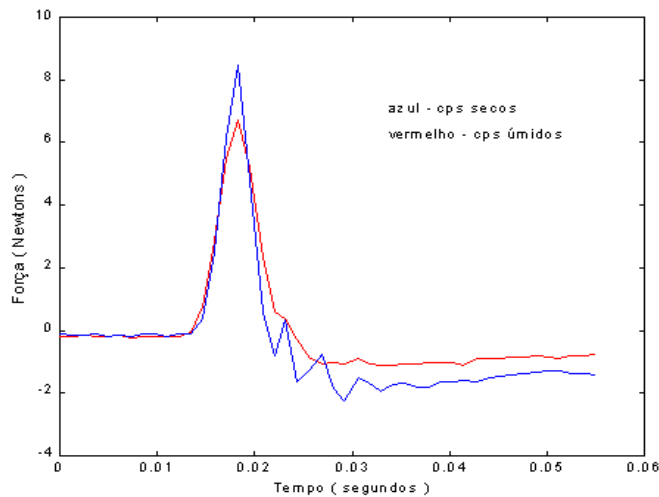


Figura 13. Aspecto do primeiro impacto,  $\theta = 35^\circ$ . Programa IMPACT.

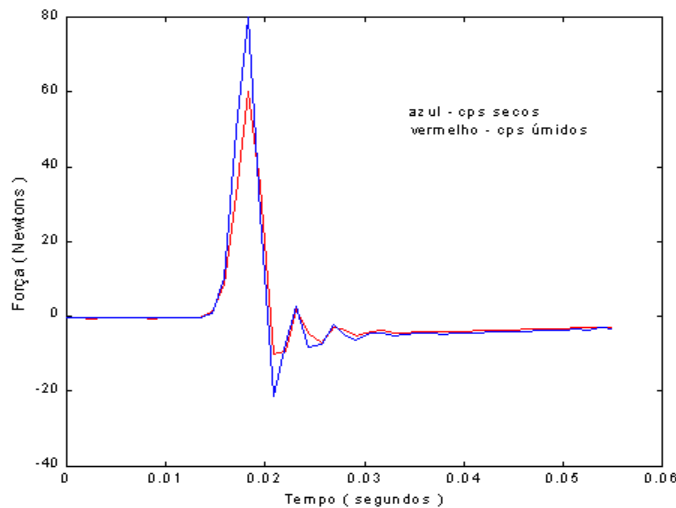


Figura 14. Aspecto do último impacto -  $\theta = 115^\circ$ . Programa IMPACT.

#### 4. Conclusões

- ✓ A condição de isotropia foi confirmada para a resposta na tração uniaxial e no impacto de baixa velocidade. Com relação ao comportamento da lâmina na flexão-em-três-pontos, foi verificada uma diferença acentuada na resistência última, dependendo do sentido de laminação, apesar dos módulos de elasticidade iniciais ( antes do dano ) serem praticamente os mesmos.
- ✓ Constatou-se características comuns no mecanismo de fratura frente ao ensaio de tração uniaxial.
- ✓ Constatou-se, nos ensaios de flexão-em-três-pontos, características diferentes apresentadas pelos CP's, indicando que há uma influência do processo de fatura na resposta do material. Verifica-se, neste caso, que há domínios no processo de ruptura por parte das fibras ( longitudinal ) e resina ( transversal ).
- ✓ Verifica-se, para os CP's transversais, uma perda no limite de resistência para o ensaio de flexão-em-três-pontos.
- ✓ O mecanismo de impacto desenvolvido mostrou-se eficiente em função da uniformidade dos dados obtidos. O programa IMPACT foi desenvolvido especificamente para esses ensaios, sendo possível a aquisição e plotagem dos dados com precisão.
- ✓ Os CP's no estado de saturação de umidade apresentaram uma menor força de impacto necessária à deflexão permanente. Isto se deve a uma melhor capacidade de amortecimento de impacto, proporcionada pela absorção de umidade, registrada ao longo de todo o ensaio.
- ✓ Os CP's no estado seco e úmido saturado, mostraram, em seu mecanismo de dano, diferenças visíveis. Durante os ensaios, os CP's no estado úmido saturado mostraram-se mais resistente às trincas e desaderências nos cruzes. Demonstraram, também, menor resistência ao rompimento e esmagamento nos engastes.

#### 5. Referências

- Allen, D.H.,1994, "Damage in Composite Materials", Damage Mechanics of Composite Materials, Vol.9, Cap.3, Ed.Elsevier.
- Ben Jar, P.Y., Takahashi, K., Kawabata, K., Murai, J., and Shinagawa, Y., 2000, "Evaluation of Delamination Resistance of Glass Fiber Reinforced Polymers Under Impact Loading", Journal of Advanced Materials, Vol.3.
- Boresp, Arthur P., Schmidt, Richard S. and Sidebottom, Omar M.,1993, "Advanced Mechanics of Materials", ISBN 0-471-55157-0 – John Wiley & Sons, inc., pp. 85-112.
- Farsakh G. Abu at al, 2000 , "Micromechanical Characterization of Tensile Strength of Fiber Composite Materials", Mechanical of Composite Material and Structures, Vol.7, pp.105-122.
- Herakovich, C.T., 1998, "Mechanical of Fibrous Composites", Ed. John Wiley & Sons, inc., New York.
- Liao, K., Schultheisz, C.R. and Hunston, D.L., 1998, "Long-Term Durability of Fiber-Reinforced Polymer-Matrix Composite Materials for Infrastructure Application: A Review", Journal of Advanced Materials, Vol.4.
- Jaehyion Choi, Kumar K. Tamma, 2001, "Woven Fabric Composites - Part I: Predictions of Homogenized Elastic Properties and Micromechanical Damage Analysis", International Journal for Numerical Methods in Engineering, Vol.50, pp. 2285-2298.
- Jaehyion Choi, Kumar K. Tamma, 2001, "Woven Fabric Composites - Part II: Characterization of Macro-Crack Initiation Loads for Global Damage Analysis", International Journal for Numerical Methods in Engineering, Vol.50, pp. 2299-2315.
- Sekine, H., Hu, N., Fukunoga,H. and Matsume, T., 1998, "Low-Velocity Impact Response Composite Laminates with a Delamination", Mechanical of Composite Material and Structures, Vol.5, pp.257-278.
- Talreja, R, 1994, "Damage Mechanics of Composite Materials", Composite Materials, Series, Vol.9.
- ASTM D 790 M Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.
- ASTM D 3039 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastic, Philadelphia, 1990.
- ASTM D 792 – 66(Reapproved 1979) Specific Gravity and Density of Plastic by Displacement, Philadelphia, 1979.

## MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE IN PRFV LAMINAS: LAMINATION DIRECTION INFLUENCE

### **Bruno Antônio Netto Lamas**

UFRN – Mechanical Engineer Department – CT, Campus Universitário – Lagoa Nova, Natal/RN, CEP: 59072 – 970

Tel.Fax: (0xx84) 215 3768

[budlamas@terra.com.br](mailto:budlamas@terra.com.br)

### **Alysson Régis de Freitas Barros**

UFRN – Mechanical Engineer Department – CT, Campus Universitário – Lagoa Nova, Natal/RN, CEP: 59072 – 970

Tel.Fax: (0xx84) 215 3768

[alyssonregis@zipmail.com.br](mailto:alyssonregis@zipmail.com.br)

### **Eve Maria Freire de Aquino**

UFRN – Mechanical Engineer Department – CT, Campus Universitário – Lagoa Nova, Natal/RN, CEP: 59072 – 970

Tel.Fax: (0xx84) 215 3768

[eve@dem.ufrn.br](mailto:eve@dem.ufrn.br)

***Abstract.** Within composite materials fiber-glass reinforced plastics ( PRFV ) are widely used in structures because of their facility of production and low-cost. It is difficult to precisely know the mechanical behaviour and damage mechanism of these materials because of the influence of many parameters, including the manufacturing process. The present work presents a study of the lamination direction in woven textile crossed laminas of PRFV, in the mechanical properties and fracture mechanism of these composites. For that, mechanical tests were carried out for uniaxial tension, three-point bending and low-velocity impact. From three-point bending and low-velocity impact, mechanisms were projected and developed, and also, a computational program for data acquisition. In the impact test, the humidity influence in the composite response has also been studied. Some preliminary tests were carried out such as: volumetric density, calcinations and humidity saturation. The analysis of the damage mechanism was carried out using optic microscopy.*

**Keywords:** Composites, Poliester/Glass-E, Manufacturing Process, Mechanical Properties, Damage Mechanism.

# DESENVOLVIMENTO DE CATÁLOGO MICROESTRUTURAL PARA AVALIAÇÃO DA INTEGRIDADE DE TUBOS DE CALDEIRA

Simone S. Schwertner, Pedro A. N. Bernardini, Eleandro Bueno, Ivens de Abreu Junior, Telmo Strohaecker

## Simone Socal Schwertner

UFSC, PGMAT-Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais  
Depto. de Engenharia Mecânica, Bloco A, Caixa Postal 476 - 88040-900 Florianópolis, SC, Brasil  
email: kelber@tutopia.com.br

## Pedro Amedeo Bernardini

UFSC, PGMAT-Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais  
Depto. de Engenharia Mecânica, Bloco A, Caixa Postal 476 - 88040-900 Florianópolis, SC, Brasil  
email: pamedeo@matrix.com.br

**Resumo:** Para avaliação da integridade de tubos de caldeira são utilizadas diferentes técnicas, sendo que uma delas consiste na análise metalográfica de tubos retirados de serviço ou de réplicas metalográficas de tubos em serviço visando avaliar o grau de degradação microestrutural. Algumas empresas desenvolvem seus próprios mapas microestruturais, em escala de laboratório, para servirem de parâmetro de comparação com resultados de análise metalográfica de tubos em serviço. No presente trabalho apresenta-se as diferentes microestruturas resultantes da exposição acelerada em tempos variáveis (até 200 horas de exposição) de 05 aços tipicamente utilizados em usinas termoeletricas. Tais resultados foram utilizados para confrontar casos reais de tubos de caldeira, alguns com até 200.000 horas de operação. Também são apresentados a evolução da dureza em cada um dos aços e a análise da intercambialidade dos fatores temperatura e tempo, quando do uso de equações paramétricas do tipo Larson Miller e outros. O trabalho conclui pela importância do emprego deste tipo de catálogo como ferramenta auxiliar de estimativa de vida residual e de análise de falhas.

**Palavras chave:** vida residual, integridade, coalescimento, microestrutura, caldeiras.

## 1. Introdução

Os aços Carbono e Cr-Mo são extensivamente usados para componentes em altas temperaturas em usinas termoeletricas. A maioria destes componentes são especificados para uma vida útil de 30 anos, e em muitos casos sobrevivem muito mais tempo. Afim de aumentar a estimativa da vida remanescente destes componentes, faz-se necessário o conhecimento da fluência, tensão de ruptura, microestrutura destes materiais.

A inspeção e a avaliação da presença de irregularidades em usinas termoeletricas são tomadas em uma série de passos. Estes envolvem uma avaliação preliminar e uma análise mais detalhada por várias técnicas de inspeção. Para se ter uma noção geral, uma inspeção visual serve para identificar distorções ou um interesse óbvio. E, para ser ter uma inspeção mais detalhada pode ser por método não destrutivo e/ou uma tomada de amostra para testes destrutivos. Examinação metalográfica pode ser feita "in situ" ou seccionando a amostra, indicam Ray (2000) e Furtado (1996).

Os métodos metalográficos tem sido desenvolvidos para relacionar a evolução da cavitação ou a mudança no espaçamento dos carbeto com o tempo de vida de fluência. Tem sido observado que, na tubulação da caldeira, a cavitação é o principal mecanismo de falha em zonas frágeis, zonas de solda afetada pelo calor, e em regiões de alta tensão no metal de base. Em outros casos, o coalescimento de carbeto foi achado o maior indicador de consumação da vida.

A microestrutura achada em componentes em serviço é comparada com a determinada em catálogos, para um apropriado valor de LMP (parâmetro de Larson Miller). Isto porque o tempo de serviço é conhecido, e a temperatura de serviço "equivalente" pode ser estimada. Componentes de termoeletricas e processos industriais são projetados para operar por longo tempo, sendo necessário obter-se em laboratório extrapolações de dados sobre fluência, prevendo a ruptura nas condições em que vai operar. Uma das técnicas para extrapolação é o parâmetro de Larson Miller, onde introduziram o conceito de agrupar tempo-temperatura na forma  $T(K1 + \log t)$ , descritos por Viswanathan (1989) e Meuronen (2000).

## 2. Materiais e técnicas experimentais

Os materiais utilizados na realização deste trabalho foram fornecidos pela empresa GERASUL na forma de tubos, encontrando-se no estado original. A composição química, para cada material, foi determinada por via seca, e está apresentada na Tabela (1).

Este trabalho tem como objetivo o levantamento de catálogos microestruturais dos aços X20CrMoV12, 10CrMo910, 13CrMo44, 15Mo3 e DINST45.8, assim com o tamanho da camada óxida e a microdureza. Estas medidas visam avaliar o grau de degradação do material, e juntamente com o parâmetro de Larson Miller obter extrapolações sobre as condições de operação da caldeira.

TABELA 1: Composição química em porcentagem em massa

	X20CrMoV12	10CrMo910	13CrMo44	15Mo3	DINST45.8
C	0.143	0.563	0.142	0.136	0.0971
Si	0.29	0.346	0.216	0.339	0.187
Mn	0.468	0.428	0.503	0.664	0.426
P	0.0183	0.0181	0.147	0.0185	0.0113
S	0.0104	0.0069	0.0125	0.0187	0.0107
Cr	10.84	2.33	0.907	0.0891	0.0371
Mo	0.873	0.887	0.481	0.309	0.0187
Ni	0.684	0.0644	0.0817	0.0673	0.0453
Co	0.0737	0.0688	0.0709	0.0764	0.072
Cu	0.0345	0.049	0.0748	0.0589	0.0223

Foram retirados diversos corpos de prova de cada material. Primeiramente, alguns deste corpos de prova foram usados para a determinação a dilatação linear de cada material, no dilatômetro Modelo RB 115 da PB Engenharia. A Figura (1) apresenta as curvas de dilatação linear pela variação da temperatura para os cinco diferentes materiais.

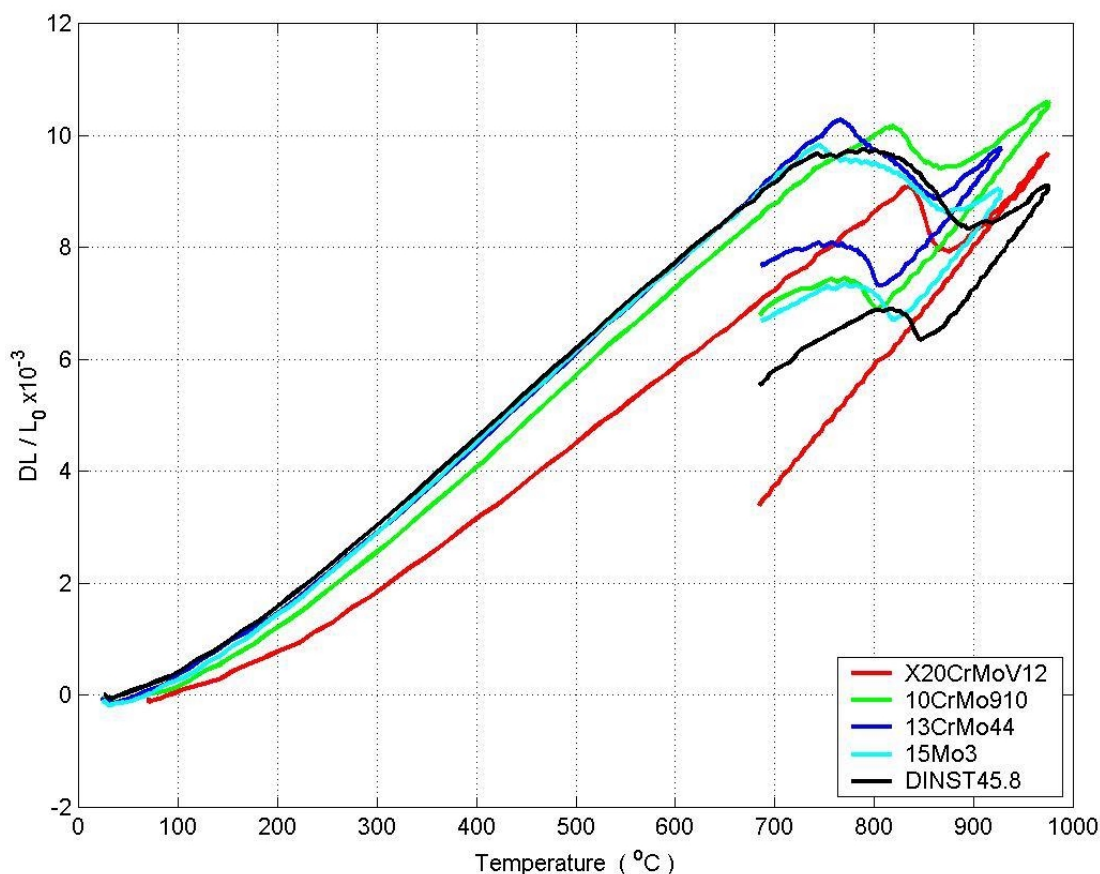


Figura 1: Dilatação linear x Temperatura

Com o conhecimento prévio da temperatura de transformação de cada material, foi escolhida a temperatura de 700°C, abaixo da temperatura A1 de cada material, para que os corpos de prova fossem tratados termicamente ao ar em um forno Schaly modelo LAB 44 ano 1997. Um corpo de prova de cada material foi retirado na seguinte sequência: 2.5h, 4h, 7h, 16h, 20h, 25h, 29h, 40h, 50h, 98h e 196h, resfriados ao ar, afim de monitorar o coalescimento e crescimento de carbonetos.

As análises metalográficas foram feitas num microscópio metalográfico invertido Olympus Modelo PMEU acoplada a Câmera digital CCD JVC KY-F55B e em Microscópio Eletrônico de Varredura Philips XL 20.

O levantamento das microdurezas e a medida da camada óxida são também parâmetros indicativos do nível de degradação do material. O tamanho da camada óxida e a medida da microdureza foram levantadas num microdurômetro



Buehler modelo 1600-6100 número de série 531-MMT1-00267. Os valores obtidos, tanto para a microdureza como para o tamanho da camada óxida, são uma média de três medidas por amostra.

### 3. Resultados e Discussões

#### 3.1. Catálogo Microestrutural

O levantamento de mapas microestruturais servem de parâmetro de comparação com resultados de análise metalográfica de tubos em serviço, visam avaliar o grau de degradação do material, o coalescimento e crescimento de carbonetos.

O processo de esferoidização é dirigido por um requerimento que reduz a energia superficial do sistema para minimizar a área interfacial da fase cementita. A direção da força é maior quando a energia da interface entre duas fases é grande. A energia interfacial das placas da perlita lamelar, cementita-ferrita, espera-se ser comparativamente pequena porque existe uma relação cristalográfica entre as duas fases. Isto provavelmente acontece para longos períodos de tempo, tempo requerido para placas de muitas colônias começam a quebrar. A energia interfacial para partículas esféricas formadas durante a esferoidização poderiam ser maiores que a perlita em placas, e assim a direção da força para a redução da área superficial é maior em partículas esféricas uma vez que já tenham se formado. Contudo, mudanças na forma ou tamanho das partículas de cementita requerem que o carbono se difunda de um lugar da matriz ferrítica para outro. Assim, a razão de esferoidização aumenta com a temperatura. Entre outros fatores que afetam a esferoidização está o espaçamento interlamelar da perlita, a razão de esferoidização é inversa ao espaçamento interlamelar da perlita, conforme os autores Iwashita (2000), Furtado (1996) e Rossi (1983).

Citando Viswanathan (1989), Toft e Marsden realizaram uma análise microestrutural (1Cr-½Mo, 510°C) visando sua classificação em diferentes estágios. Pois, a microestrutura do material pode indicar o nível de degradação do mesmo (em termos de coalescimento dos carbonetos, presença de microcavidades ou mesmo crescimento de grão). Visando avaliar o estágio de degradação, microestruturas são confrontadas à mapas previamente elaborados. Toft e Marsden elaboraram um mapa com 6 diferentes estágios de degradação, conforme a Tabela (2).

Tabela 2: Estágio de degradação microestrutural (1Cr-½Mo, 510°C) conforme Critério Toft e Marsden

ESTÁGIO	DESCRIÇÃO
A	Típica de um tubo novo. Ferrita e perlita fina.
B	Primeiro estágio de esferoidização dos carbonetos. Geralmente coincide com o aparecimento de pequenos carbonetos esferoidizados nos contornos de grão ferrítico.
C	Estágio intermediário de esferoidização. Apresenta sinais distintos de carbonetos esferoidizados na colônia perlítica. Lamelas de carbonetos ainda evidentes. Aumento da quantidade de carbonetos precipitados tanto dentro como no contorno de grão da ferrita.
D	Esferoidização dos carbonetos virtualmente completa. carbonetos ainda agrupados nas antigas regiões de perlita.
E	Esferoidização completa. carbonetos dispersos. Alguns traços das antigas regiões perlíticas.
F	Aumento acentuado do tamanho de alguns carbonetos, parcialmente devido coalescimento.

Seguindo o critério de Toft e Marsden foram levantados os catálogos microestruturais para os aços X20CrMoV12, 10CrMo910, 13CrMo44, 15Mo3 e DINST45.8. Na Figura (2) está apresentado, e exemplificado, a montagem de um catálogo microestrutural, que exibe a degradação da microestrutura do aço 15Mo3, onde a descrição dos estágios estão conforme a classificação relatado por Toft e Marsden.

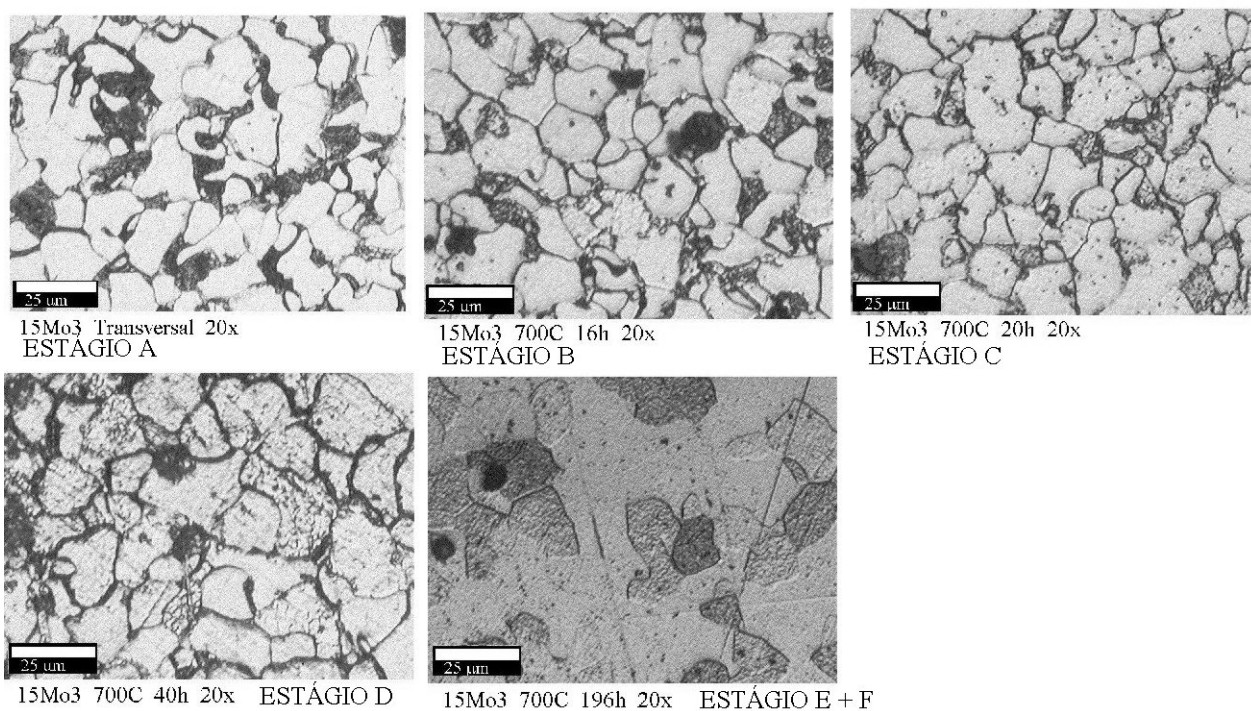


Figura 2: Catálogo Microestrutural do aço 15Mo3

Afim de conferir o nível de reprodução da microestrutura do aço DINST45.8 obtida direto na amostra e através da técnica da réplica, a Figura (3) apresenta uma comparação da microestrutura no estado original, isto é, no tempo zero. A réplica, folha BIODEN, apresenta uma boa reprodutividade da microestrutura, tendo como limitação a representação das lamelas da perlita, pois a folha capta estruturas somente maiores que 2 microns.

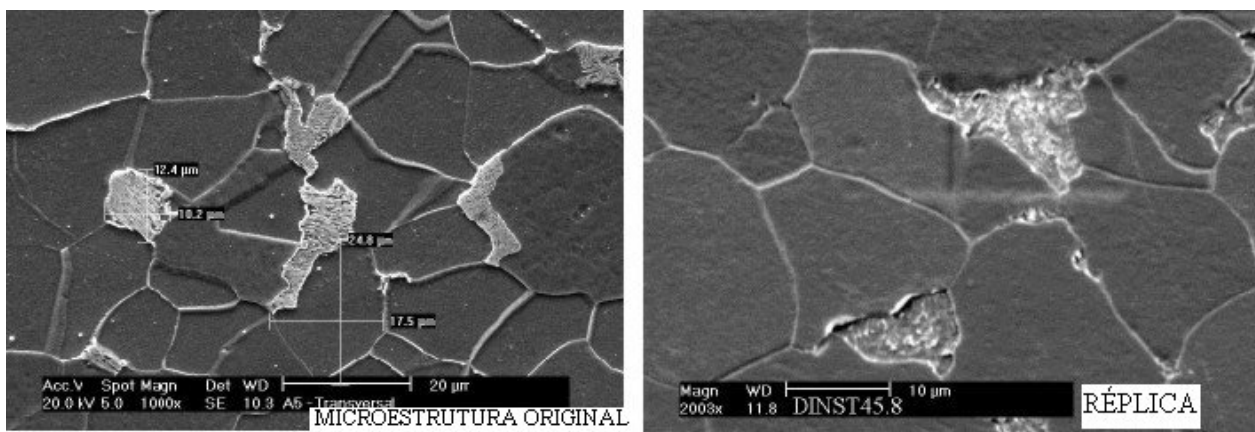


Figura 3: Reprodução da microestrutura através da réplica

### 3.2. Dureza

Os componentes durante serviço passam por mudanças na resistência (por exemplo, mudança na dureza), resultado da precipitação e crescimento (coalescimento microestrutural) de carbonetos, e o amolecimento induzido por deformação pode ser negligenciado. A tempera dos aços em reposta as típicas temperaturas, como evidência pela mudança na dureza influenciada pelo tempo (t) e pela temperatura (T) de exposição, frequentemente são descritos pelo parâmetro Larson Miller (P),  $P = T(20 + \log t)$ , onde T está em °R. A correlação entre a dureza H e o parâmetro Larson Miller pode ser obtido pelo envelhecimento de um dado material com uma dureza inicial  $H_0$  (à  $t = 0$ ) a temperatura T e medindo a mudança na dureza como função do tempo t. Resultando a relação  $H = f(P)$ , descritos por Viswanathan (1989) e Norris (1996).

Para um aço baixo carbono, na condição de temperado, com uma dureza inicial de 330HV, é dada a Equação (d.1):

$$HV (C) = 960 - 0,02P \tag{d.1}$$

onde  $P = T(20 + \log t)$ , T é dado em °R e t em horas.

Para aço 1Cr - ½Mo (ou 1¼Cr - ½Mo) em condição “como normalizado” ( $H_0 = 210 \text{ HV}$ ) onde  $t = 0$  e a dureza é medida com uma carga de 20 -Kg e indente Vickers, a Equação (d.2) é fornecida :

$$HV (Cr) = 595,453 - 1,2603 \times 10^{-2}P \tag{d.2}$$

onde P é o parâmetro de Larson Miller definido acima.

O parâmetro de Larson Miller é definido pela Equação (d.3):

$$LMP = T(20 + \log t) \times 10^{-3} \tag{d.3}$$

onde T está em °R e o t em horas.

Para cada sequência de retirada de material (2.5h, 4h, 7h, 16h, 20h, 25h, 29h, 40h, 50h, 98h e 196h) foram levantadas o correspondente valor do LMP (correspondente ao tempo e temperatura de tratamento térmico), medidas de dureza efetuadas em cada material e um valor para a dureza extrapolada pelas Equações (d.1) e (d.2), representadas por HV (C) e HV (Cr), respectivamente. A Tabela (3) apresenta os valores para as medidas de dureza e os valores de dureza obtidos por extrapolações.

Tabela 3: Medidas de Dureza (em HV)

	LMP	X20CrMoV12	10CrMo910	13CrMo44	15Mo3	DINST45.8	HV (C)	HV (Cr)
original		232.4	190.5	175.3	188.5	137.8		
2,5h	35.73	223.4	155.8	141	139.5	108.6	245.39	145.14
4h	36.09	227.8	172.4	138.7	142.4	103.7	238.24	140.64
7h	36.51	227.3	153.6	144.6	135.8	111.7	229.73	135.27
16h	37.14	221.5	146.4	140.3	128.9	111.4	217.15	127.35
20h	37.31	224.5	142.9	136.6	131.5	105.7	213.75	125.21
25h	37.48	220	146	133.5	129.1	105.3	210.36	123.07
29h	37.6	220.8	130.5	134	122.6	105.4	208.1	121.64
40h	37.84	224.5	137	130.5	121.5	105.5	203.21	118.56
50h	38.01	226.7	128.3	121	121	102.6	199.81	116.42
98h	38.52	226	130.1	121.4	132	98	189.57	109.97
198h	39.05	225.5	127.9	116.8	118.7	92.3	179.03	103.32

A partir dos dados listados na Tabela (3), pode-se concluir que os valores experimentais de medida de dureza diminuem com o aumento do tempo de exposição do material a 700°C. Pode-se concluir também que os valores experimentais obtidos para o aço X20CrMoV12 (aço bainítico) seguem o modelo apresentado para o aço baixo carbono na condição temperado. Para os demais materiais os valores obtidos experimentalmente se aproximam do modelo para o aço 1Cr-½Mo (ou 1¼Cr-½Mo) em condição normalizado. As diferenças entre os valores experimentais e os modelos são devidas aos modelos terem limitações para as composições, tratamento térmico e dureza inicial, e por diferentes condições de carregamento.

### 3.3. A camada Óxida

O monitoramento do tamanho da camada óxida e do tipo de óxido formado indicam o grau de degradação que o material se encontra, como também as condições que a caldeira está operando.

Em condições de equilíbrio a wustita é formada à altas temperaturas e decompõem em temperaturas abaixo de 570°C para magnetita e ferro, através de uma transformação eutetóide. Esta transformação não é simples, depende do conteúdo de oxigênio da wustita e da razão de resfriamento. Sob condições de recozimento as camadas tem uma espessura não uniforme, sendo mais espessas onde afloram na superfície colônias de perlita do que onde se encontram grãos de ferrita. E a camada externa, de hematita, é espessa onde a camada anterior é fina, isto é, sobre a região ferrítica.

Escala de óxidos formado acima de 570°C mas abaixo da temperatura A3 (Acm), ligas contendo 0,5%C a 1 %C, com estruturas de ferrita (ou cementita) pró-eutetóide e perlita lamelar grosseira. Considerar as características da oxidação a 700C : Após curto tempo de oxidação forma-se magnetita em algumas áreas e em outras forma-se metade wustita abaixo de metade magnetita. Após longo tempo de oxidação formam-se aproximadamente igual quantias de magnetita e hematita, e a wustita só aparece como infrequentes remendos próximo do metal. A escala de óxidos é pouco aderente. Algumas áreas aparecem fendas, geralmente é onde o oxigênio pode migrar para o interior desenvolvendo físsuras nas camadas externas separadas e converter estas camadas separadas a partir do esperado FeO para óxidos mais altos, como Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, conforme Samuels (1999).

Aços baixo cromo são conhecidos pela baixa oxidação interna, resultando numa distinta sub-escala na região inferior da escala óxida externa. A oxidação interna no contorno do grão destas ligas pode providenciar um caminho

para a propagação de trincas. A oxidação interna é governada por características físico-químicas da escala e sua influência sobre a difusão através da escala.

A seção transversal da amostra oxidada ao ar é bem distinta daquela oxidada ao vapor por duas características: primeiro a ausência da região de sub-escala na parte inferior a escala externa, e segundo, a formação de uma escala externa consistindo de quatro camadas. A escala óxida formada em amostras oxidadas ao ar consiste da camada mais externa (fragmentada) de hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e 2 (duas) no meio, de magnetita e wustita. A camada do meio é porosa e brilhosa e/ou rompida. A camada mais interna são óxidos de ferro e cromo.

Na camada interna de wustita existem muitos poros/rupturas, qual ajuda a penetração de oxigênio e o crescimento de interface liga/óxido pode tornar-se acelerado. A razão na qual o metal é constituído para formar a escala óxida, pode ser tão rápida que o óxido de cromo formado devido a reação com a entrada de oxigênio poderia simplesmente ser tanto dissolvido na fase wustita ou incorporado como precipitado dentro da camada de wustita. A camada oxidada ao vapor é predominantemente de magnetita e wustita, descritos por Singh Raman (2000) e Ray (2000).

A temperatura do metal em caldeiras dependem da espessura da escala, bem como a geometria do tubo, fluxo do calor e condutividade térmica da escala e do metal. Sobre conhecida condição de fluxo de calor, temperatura do metal pode ser estimada a partir da correlação temperatura vapor – óxido.

Apresentado por Viswanathan (1998), a cinética de evolução da camada de magnetita que se forma naturalmente no interior de uma tubulação (contendo vapor), considerando a uma temperatura abaixo da de formação de FeO e aços com 1 – 3 % Cr, obedece a uma Equação do tipo (o.1):

$$\log x = -7,1438 + 2,1761 \times 10^{-4} T (20 + \log t) \tag{o.1}$$

onde x é a espessura da camada em milésimos de polegada, T é a temperatura (°R) de exposição (uniforme e contínua) do tubo ao vapor e t é o tempo de exposição em horas.

Outra expressão, a Equação (o.2), utilizada para expressar a cinética da evolução da camada óxida em aços 2¼Cr-1Mo para temperaturas entre 800 a 1200°R (171.3 a 393.5°C),

$$\log x = -6,8398 + 2,83 \times 10^{-4} T (13,62 + \log t) \tag{o.2}$$

onde x é a espessura da camada em milésimos de polegada.

Para cada sequência de retirada de material (2.5h, 4h, 7h, 16h, 20h, 25h, 29h, 40h, 50h, 98h e 196h) foram levantadas o correspondente valor do LMP (correspondente ao tempo e temperatura de tratamento térmico), medidas do tamanho da camada óxida efetuadas em cada material e um valor para o tamanho da camada óxida extrapolada pelas Equações (o.1) e (o.2), representadas por 1-3%Cr e 2¼Cr-Mo, respectivamente. A Tabela (4) apresenta os valores para as medidas do tamanho da camada óxida e os valores do tamanho da camada óxida obtidos por extrapolações.

Tabela 4: Medidas de camada óxida (em µm)

	LMP	X20CrMoV12	10CrMo910	13CrMo44	15Mo3	DINST45.8	1-3%Cr	2¼Cr-Mo
2,5h	35.73	86.3			-	-	108.73	20.22
4h	36.09	59.1	62.3	66.3	-	45.2	130.06	25.53
7h	36.51	29.3	68.9	63.8	47.7	53.1	160.99	33.69
16h	37.14	35.3	126.7	72.5	75.6	110.3	220.62	50.76
20h	37.31	42.7	113	92.9	116.6	131.3	240.2	56.69
25h	37.48	53.2	132	97.6	144.3	171.7	261.53	63.32
29h	37.6	54.5	151.5	120	160	163	276.75	68.16
40h	37.84	21.3	155.5	151.5	152	143.8	312.84	79.94
50h	38.01	54.4	210	178	200.53	154	340.62	89.29
98h	38.52	77	314.5	361.5	351.5	341	440.22	124.64
198h	39.05	77.8	349.5	359	431	363.5	573.35	175.75

A partir dos dados listados na Tabela (4), pode-se concluir que os valores experimentais de medida da camada óxida aumentam com o aumento do tempo de exposição do material a 700°C. Pode-se verificar os valores experimentais obtidos para o aço X20CrMoV12 (aço bainítico) se aproxima do modelo apresentado para o aço 2¼Cr-1Mo para temperaturas entre 800 a 1200°R (171.3 a 393.5°C). Para os demais materiais os valores obtidos experimentalmente se aproximam do modelo para aços com 1 – 3%Cr. As diferenças entre os valores experimentais e os modelos são devidas aos valores experimentais serem obtidos em amostras tratadas termicamente ao ar e o modelo para amostras tratadas ao vapor. Considerar também nesta diferença que os modelos tem limitações para composições e/ou temperatura, e por diferentes condições de carregamento.

### 3.4. Comparativo da microestrutura entre um aço tratado termicamente e um tubo analisado após 200.000 horas de uso:

Foram realizadas análises no material 15Mo3 em 227.515h de trabalho, a 300°C, em caldeira. Para este material foi encontrado um LMP = 26.2, e conforme as microestruturas apresentada na Figura (4), as durezas medidas na posição longe da solda (estágio C) e no estrangulamento (estágio D) são 134 HV e 126 HV, respectivamente. Considerando que na região da solda (restrição á passagem do vapor) apresenta uma microestrutura mais degradada (maior grão de coalescimento), e menor dureza e menor espessura de parede que aquelas presentes na região afastada da restrição, indicando que houve maior temperatura de operação na região da restrição. Levantando, então, um novo LMP= 36 para a temperatura do vapor superaquecido (515°C).

O aço 15Mo3 analisado a uma exposição ao ar a 700°C apresentam para microestruturas equivalentes um LMP = 37.1 e uma dureza de 131.5 HV para o estágio C (16h), e um LMP = 37.8 e uma dureza de 121.5 HV para o estágio D (40h). Estas microestruturas são mostradas na Figura (2).

A confrontação dos resultados para o caso real e obtido em laboratório apresentam uma boa concordância, levando em conta as diferenças nas condições de trabalho.

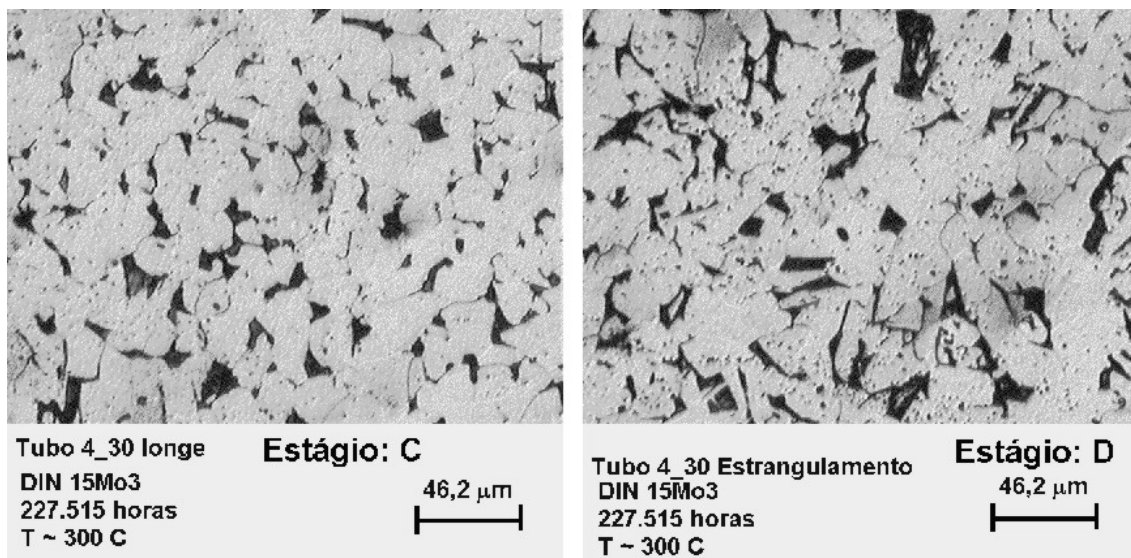


Figura 4: 15Mo3 em condições reais de trabalho

### 4. Conclusões

A importância e a utilidade de construir um mapa da evolução microestrutural é para que se possa determinar o grau da degradação microestrutural, possibilitando a estimativa do tempo de vida remanescente dos componentes. Para situações em que a análise metalográfica deve ser feita “in situ” a réplica mostra-se eficiente.

Os modelos usados para determinar a dureza e o tamanho da camada óxida, são baseados no LMP, e oferecem uma boa concordância com os valores medidos experimentalmente, principalmente se tratando das medidas da dureza. Os desvios apresentados na extrapolação dos valores da medida do tamanho da camada óxida são devidos principalmente aos valores experimentais serem medidos em amostras que foram tratadas ao ar, e o modelo considera materiais que tem o vapor como condição de trabalho.

Conclui-se também a boa convergência que o LMP oferece para a intercambiabilidade dos fatores tempo e temperatura, como apresentado na comparação entre os resultados obtidos para o aço 15Mo3 no caso real e em laboratório.

### 5. Referências

- Furtado, H.C., Le May, I., 1996, “Metallography in Life Assessment of Power Plants”, Materials Characterization, Vol.36, pp.175-184.
- Iwashita, C.H., Wei, R.P., 2000, “Coarsening of Grain Boundary Carbides in a Nickel-Based Ternary Alloy during Creep”, Acta Mater., Vol. 48, pp. 3145-3156.
- Meuronen, V., 2000, “Erosion Durability of Steels in Steam Boiler heat exchanger Tubes”, WEAR, Vol.240, pp.164-167.
- Norris, S.D., Parker, J.D., 1996, “The effect of Microstructure on Fracture Mechanisms of 2.25Cr1Mo low Alloy Steel, part B the influence of Carbides”, Int. J. Pres. Ves. & Piping, Vol.67, pp.329-337.
- Ray, A.K., Tiwari, Y.N., Chaudhuri, S., 2000, “Evaluation of Mechanical Properties and Assessment of Residual Life of a service-exposed water Wall Tube”, Engineering Failure Analysis, Vol.7, pp. 393-402.

- Rossi,E.H., Coutinho,C.A.B., 1983, “Influência das Variáveis de Processamento na Esferoidização do Aço ABNT 52100”, Metalurgia-ABM, Vol.39, n.310.
- Samuels,L.E., 1999, “Light Microscopy of Carbon Steels”, ASM International, First printing.
- Singh Raman,R.K., Muddle,B.C.,2000, “Role of high Temperature Corrosion in Life Assessment and Microstructural Degradation of Cr-Mo Steel Weldments”, International Journal of Pressure Vessels and Piping, Vol.77, pp.117-123.
- Viswanathan,R., 1989, “Damage Mechanisms and Life Assessment of High – Temperature Components”, ASM International, Third printing.

## **DEVELOPMENT OF THE MICROSTRUCTURAL CATALOGUE FOR AVALIATION OF THE INTIGRITY OF THE STEAM BOILER**

Simone S. Schwertner, Pedro A. N. Bernardini, Eleandro Bueno, Ivens de Abreu Junior, Telmo Strohaecker

### **Simone Socal Schwertner**

UFSC, PGMAT-Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais  
Depto. de Engenharia Mecânica, Bloco A, Caixa Postal 476 - 88040-900 Florianópolis, SC, Brazil  
email: kelber@tutopia.com.br

### **Pedro Amedeo Bernardini**

UFSC, PGMAT-Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais  
Depto. de Engenharia Mecânica, Bloco A, Caixa Postal 476 - 88040-900 Florianópolis, SC, Brazil  
email: pamedeo@matrix.com.br

**Abstract:** *In order to estimate the integrity in steam boiler's pipelines different procedures are used. One of them consists in the analysis either of tube's metallography or a replica removed from the tube in service. With this analysis the microstructural degree of the degradation can be determined. There are many companies that develop themselves in laboratory scale maps of the microstructures, which are used as reference to be compared with the results of metallographical analysis of pipelines that are in service. In the present work different microstructures of five typical steel types utilized in steam boilers are performed. These are results of accelerated expositions at different periods of time (until 200 hour of exposition). The results were confronted with real pipelines, some of them with more than 200.000 operation hours. Also presented are the evolution of the hardness for each type of steel and the relationship between the exposition time with the temperature, which is used in the Larson Miller parametric equations. This work concludes with the importance of the use this catalogue as an auxiliary instrument to estimate residual life and to perform failure analysis.*

**Keywords:** *residual life, integrity, coarsening, microstructure, and steam boiler.*

## APPLICATION OF THE TOMOGRAPHY WITH NEUTRONS IN THE LOCALIZATION OF THE INCRUSTATIONS IN HEAVY MATERIALS

**Ademir X. da Silva**

PEN/COPPE/UFRJ

Caixa Postal 68 509

21945-970 Ilha do Fundão

Rio de Janeiro, RJ, Brazil

ademir@lmn.con.ufrj.br

**Verginia R. Crispim**

[PEN/COPPE - DNC/EE]CT

Caixa Postal 68 509

21945-970 Ilha do Fundão

Rio de Janeiro, RJ, Brazil

verginia@lmn.con.ufrj.br

**Abstract.** *This paper aims at demonstrating the advantages and complementarities of a Computerized Tomography (CT) using thermal neutron over the one employing photons of 662 keV for the localization of light materials such as those containing hydrogen, concealed by heavy materials. A simulated study was performed in order to compare tomographic images. Projection data were obtained using the Monte Carlo code MCNP4B. For tomographic reconstruction of the samples it was used six equal projection angles distributed between 0 and 180 degrees and reconstructed by the algorithmic based on the maximum entropy principle, ARIEM. With the thermal neutron CT it was possible to detect and locate polyethylene and water hidden by lead, iron and aluminum (with 1cm-thick). Neutron CT can view through materials that simply cannot be viewed by photon CT due to the high attenuation coefficients involved. Thus, it is clearly demonstrated that thermal neutrons CT are extremely useful in routine industrial applications.*

**Keywords:** *Thermal neutron tomography, Neutron radiography, Nondestructive testing, Monte Carlo.*

### 1. Introduction

X-rays and gamma rays interact with the electrons of the atomic shell, and the attenuation thus increases with the atomic number in a regular way. Therefore, X-rays or gamma rays are used for viewing heavy objects (high atomic number materials) inside light materials (low atomic number materials). On the other hand, absorption or scattering of thermal neutron (25 meV) is an interaction between nucleons showing a random dependence of the total cross section on the atomic mass (Domanus, 1992). For many technical applications, however, thermal neutrons can be used to great advantage. Therefore, the neutron radiography is a non-destructive testing method that has been applied in special cases of inspection, where it is difficult to take radiographs by X-rays or gamma rays (Crispim, 1993). In neutron radiography, by passing a uniform and collimated beam of neutrons through a sample, it is possible to record its internal structure on a detector. In this procedure, internal structure of one part of sample may mask another. Thus resolving the structure becomes difficult and sometimes impossible. To overcome this difficulty, Computerized Tomography (CT) could be employed to produce an image of a thin layer of a sample without any interference (Pfister *et al.*, 1992). In this case, the source and detector array both translate and rotate around a scan circle in which the object is centered. The neutron beam penetrates the object and is detected on the opposite site. A set of projection data is obtained at a particular angle. The source and detector are then rotated at a small angle, and a new projection is obtained. Each neutron beam transmission measurement is converted into an electrical signal and computer processed. The reconstructed CT image is cross-sectional, and the computed attenuation coefficient at any point in the cross section is independent of overlying material (Herman, 1980).

The aim of this study is the comparison between the simulated tomographic images obtained either by a photon beam or by a thermal neutron beam. To this purpose the MCNP (Briesmeister, 1997) / ARIEM (Crispim, 1993) code systems were used, leading to a two steps calculation. The emphasis here is on obtaining an overall indication of the presence of the hydrogenated materials hidden by heavy materials and not on determining exact physical densities or to obtain the elemental concentrations.

#### 1.1. Monte Carlo Simulation

The code used for simulations in this study was the Monte Carlo N-Particle Transport Code, version 4B (MCNP4B). This code represents the state-of-the-art in terms of the physics, cross-section data and mathematical models necessary for neutron, photon and electron Monte Carlo simulations (Briesmeister, 1997). With MCNP, it is

possible to model the image formation process to any resolution using segmented tallies to represent the individual pixel sites in a radiographic image or in the projection data (line) for a tomographic reconstruction.

A sketch of the geometry and the detector configuration used in MCNP plotting routine aiming to obtain the computed tomographic projection (lines) dates can be seen in Fig. 1. The source was defined to be monoenergetic with an energy of 25 meV (for thermal neutron beam) and 662 keV (for gamma ray beam). Hence, the gamma source simulated was the  $^{137}\text{Cs}$ , which emits predominantly a single gamma-ray of energy 662 keV and is widely used in industrial applications. The particles (neutrons and photons) were started from a single source plane, and were given a direction parallel to each other and perpendicular to the tally plane. The imaging plane was segmented into 103 tally subregions to represent the individual pixel locations with areas of  $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$ . The cylindrical shape phantoms 10 mm in diameter and height of 30 mm consists of (1) polyethylene ( $\text{CH}_2$ ) and (2) light water ( $\text{H}_2\text{O}$ ), which were simulated by using the elements: hydrogen-carbon and hydrogen-oxygen, respectively. The phantoms were concealed by cylindrical aluminum, iron and lead tubes with diameters of 30 mm and wall thickness of 5 mm. Were obtained dates relatives to the six angular projections ( $0^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $60^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $120^\circ$  and  $150^\circ$ ) in each case.

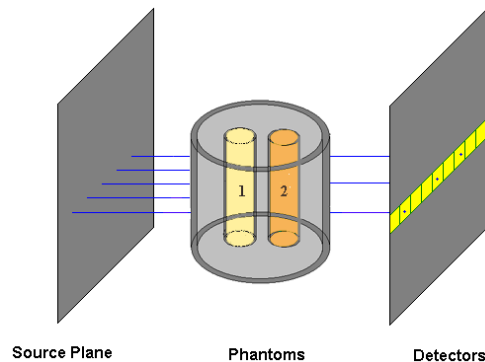


Figure 1. Model of the geometric configuration of the simulated system. The phantoms of polyethylene (1) and water (2) were shielded by 10-mm-thick of: Al, Pb and Fe, respectively.

## 1.2. Tomographic Reconstruction

Since the time for the realization of a inspection in routine industrial is limited the use of algebraic reconstruction techniques will be considered that can provide reasonable results with a small number of projections which reduces the inspection time. For this we have used the Maximum Entropy Image Reconstruction Algorithm – ARIEM (Crispim, 1993). This code gives good results specially when the available number of projections is small. The merit of maximizing entropy lies in the factor the reconstructed image requires a minimum of information about the system configuration. For reconstruction we used six projection angles starting at  $0^\circ$  and uniformly distributed between  $0^\circ$  and  $180^\circ$ .

## 2. Results

To evaluate the difference between thermal neutron and gamma ray CT, the images obtained with the two beams are displayed together. Figure 2 shows the tomographic reconstructions of the aluminum tube (wall thickness of 5 mm) with the water and polyethylene phantoms insert, from the MCNP projections dates generated using: (a) 662 keV gamma ray and (b) 25 meV neutron beams. In first case, the phantoms are not seen clearly. On the other hand, in the thermal neutron CT image, Fig. 2b, the substances can be clearly identified with high contrast and, in this case, the wall of aluminum tube is not seen in the image CT.

Figures 3 and 4 shown the reconstructions of the lead and iron tubes with the phantoms inserts. In gamma ray CT images, Figs. 3a (10 mm thick Pb) and 4a (10 mm thick Fe), it should be noted that the water and polyethylene detection was not possible, since the lead and iron owns high linear attenuation coefficients for photons of these energy levels. So, dense materials, like lead or iron, to which photons (662 keV) present a low penetration power, cannot be inspected using the tomography with gamma ray beam aiming the detection and localization of materials based on water and plastic hidden by these heavy materials. On the other hand, the images reconstructed with thermal neutrons, Figs. 3b and 4b, shown clearly the water and polyethylene samples concealed by the lead (10 mm in thickness) and iron (10 mm in thickness), respectively. This fact demonstrates that the computerized tomography technique using thermal neutron beams allows the detection and the localization of hydrogenated materials such water and polyethylene when concealed by high atomic number materials.



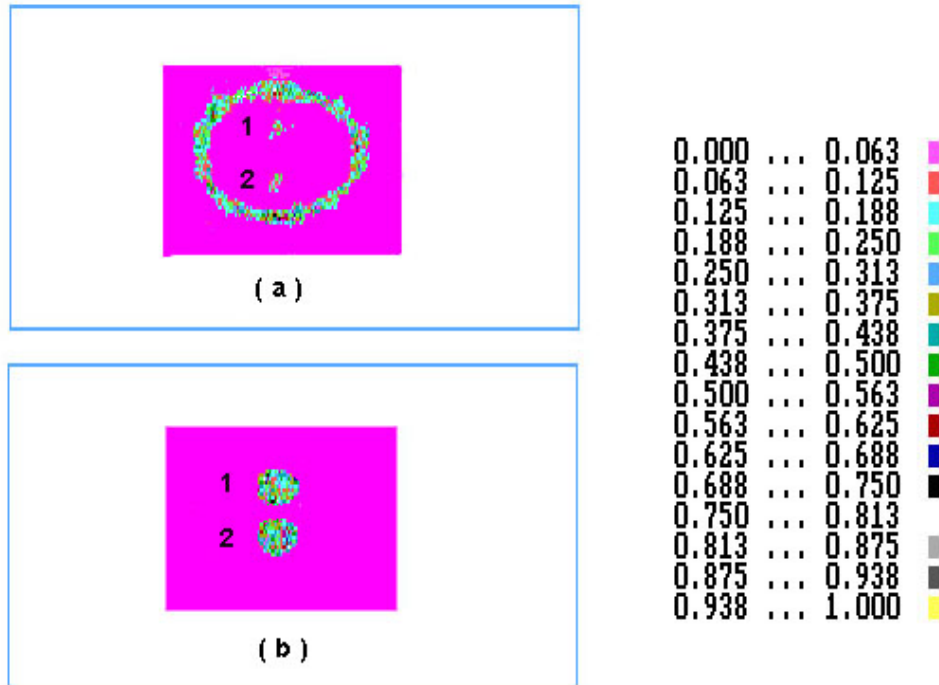


Figure 2. Tomographic images of the polyethylene (1) and water (2) phantoms, both involved by an aluminum tube, with a diameter of 30 mm and a wall thickness of 5 mm, obtained from: (a) 662 keV photons and (b) thermal neutron beams.

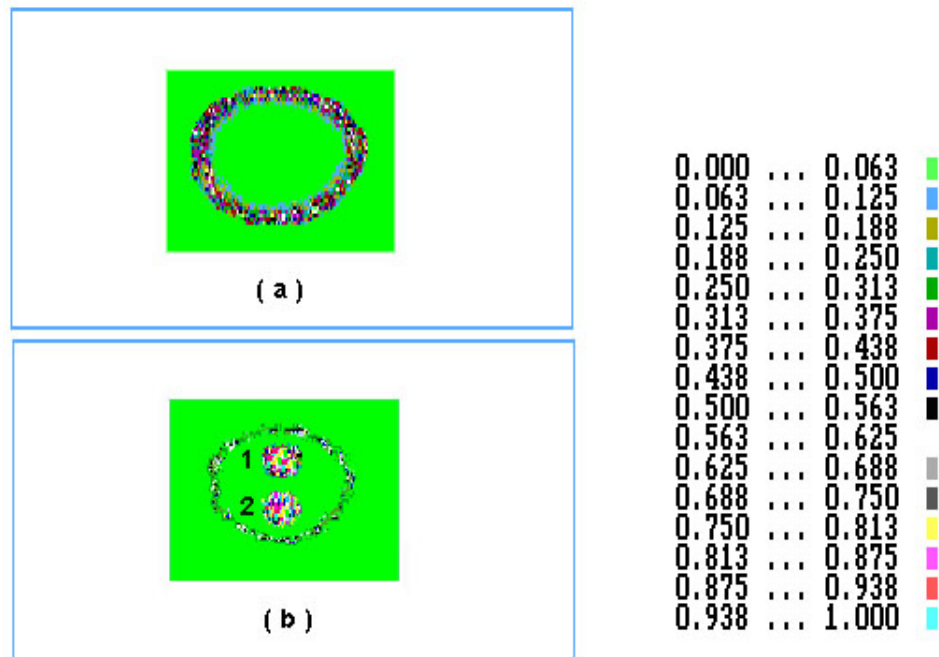


Figure 3. Reconstructed images of the polyethylene (1) and water (2) phantoms concealed by a lead tube, with a diameter of 30 mm and a wall thickness of 5 mm, obtained using : (a) 662 keV photons and (b) thermal neutrons.

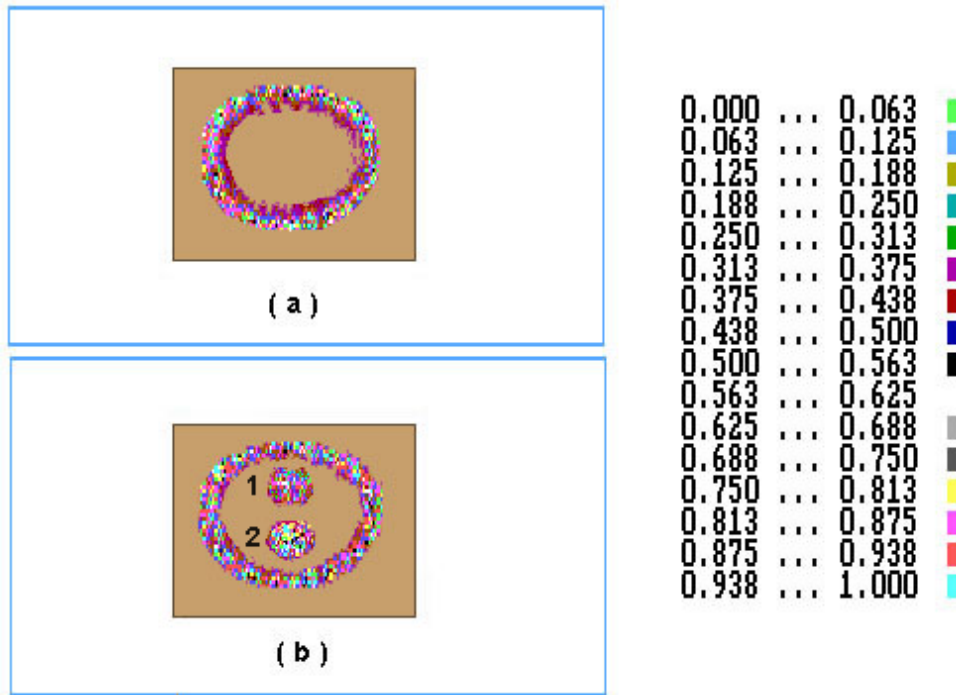


Figure 4. Tomography reconstructions of the polyethylene (1) and water (2) phantoms, both concealed by a iron tube, with a diameter of 30 mm and a wall thickness of 5 mm, obtained from: (a) 662 keV photons and (b) thermal neutron beams.

### 3. Conclusions

This paper has shown the advantages and complementarities of using thermal neutron tomography technique with a small number of projections over the one employing photons of 662 keV for the detection and localization of light materials hidden by heavy materials. With the thermal neutron CT was possible to detect and locate water and polyethylene concealed by lead and iron (with 1cm-thick). Neutron CT can view through materials that simply cannot be viewed by gamma ray CT, due to the high attenuation coefficients involved. Therefore, it has been recommend to employ the CT technique using thermal neutron beams for detecting and localizing of similar materials the water and polyethylene inside the materials with high atomic numbers, such as metallic objects. Thus, it is clearly demonstrated that thermal neutrons are extremely useful in CT applications industrial.

### 4. Acknowledgements

The authors would like to thank the Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) for their financial support.

### 5. References

- Briesmeister, J. F., 1997, "MCNP - A General Monte Carlo N-Praticle Transport Code, Version 4B. Los Alamos", NM: Los Alamos National Laboratory; LA-12625-M, March.
- Crispim, V. R., 1993, "Desenvolvimento de Ensaios Não-Destrutivos com Neutronografias". PhD. thesis, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- Herman, G. T., 1980, "Image Reconstruction from Projections: The Fundamentals of Computerized Tomography". New York. Academic Press.
- Pfister G., Schatz, A. K. Schatz, Siegel, C., Steichele, E., Waschowski, W. and Bucherl T., 1992, "Nondestructive Testing of Materials and Components by Computerized Tomography with Fast and Thermal Reactor Neutrons". Nuclear Science and Engineering, vol. 100, pp. 303-315.

## INFLUÊNCIA DO REVESTIMENTO INTERNO DO MOLDE NA MICROESTRUTURA DA LIGA Al-9%Si

**Walman Benício de Castro**

Departamento de Engenharia Mecânica - Centro de Ciências e Tecnologia - Universidade Federal da Paraíba  
Caixa Postal 10069 – Campina Grande - Paraíba  
E-mail: walman@dem.ufpb.br

**Resumo.** O objetivo prático do refino de grão é o aumento da resistência mecânica e da plasticidade de uma liga durante a solidificação. Uma forma de produzir refino de grão é através da adição ou inoculação ao metal líquido, de núcleos heterogêneos, com alta potência de nucleação, sob a forma de partículas finamente distribuídas. O objetivo do presente trabalho foi verificar a influência de coberturas salinas (LiF, LiCl+LiF, LiF+CaF<sub>2</sub>+MgF<sub>2</sub>) em moldes cerâmicos no refino de grão da liga Al-9%Si em peso e, compará-la com outra amostra resfriada num molde metálico. Os resultados mostraram que o cadinho cerâmico que utilizou o LiF+LiCl como cobertura salina foi o que produziu um menor tamanho de grão da ordem de 36  $\mu$ m, o que provavelmente causou uma maior interação físico-química com a liga. No entanto, esse tamanho de grão foi muito maior que o obtido para a amostra resfriada no molde de cobre, que obteve um tamanho de grão da ordem de 10  $\mu$ m. Apesar deste método não ser substituto para os inoculantes convencionais, como é o caso do titanato de boro (TiB<sub>2</sub>), ele pode representar uma importante contribuição no refino de grão de ligas de alumínio.

**Palavras chave:** Inoculação, Ligas Al-Si, Nucleação heterogênea, Refino microestrutural.

### 1. Introdução

O objetivo prático do refino de grão é o aumento da resistência mecânica e da plasticidade de uma liga durante a solidificação. Em muitas ligas, essas melhorias nas propriedades são essenciais para sua aplicação industrial (ligas à base de alumínio), enquanto que em outras as vantagens práticas de um refino de grão são apenas marginais (Prates Filho & Davies, 1978; Kondic, 1970; Shewmon, 1980).

Apesar do soluto agir como refinador de grão, sua ação nem sempre é eficiente para a obtenção de grãos finos e equiaxiais. Uma forma de contornar tal problema seria através da adição ou inoculação ao metal líquido, de núcleos heterogêneos, com alta potência de nucleação, sob a forma de partículas finamente distribuídas. Esses inoculantes são distribuídos no metal líquido, por meio de um veículo volátil a eles previamente mesclado. Dessa forma, cada uma das partículas do inoculante atuará como um substrato localizado para a nucleação heterogênea da fase sólida (Flemings, 1995).

Na prática comercial, agentes nucleantes são adicionados para muitas ligas fundidas para produzir materiais com granulação mais fina. Como exemplos temos: titânio e boro para ligas de alumínio, ferro-silício para o ferro fundido (para nuclear a grafita), carbono para certas ligas de magnésio, e zircônio para outras (Flemings, 1985; Heine *et al.* 1981). Cobalto, zinco e outros materiais pulverizados e usados como revestimentos internos nas paredes dos moldes são eficientes na nucleação de metais ferrosos. Nesse caso, as paredes do molde são tratadas com uma pintura que contém o agente nucleante. Esse processo assegura que a peça fundida terá acesso por completo ao agente nucleante (inoculante). Em cada caso citado, presume-se que a forma de adição dos agentes nucleantes é formada com algum componente da fusão e sua composição atua como nucleador heterogêneo.

Diante disso, o presente trabalho tem por objetivo verificar a influência de algumas coberturas salinas usadas em moldes cerâmicos no refino microestrutural da liga Al-9%Si.

### 2. Materiais e Métodos

A liga utilizada foi de composição Al-9%Si (valor em peso) com temperatura de fusão de 590°C. Os cadinhos utilizados foram de cerâmica com 20 mm de altura e 15 mm de diâmetro, preparados de maneira usual e os detalhes de composição e método de fabricação estão disponíveis na literatura (Albertini, 1997). Foi utilizado também uma coquilha de cobre para verificar também a influência da velocidade de resfriamento na microestrutura da liga estudada. Isto para comparar o tamanho de grão das amostras solidificadas em cadinho cerâmico com cobertura com uma amostra solidificada em cadinho cerâmico sem cobertura e com uma amostra solidificada em coquilha de cobre. Foram utilizados alguns sais para a cobertura dos cadinhos cerâmicos (LiF, LiCl+LiF, LiF+CaF<sub>2</sub>+MgF<sub>2</sub>) que podem modificar as propriedades físico-químicas da superfície do cadinho, atuando como possíveis agentes nucleantes.

A preparação dos sais para atuarem como inoculantes foi a seguinte: os sais usados para a cobertura dos cadinhos, foram misturados à água, na proporção dada na Tab. 1. Como verifica-se na Tab. 1, escolheu-se composições com uma variação de temperatura acima da temperatura de fusão da liga, bem como composições abaixo da temperatura de fusão da liga.

Tabela 1 – Materiais utilizados para recobrimento do cadinhos cerâmicos.

Nomenclatura	Material	Relação Material/Água (kg/l)	Temperatura de fusão (°C)
1A	LiF	0,10	842
2A	LiF+LiCl	(0,13+0,39)	500
3A	LiF+CaF <sub>2</sub> +MgF <sub>2</sub>	(0,07+0,04+ 0,08)	672

Já devidamente misturados à água, os sais foram adicionados aos cadinhos por vazamento, até preencherem por completo os mesmos. Após 10 segundos, o excedente foi retirado por derramamento, restando apenas, uma fina camada de sais, fixados às paredes dos cadinhos. Em seguida, os cadinhos foram colocados em uma estufa, para secagem, com o objetivo de eliminar toda umidade presente nos mesmos e estabilizar a camada depositada. Os cadinhos permaneceram na estufa por 24 horas, a uma temperatura de aproximadamente 120°C.

Com os cadinhos já preparados para serem usados, a liga Al-9%Si foi fundida num forno elétrico resistivo a uma temperatura de 950°C e vazadas nos cadinhos recobertos com os materiais e na coquilha à uma temperatura de 700°C. Com todas as amostras solidificadas (cadinhos e coquilha), as mesmas foram preparadas para a análise metalográfica. Após seccionadas passaram por sucessivas etapas de lixamento e polimento. Com as superfícies satisfatoriamente polidas, as amostras foram atacadas por uma solução de 0,5% de ácido fluorídrico por 10s, sendo posteriormente lavadas com acetona e secadas com ar quente.

As microestruturas das amostras foram analisadas por microscopia óptica e fotografadas.

Para medidas do tamanho de grão foi utilizado o Método de Heyn, segundo o procedimento estabelecido na norma ASTM E112. Este método pode ser usado, independentemente da forma do grão, quando se conta o número de grãos cortados por uma linha-teste. Em linhas gerais, o diâmetro do grão é o comprimento médio do intercepto, sendo calculado pela fórmula:

$$d = \frac{L}{P_1 \cdot M}$$

Onde: d- diâmetro do grão; L – comprimento total da linha teste; M – aumento dado no microscópio; P<sub>1</sub> – número de intercessões com contornos de grão.

No nosso estudo, o comprimento da linha teste foi: L = 15mm. Foram feitas 10 contagens de interceptos de contornos de grão para cada amostra, e em seguida retirada a média do tamanho de grãos para as mesmas.

### 3. Resultados e discussões

Os valores médios dos diâmetros de grão de cada amostra estão mostrados na tabela 2 e as microestruturas obtidas estão mostradas nas Figs. 1, 2, 3, 4 e 5.

Tabela 2- Diâmetro médio dos grãos obtidos para cada amostra fundida.

Amostra	Diâmetro Médio dos Grãos
Sem recobrimento	d = 50 μ m
1A	d = 42 μ m
2A	d = 36 μ m
3A	d = 39 μ m
Coquilha de Cobre	d = 10 μ m



Figura 1- Microestrutura obtida para a amostra sem recobrimento.

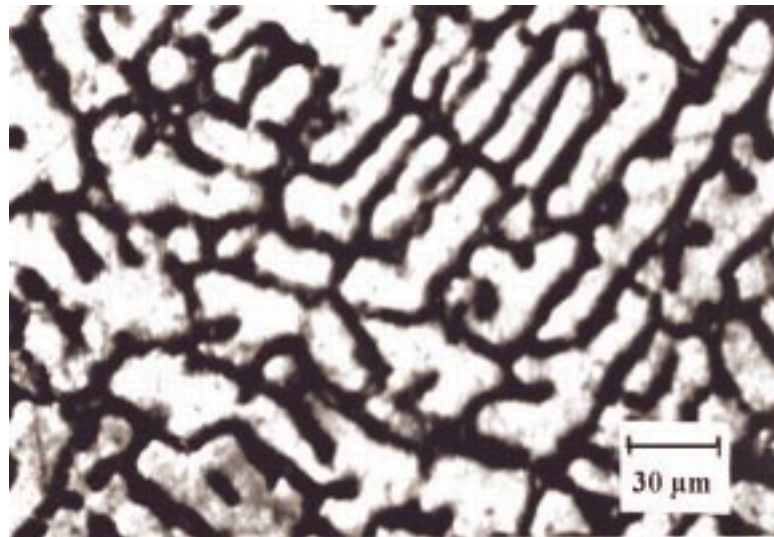


Figura 2- Microestrutura obtida para a amostra 1A após solidificação.

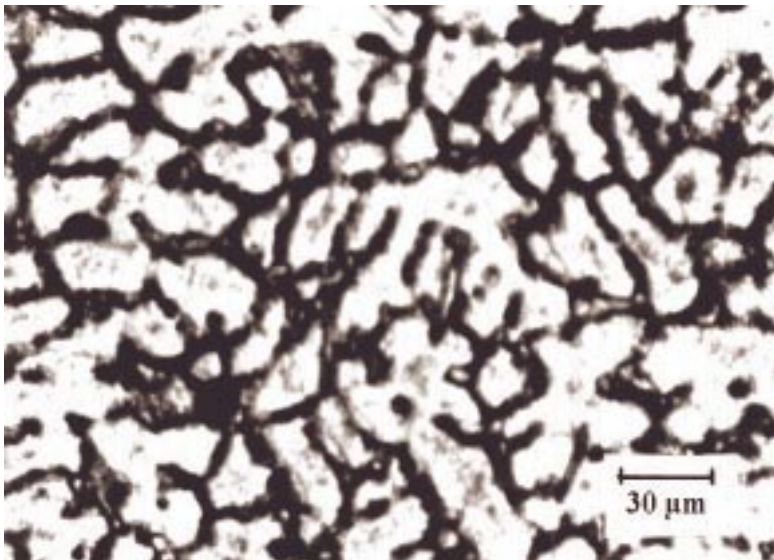


Figura 3- Microestrutura obtida para a amostra 2A após solidificação.

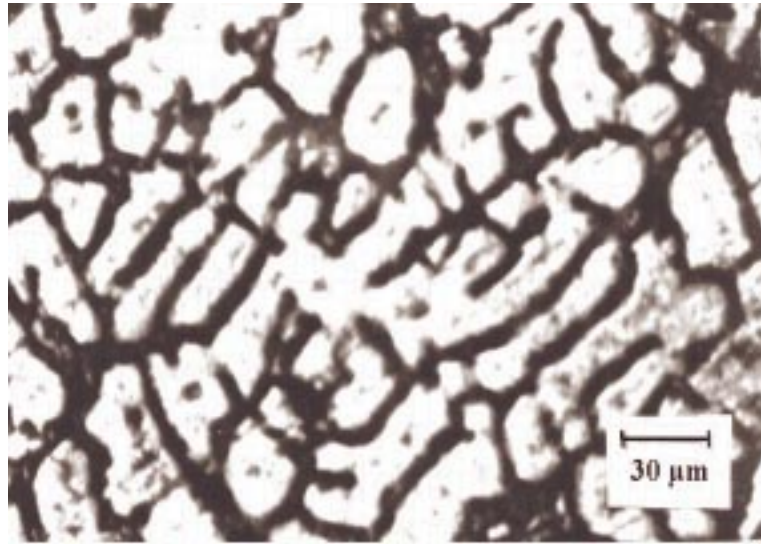


Figura 4- Microestrutura obtida para a amostra 3A após solidificação.

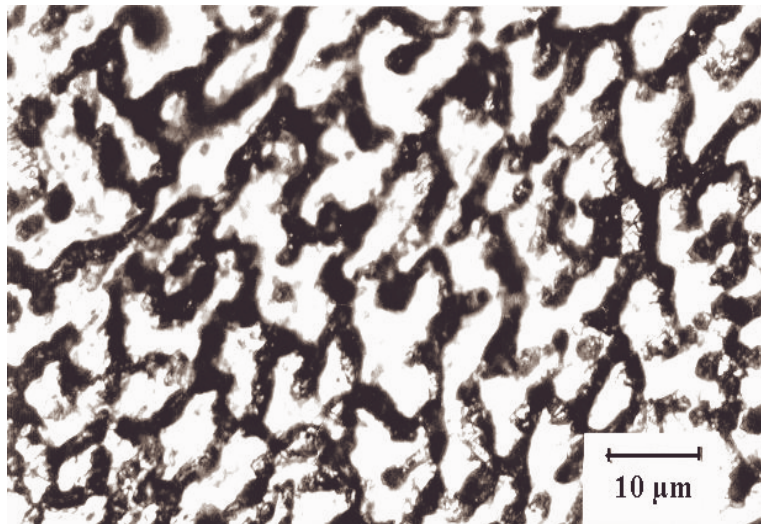


Figura 5- Microestrutura obtida para a amostra resfriada em coquilha de cobre.

Os resultados mostrados na Tab. 2 revelam que os recobrimentos salinos utilizados nos cadinhos cerâmicos provocaram uma diminuição no tamanho de grão das amostras solidificadas. A Fig. 2 mostra o resultado da microestrutura da amostra solidificada em cadinhos com fluoreto de lítio como cobertura. Em relação ao cadinho cerâmico sem cobertura salina, o resultado mostra que não houve uma diminuição tão grande no tamanho de grão dessa amostra, porém, não pioram a capacidade de nucleação da parede do cadinho cerâmico. Deve-se observar que a temperatura de fusão do fluoreto de lítio (842 °C) é bem acima da temperatura de fusão da liga ( $T_{\text{LIQUIDUS}} = 590 \text{ °C}$ ).

A Figura 3 mostra o resultado da microestrutura da amostra solidificada em cadinho com as misturas de cloreto de lítio mais fluoreto de lítio como cobertura. Esta amostra foi a que obteve o menor tamanho de grão, da ordem de  $36 \mu\text{m}$ . A cobertura ( $\text{LiF}+\text{LiCl}$ ) utilizada no cadinho dessa amostra possuía uma temperatura de fusão ( $T = 500 \text{ °C}$ ) menor que a temperatura de fusão da liga, o que provavelmente causou uma maior interação físico-química com a liga. A consequência disso foi um efeito nucleante mais pronunciado, evidenciando que a nucleação heterogênea é muito facilitada pelos sais de baixo ponto de fusão.

A Figura 4 mostra o resultado da microestrutura da amostra solidificada em cadinho com as misturas de fluoretos ( $\text{LiF}+\text{CaF}_2+\text{MgF}_2$ ) como cobertura. Verifica-se que estas misturas levam a uma redução significativa da temperatura de fusão (654 °C) em relação ao fluoreto puro (LiF), aproximando-se da temperatura de fusão da liga, favorecendo a nucleação heterogênea, o que promoveu uma maior redução no tamanho de grão ( $39 \mu\text{m}$ ) em relação ao fluoreto puro ( $42 \mu\text{m}$ ).

A Figura 5 mostra o resultado da microestrutura da amostra resfriada em coquilha de cobre. Essa amostra foi a que obteve um menor tamanho de grão, da ordem de  $10 \mu\text{m}$ . Isso já era de se esperar pois quanto maior a taxa de extração de calor, mais rápida é a velocidade de crescimento devido ao alto grau de super-resfriamento que está submetido a liga. Como consequência do alto grau de super-resfriamento, o processo de solidificação é rápido e uma

microestrutura mais refinada é obtida (Herlach, 1994). A observação da microestrutura da amostra resfriada em coquilha foi para servir de comparação com as outras microestruturas das amostras fundidas em molde recobertos, ou seja, até que ponto as amostras solidificadas em cadinhos cerâmicos com coberturas salinas poderiam produzir uma redução ou não do tamanho de grão.

Os resultados obtidos foram satisfatórios e abrem uma nova perspectiva para o controle da microestrutura de ligas à base de alumínio.

#### 4- Conclusão

Os resultados mostraram que amostras solidificadas em cadinhos cerâmicos com coberturas salinas promoveram uma redução no tamanho de grão da liga Al-9%Si. O estudo comprova a viabilidade de promover nucleação heterogênea em peças fundidas de ligas à base de alumínio, através do uso de recobrimentos que promovem uma maior interação físico-química entre o molde e a liga, produzindo um maior efeito nucleante. Apesar deste método não ser substituído para os inoculantes convencionais, como é o caso do titanato de boro (TiB<sub>2</sub>), ele pode representar uma importante contribuição no refino de grão de ligas de alumínio.

#### 5- Referências

- Albertini, L. B., 1997, "Super-resfriamento de metais pela técnica de Emulsificação", Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.
- Flemings, M. C., 1995, "Solidification Processing", McGrall Hill Inc..
- Herlach, D. M., 1994, "Non-equilibrium solidification of undercooled metallic melts", Materials Science and Engineering, R12, p. 177-272.
- Heine, R. W.; Loper, C. R. and Rosenthal, P. C., 1981, "Principles of Metal Casting", McGrall Hill Publishing Company.
- Kondic, V., 1970, "Metallurgical Principles of Founding", New York American Elsevier.
- Norma ASTM E112
- Prates Filho, M. C. and Davies, G. J., 1978, "Solidificação e Fundição de Metais e suas Ligas", Livros Técnicos e Científicos Editora S.A.
- Shewmon, P. G., 1980, "Transformation in Metals", McGrall Hill Book Company.

### INFLUENCE OF THE MOULD COVER IN GRAIN SIZE OF THE Al-9wt%Si ALLOY

#### Walman Benício de Castro

Departamento de Engenharia Mecânica - Centro de Ciências e Tecnologia - Universidade Federal da Paraíba  
Caixa Postal 10069 - Campina Grande - Paraíba  
E-mail: walman@dem.ufpb.br

**Abstract.** *Aluminum casting have played an integral role in the growth of the aluminum industry since its inception in the late 19th century. A number of factors define the metallurgical structure in aluminum castings. Of primary importance are dendrite cell size or dendrite arm spacing, the form and distribution of microstructural phases, and grain size. A finer grain size promotes improved castings soundness by minimizing shrinkage, hot cracking, and hydrogen porosity. The advantages of effective grain refinement are: Improved feeding characteristics, increased tear resistance, improved mechanical properties, increased pressure tightness, improved response to thermal treatment, and improved appearance following chemical, electrochemical, and mechanical finishing. All aluminum alloys can be made to solidify with a fully equiaxed, fine grain structure through the use of suitable grain-refining addition. The most widely used grain refiners are master alloy of titanium, or of titanium and boron, in aluminum. The objective of the present work was to verify the influence of salts coating in ceramic moulds in microstructure of the Al-9wt%Si alloy, and to compare with other sample cooled in a metallic mold. The salts used for the cover of the ceramic mould were 3 salts (LiF, LiCl+LiF, LiF+CaF<sub>2</sub>+MgF<sub>2</sub>), that can to modify the physical-chemical properties of the mould surface, acting as possible agents nucleantes. The alloy had no addition of the titanium-boron based grain size. The results showed the ceramic mould that used LiF+LiCl as salt coating produced a smaller size of grain, 36 µm, probably for larger interaction physical-chemistry of this salt with the alloy. However, the sample cooled in cooper mold produced grain size of 10 µm.*

**Keywords:** *Inoculation, Al-Si alloy, heterogeneous nucleation, grain-refined.*

# AN ANALYTICAL-NUMERICAL FRAMEWORK FOR THE STUDY OF AGING IN HIGH PERFORMANCE COMPOSITES OF POLYMERIC BASE

**Branca F. de Oliveira**

e-mail: [branca@vortex.ufrgs.br](mailto:branca@vortex.ufrgs.br)

**Guillermo J. Creus**

e-mail: [creus@vortex.ufrgs.br](mailto:creus@vortex.ufrgs.br)

CEMACOM (Center for Applied and Computational Mechanics)  
Department of Civil Engineering, Federal University of Rio Grande do Sul  
Av. Osvaldo Aranha, 99, 3° andar, 90035-190, Porto Alegre, RS, Brasil  
Tel: +55 51 316 3362 Fax: +55 51 316 3999

**Abstract.** *High performance composite materials have many well-known structural advantages. On the other hand, due to its relative recent appearance in the market, questions about durability and aging are still a subject of discussion and much needed research. As a consequence, in the last few years there have been available a growing amount of information on composites aging considering effects as temperature, oxidation, UV radiation, permanent loading etc. Much of this research is performed at the materials level, by materials scientists and it is not directly applicable to the design stage. In this paper, we propose an analytical-numerical framework for the compilation, interpretation and application of experimental data to actual engineering analysis and design. The formulation includes elastic anisotropic relations; aging viscoelastic anisotropic constitutive equations in terms of state variables; age-adjusted failure and degradation criteria; all in a setting of large displacements with small strains. These equations are set in a form adequate for numerical analysis in a Finite Elements context, taking account of thermal and hygrometric effects and using an incremental-iterative solution procedure accounting for strain-softening post-critical effects. As for the numerical procedures, this paper is a sequel of Oliveira and Creus (2000).*

**Keywords:** *composite materials, aging, viscoelasticity, failure, finite elements*

## 1. Introduction

The application of composite materials in high responsibility structures raises the question of durability and aging. In this paper we are interested in composites with polymeric matrix, and concerned with detrimental aging effects, frequently enhanced by applied stress and adverse environmental conditions (temperature, humidity, UV radiation, etc).

The analysis of complex structures in composite materials needs adequate Finite Element procedures taking account of geometrically nonlinear effects, viscoelastic deformations and progressive failure. For the case of nonaging situations, such procedures has been described in earlier papers (Oliveira and Creus, 2000, Oliveira et al., 1999, Oliveira and Creus, 1999, Marques and Creus, 1994).

In order to implement similar procedures taking aging into account, an adequate representation (that we call an analytical and computational framework) of aging effects is needed. To our best knowledge, this framework, with the required generality, is not available.

Degradation due to aging of polymeric components in composite materials occurs in diverse environments and service conditions, and can severely limit reliability. Usually coupling exists among the degrading effects (chemical, thermal, UV radiation) also associated with the acting stresses (White and Turnbull, 1994).

Liao et al. (1998) has presented a fairly complete review on the effects of aging in composites. It is very useful as a resume but in this paper, we observe the lack of an adequate constitutive framework including the effects of aging. As a consequence, many of the experimental results reviewed do not give rise to quantitative information as needed in design. The same is true for most papers on the subject. Similarly, few papers analyze the effect of aging on complex structural problems. A good reference related to structural analysis of aging is Huang et al. (1998) that uses time shifting techniques.

In the case of nonaging linear viscoelasticity the constitutive relation is a convolution integral, that can be handled using Laplace Transforms (Pacheco and Creus, 1997, Christensen, 1971) Thus, the correspondence principle can be applied to elastic solutions. Unfortunately, this technique is not valid in the case of aging viscoelasticity and nonlinear viscoelasticity.

In Section 2 some experimental results concerning aging of polymers and composites are reviewed. We observe that, due to the lack of an adequate constitutive framework many observations have a limited interest for the structural analyst, as they do not provide quantitative information of direct application. Still, those results are used to suggest quantitative representation models.

In Section 3, we review the formulation of aging viscoelasticity in its integral and differential forms. In section 4 the computationally efficient state variable representation is described. In Section 5 the procedure that uses time shifting is discussed.



In Section 6 the formulation used for failure is very shortly reviewed. In Section 7 the proposed computational framework is described, and in Section 8 some preliminary numerical results are shown. In Section 9 some final remarks are included.

## 2. Experimental Backgrounds

The aging of composite materials has basically two forms, one physical and other chemical. The chemical or environmental aging is a result of different agents like humidity, loading conditions, UV radiation, etc, and leads to irreversible alterations on the molecular structure of the material.

Physical aging is a phenomenon that occurs when amorphous materials, especially polymers are cooled below their glass transition temperature ( $T_g$ ). In that condition the material requires a finite time to achieve thermodynamic equilibrium. During this process materials properties change continuously. In essence, the material has an increase in its density and becomes stiffer. The physical aging is thermoreversible, that is, when heated above  $T_g$  for a nominal “rejuvenation” period, the material behaves as if never been physically aged before. However, in most practical conditions, this rejuvenation can not be done.

The present study emphasizes aging and damages that occurs when composite materials are exposed to environmental agents for a long period of time like in civil engineering applications.

The following paragraphs describe some experimental evidences which ones show that, in general, the aging effects are related to an increase of elastic modulus, decrease of failure strain and decrease of creep behavior.

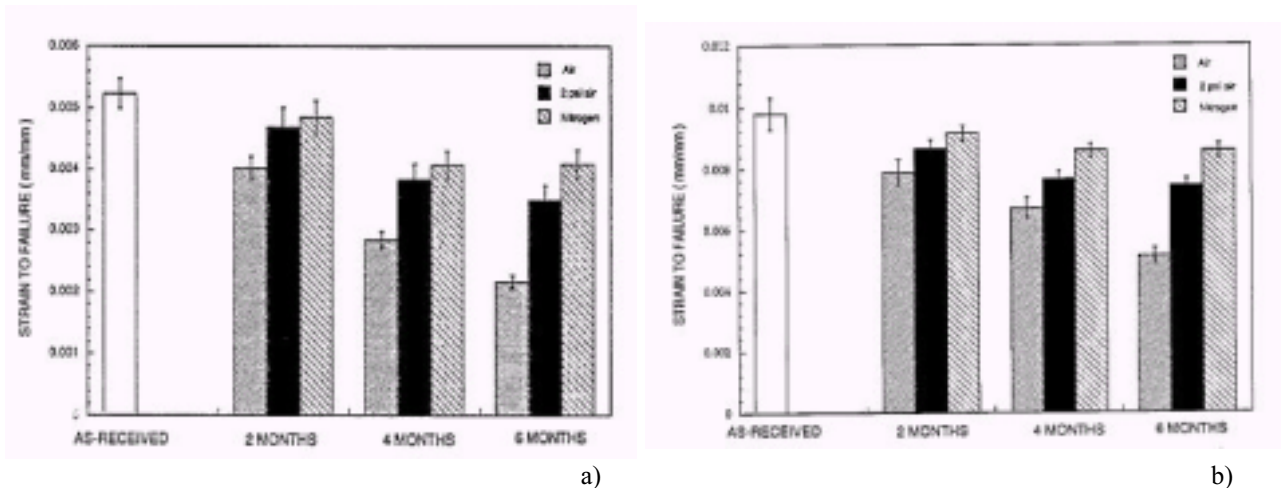


Figure 1. Changes in ultimate strain to failure of 90° IM8/954-2 (a) and IM8/ITX (b) composites as a function of aging time and environment at 150 °C (Source: Parvatareddy et al., 1995)

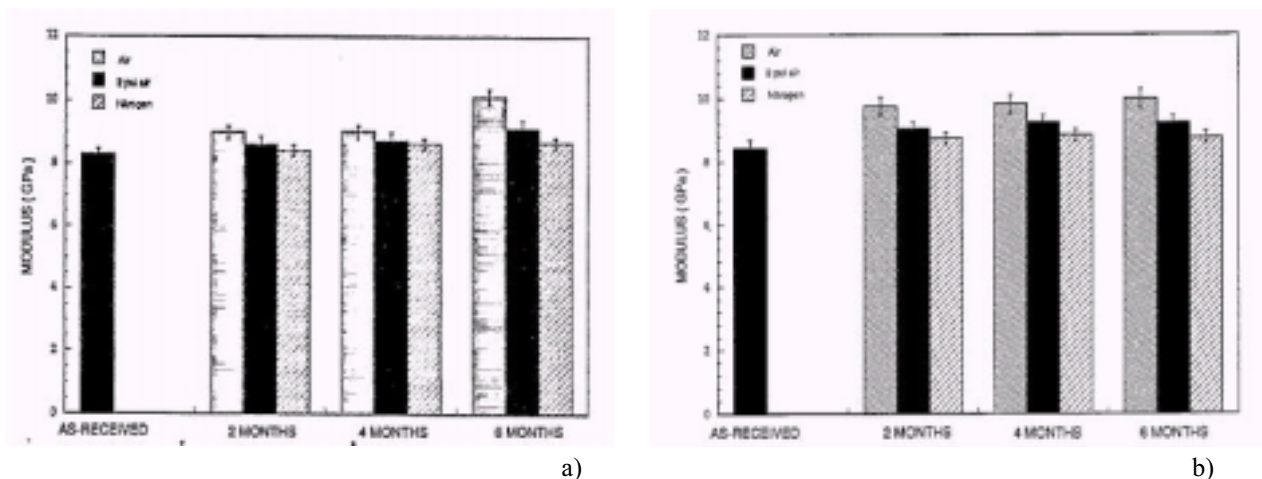


Figure 2. Changes in modulus of 90° IM8/954-2 (a) and IM8/ITX (b) composites as a function of aging time and environment at 150 °C (Source: Parvatareddy et al., 1995)

Parvatareddy et al. (1995) present a experimental study for the variations in the bending strength, modulus, glass transition temperature, ultimate strain to failure and weight loss for 8-ply unidirectional (90 degrees) IM8/954-2 and IM8/ITX composites. The material systems were aged up to 9 months in the three different gas environments: inert nitrogen, a reduced air pressure (13,8 Kpa) and ambient air. The test temperature was 150°C to simulate the operation conditions of future supersonic aircraft structures that are supposed to work under aggressive environments. The

samples showed a 30-40% loss in the bending strength and the results showed a decrease of 40-60% in the ultimate strain to failure after aging. The modulus of both composite systems on the other hand increased by up to 20% after aging for 6 months. Figures 1 and 2 show the ultimate strain to failure and modulus variations as a function of aging time and environment.

The mechanical property reductions were sensitive to the oxygen concentrations in the aging environment. In both systems greatest reduction in the properties occurred in the ambient air environment, while the least reduction occurred in nitrogen.

Daniel et al. (1999) present tests used for measurement of aging effect on the creep behavior of composites. The creep specimen was placed in an environmental chamber and the strain readings from the dummy specimen, representing aging, were subtracted from the total readings from the active specimen to obtain the pure creep strain (Fig. 3).

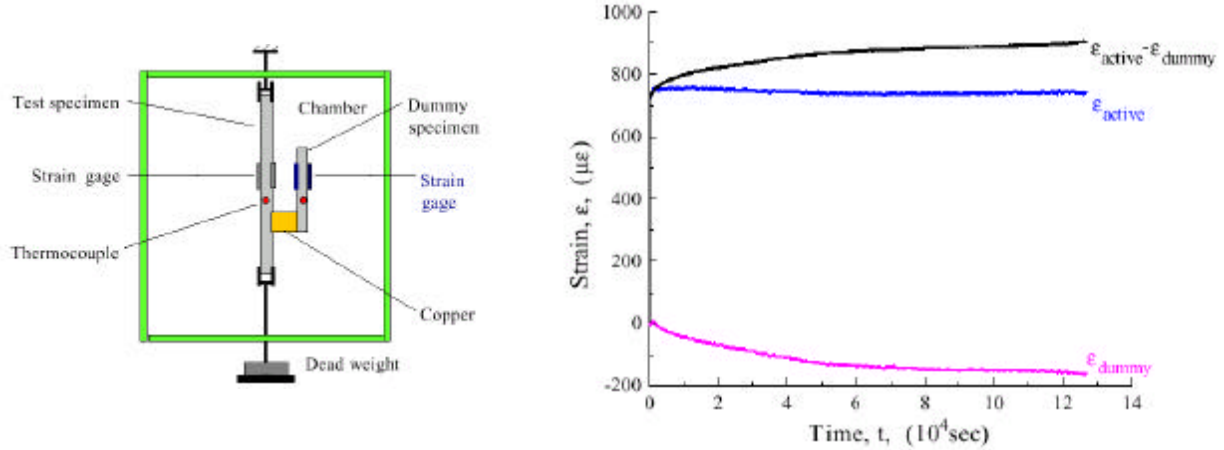


Figure 3. Creep test of 24-ply unidirectional IM7/K3B coupons (Source: Daniel et al., 1999)

Based on the above mentioned results an analytical-numerical framework is proposed. In that sense, some equations to simulate the aging behavior of composites will be suggested.

Considering that the maximum strain to failure decreases, modulus increases and the creep usually decreases with aging time, the following equations could be considered (in the unidimensional setting)

$$X_{\epsilon}(t) = X_{\epsilon_0} e^{-\frac{t}{T_1}} + A \tag{1}$$

$$E(t) = E_0 \left( 1 + \gamma \left( 1 - e^{-\frac{t}{T_2}} \right) \right) \tag{2}$$

$$D(t, \tau) = \phi(t) f(t - \tau) \tag{3}$$

where  $X_{\epsilon}$  is an aged limit strain to failure,  $X_{\epsilon_0}$  is an initial limit strain to failure,  $T_1$ ,  $T_2$  and  $A$  are constants,  $E(t)$  is the aged elastic modulus,  $E_0$  is an initial modulus and  $D(t, \tau)$  is the aged creep function.

### 3. Representation of Linear Aging Viscoelasticity

The most general representation of linear viscoelastic behavior is given by the Riesz theorem (Liusternik and Sobolev, 1961)

$$\epsilon(t) = \int_{\tau_0}^t D(t, \tau) d\sigma(\tau) \tag{4}$$

Integrating (4) by parts, we obtain

$$\epsilon(t) = \frac{\sigma(t)}{E(t)} + \int_{\tau_0}^t d(t, \tau) \sigma(\tau) d\tau \tag{5}$$

where

$$\begin{aligned} d(t, \tau) &= -\frac{\partial}{\partial \tau} D(t, \tau) \\ E(t) &= 1/D(t, t) \end{aligned} \tag{6}$$

The representation above is the basic general integral representation of viscoelasticity that uses the concept of compliance. Others representations exist, among them those based on dynamic modulus. In theory these representations are equivalent, but in practice (due experimental limitations and inaccuracies) they are not, as remarked by Plazek (2000). More work is needed on this subject.

For structural materials under static load and expected service lives measured in decades, the use of compliance based representation seems convenient.

### 3.1. Rheological models

Rheological models are very well known (Christensen, 1971, Creus, 1986). Models with time-dependent (or age-dependent) parameters are useful to represent in simplified form the behavior of aging materials, as concrete or polymers.

#### Elastic model

The stress-strain relation for a spring with variable modulus  $E(t)$  depends on the stress history. This relation has to be written in incremental or rate form given by Eq. (7) as the use of the total form  $\sigma(t) = E(t)\epsilon(t)$  leads to contradiction with physical evidence.

$$\dot{\sigma}(t) = E(t)\dot{\epsilon}(t) \tag{7}$$

Equation (7) takes into account the physical processes involved in real materials (for example, the gradual solidification of cement paste or the gradual break up of polymer chains). From Eq. (7) we obtain the expressions

$$\sigma(t) = \int_{\tau_0}^t E(\tau)\dot{\epsilon}(\tau)d\tau \tag{8}$$

$$\epsilon(t) = \int_{\tau_0}^t \frac{1}{E(\tau)} \dot{\sigma}(\tau)d\tau \tag{9}$$

Notice that aging introduces a kind of nonlinearity apparent in loading-unloading processes. This fact was already observed by Volterra (1959) in relation to cyclic deformations. See also Huet(1993).

#### Aging Kelvin model

For an aging spring and a dashpot in parallel, we have

$$\sigma(t) = \eta(t)\dot{\epsilon}(t) + \int_{\tau_0}^t E(\tau)\dot{\epsilon}(\tau)d\tau \tag{10}$$

and differentiating with relation to  $t$

$$\dot{\sigma}(t) = \dot{\epsilon}(t)[E(t) + \dot{\eta}(t)] + \eta(t)\ddot{\epsilon}(t) \tag{11}$$

With the additional assumptions:  $E(t) + \dot{\eta}(t) = \gamma\eta(t)$  ;  $\gamma = \text{const}$  we obtain the differential equation

$$\ddot{\epsilon} + \gamma\dot{\epsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{\eta(t)} \tag{12}$$

which determines the creep function

$$D(t, \tau) = \frac{1}{\gamma \eta(\tau)} [1 - e^{-\gamma(t-\tau)}] \tag{13}$$

that is of the form  $D(t, \tau) = \phi(\tau)f(t - \tau)$  as Eq. (3).

**Nonlinear models**

A simple nonlinear model may be obtained using the topological structure of the Kelvin model together with nonlinear springs. For the spring we assume the stress-strain relation

$$\sigma = E \epsilon(1 - \beta \epsilon) \quad ; \quad 0 \leq \epsilon \leq 1/\beta \tag{14}$$

where  $\beta$  is a constant characterizing nonlinear behavior. This equation defines a maximum stress  $\sigma^{\max} = E/4\beta$  and their corresponding deformation  $1/2\beta$ . Increasing deformations from  $1/2\beta$  to  $1/\beta$  are possible for decreasing stresses. Deformations larger than  $1/\beta$  are not considered. Relation (14) is a simplified model of stress-strain curves of real materials with damage.

The nonlinear Kelvin model or Helman model (Helman and Creus, 1975) with the nonlinear spring has the differential equation

$$\dot{\epsilon} - \frac{\beta E}{\eta} \epsilon^2 + \frac{E}{\eta} \epsilon = \frac{\sigma}{\eta} \tag{15}$$

which is a Ricatti first order nonlinear differential equation.

This model have a computationally more adequate form when set in the state variable representation.

**4. Representation by Means of State Variables.**

The term state variable is used here in the general sense first proposed by Onat (1966).

**4.1. Aging Kelving model**

As indicated in Section 3, aging materials must be represented in incremental form. Thus, differentiating Eq. (4) in relation to  $t$  we obtain

$$\dot{\epsilon}(t) = \int_{\tau_0}^t \dot{D}(t, \tau) \dot{\sigma}(\tau) d\tau + \frac{\dot{\sigma}(t)}{E(t)} \tag{16}$$

Substituting (13) we have

$$\dot{\epsilon}(t) = \int_{\tau_0}^t \frac{\dot{\sigma}(\tau)}{\eta(\tau)} e^{-(t-\tau)/\theta} d\tau \tag{17}$$

From Eq. (17) exponential series to approximate the derivatives of the creep compliance function could be defined in the following form

$$\dot{D}(t, \tau) = \sum_{i=1}^n \frac{1}{\eta_i(\tau)} e^{-(t-\tau)/\theta_i} \tag{18}$$

In that way  $\dot{D}(t, \tau)$  corresponds to  $n$  Kelvin models in series whit time-dependent parameters.

Defining state variables for the derivatives of the total strains we have

$$q_i(t) = \int_{\tau_0}^t \frac{\dot{\sigma}(\tau)}{\eta_i(\tau)} e^{-(t-\tau)/\theta_i} d\tau \tag{19}$$

and the Eq. (16) may be written in the following form

$$\dot{\epsilon}(t) = \frac{\dot{\sigma}(t)}{E(t)} + \sum_{i=1}^n q_i(t) \tag{20}$$

where the first member correspond to the instantaneous component and the second, to the deferred component.

The integration of (19) in time can be made in several ways. The recursive formula below haven been found convenient

$$q_i(t + \Delta t) = e^{-\Delta t/\theta_i} q_i(t) + \frac{\dot{\sigma}(t)}{E_j^*(t)} (1 - e^{-\Delta t/\theta_i}) + \frac{\Delta \left( \frac{\dot{\sigma}(t)}{E_j^*(t)} \right)}{\Delta t} (\Delta t - \theta_i (1 - e^{-\Delta t/\theta_i})) \tag{21}$$

where  $\overline{\Delta t}$  is the time interval in the preceding step.

#### 4.2. Nonlinear Models

In the case of nonlinear models in series, the constitutive relation in terms of state variables can be expressed as

$$\dot{q} = -\frac{q(1 + \beta q)}{\theta} + \frac{\sigma}{\eta} \tag{22}$$

An alternative form is the one with damage theory as in Masuero (1995).

#### 5. Time Shifting Techniques

Some authors (see for instance Gates et al., 1997) represent the aging effect using a horizontal time-shift. The procedure is similar to that used to represent temperature effects (Christensen, 1971). The basic argument follows.

At base age  $\tau_0$  we have  $D(t)$ . At age  $\tau$  we have  $\hat{D}(t, \tau)$ . Thus  $\hat{D}(t, \tau_0) = D(t)$ . Using the following change of variables

$$D(t) = L(\log t) \tag{23}$$

it is possible to write for  $\chi(\tau_0) = 1$ ,  $\frac{\partial \chi}{\partial \tau} > 0$

$$\hat{D}(t, \tau) = L[\log t + \log \chi(\tau)] = L[\log t \chi(\tau)] = L(\log \xi) = D(\xi) \quad \text{where } \xi = \chi t \tag{24}$$

Thus we have reduced the aging constitutive equation to a nonaging one, by introducing a reduced time  $\xi$ . The relation between real and reduced time has to be obtained experimentally from creep or relaxation tests. Semiempirical expressions as the WLF equation, that gives  $\chi$  can also be used (Ferry, 1970). It is important to observe that this shifting of the mechanical properties data parallel to the time axis does not modify initial or final values, but just the values for intermediate times. Thus, it fails to represent aging adequately, except for some short time interval. Problems with thermoreological equivalence, that fundament shifting technique in thermal problems, have been critically discussed by Plazek (1996).

#### 6. Failure and Damage Criteria

##### 6.1. Failure Analysis

To implement a progressive failure analysis we need criteria that consider the different failure modes. For the nonaging case those criteria are described in Oliveira and Creus (2000).

In order to realize the above-mentioned analysis we use a degradation model (Oliveira and Creus, 2000) for the layers in the cumulative failure stages, that introduces some material stiffness reductions after the detection of the first ply failure. The analysis ends with the failure of the last ply. The real degradation process is very complex and still not well understood.

## 6.2. Maximum Strain Criterion

For the analysis of viscoelastic failure, the Maximum Strain Criterion is best suited (Oliveira and Creus, 2000).

In this criterion failure takes place when one of the following conditions, referred to the principal directions of the laminate (directions 1, 2, 3), are satisfied.

Extension

$$\left(\frac{\epsilon_{11}}{X_{et}(t)}\right)^2 = 1 \quad \left(\frac{\epsilon_{22}}{Y_{et}(t)}\right)^2 = 1 \quad (25)$$

Shortening

$$\left(\frac{\epsilon_{11}}{X_{ec}(t)}\right)^2 = 1 \quad \left(\frac{\epsilon_{22}}{Y_{ec}(t)}\right)^2 = 1 \quad (26)$$

Distortion

$$\left(\frac{\epsilon_{12}}{S_{eA}(t)}\right)^2 = 1 \quad \left(\frac{\epsilon_{13}}{S_{eA}(t)}\right)^2 = 1 \quad \left(\frac{\epsilon_{23}}{S_{eT}(t)}\right)^2 = 1 \quad (27)$$

being  $X_{et}$  the extension limit strain in the direction 1,  $X_{ec}$  the shortening limit strain in the direction 1,  $Y_{et}$  the extension limit strain in the direction 2,  $Y_{ec}$  the shortening limit strain in the direction 2,  $S_{eA}$  the distortion limit strain in the plans 1-2 e 1-3 and  $S_{eT}$  the distortion limit strain in the plan 2-3. These limit strains have the form of Eq. (1).

## 7. Computational Framework Proposed

### 7.1. Finite Element Formulation

We follow the general procedure described by Bathe (1996), but including the effects of viscoelastic and hygrothermal deformations. As seen in Marques (1994) this leads to an incremental relation of the form

$$\left[{}^k_0 K_L\right] + \left[{}^k_0 K_{NL}\right] \{U\} = \{^{k+1}P\} - \{^k_0 F\} + \{^0_0 F^v\} + \{^0_0 F^T\} + \{^0_0 F^H\} \quad (28)$$

where  $\left[{}^k_0 K_L\right]$  and  $\left[{}^k_0 K_{NL}\right]$  are the linear and non linear tangent stiffness matrices, respectively, corresponding to step  $k$ ,  $\{^{k+1}P\}$  is the vector of external nodal forces at step  $k+1$ ,  $\{^k_0 F\}$  is the vector of nodal point forces equivalent to the element stresses at the step  $k$  and, finally,  $\{^0_0 F^v\}$ ,  $\{^0_0 F^T\}$  and  $\{^0_0 F^H\}$  are the vectors of viscoelastic, thermal and hygroscopic loads, respectively.

The numerical solution of the problem is implemented through an incremental-iterative procedure. For the solution of the non-linear equilibrium equations, we can use the Newton-Raphson Method or the Generalized Displacement Control Method proposed by Yang e Shieh (1990) (see also Kuo and Yang, 1995).

In the Generalized Displacement Control Method the increment is fixed by the algorithm. The load factors for the iterations corresponding to a step  $k$  are

$$DL_k^i = \pm DL_1^i \frac{\langle U_1 \rangle_1^i \{U_1\}_1^i}{\langle U_1 \rangle_{k-1}^i \{U_1\}_k^i} \quad \text{for } i=1 \quad (29)$$

and

$$DL_k^i = - \frac{\langle U_1 \rangle_{k-1}^i \{U_2\}_k^i}{\langle U_1 \rangle_{k-1}^i \{U_1\}_k^i} \quad \text{for } i \neq 2 \quad (30)$$

where  $DL_1^i$  is the initial load factor that have to be chosen and  $\langle \rangle$  indicates line vector.

The generalized displacement control method is specially indicated for post critical analyses with softening.

For the determination of the viscoelastic loads in Eq. (28) we must integrate the state variables in time. Adequate algorithms can be seen in (Creus, 1986), (Masuero and Creus, 1993) and (Marques and Creus, 1994).

### 7.2. Linear Viscoelasticity

Use of Kelvin chains of the form shown in Section 3 with the real time (age) combined with other effects (temperature, humidity, UV radiation) to determine a new state variable termed equivalent age  $\hat{t}$  given by

$$\dot{\hat{t}} = -\frac{\hat{t}}{A} + C_{\theta}\dot{\theta} + C_h\dot{h} + C_r\dot{r} \quad (31)$$

where  $C_{\theta}$ ,  $C_h$  and  $C_r$  are constants that have to be determined experimentally,  $\dot{\theta}$  is the rate of temperature  $\dot{h}$ , is the rate of humidity absorption and  $\dot{r}$  is the rate of UV radiation.

The extension to 3-D situations and anisotropy for the case of composite materials is performed in the same fashion as indicated in Oliveira and Creus (2000).

### 7.3. Nonlinear viscoelasticity

Use of the Helman model or a damage mechanics approach together with the viscoelastic formulation (Lemaitre and Chaboche, 1988 and Masuero and Creus, 1993).

### 7.4. Failure And Degradation Criteria

To take account of aging temperature, humidity, UV radiation and age can be taken into consideration. The formulation presented in Section 6 could be rewritten introducing the equivalent age  $\hat{t}$  in Eqs. (25), (26) and (27).

## 8. Examples

### 8.1. Time shifting considering a Kelvin element

For the Kelvin element we have

$$D(t) = \frac{1}{E} (1 - e^{-t/\theta}) \quad (32)$$

Then

$$\hat{D}(t, \tau) = D(\xi) = \frac{1}{E} (1 - e^{-\xi/\theta}) = \frac{1}{E} (1 - e^{-t/\hat{\theta}}); \hat{\theta} = \frac{\theta}{\chi} \quad (33)$$

Retardation (or relaxation ) moduli are affected, but the initial and final deformations are not changed in the time shifting approach. This can be misleading when we are interested in long periods of time (asymptotic behavior).

### 8.2. Comparison of aging and nonaging viscoelastic behavior.

A constant compression stress  $10\text{kgf/cm}^2$  is applied at the age of 28 days and removed at 128 days. A rheological model with a spring of modulus  $E=E(\tau)$  in series with a Kelvin model with the properties  $1/\phi(\tau)$  for the spring and  $1/(\phi(\tau)\gamma)$  for the dashpot is used in the analysis. This model is characterized by the following function

$$D(t, \tau) = \frac{1}{E(\tau)} + \phi(\tau) (1 - e^{-\gamma(t-\tau)}) \quad (34)$$

where

$$\begin{aligned} E(\tau) &= 2.10^5 (1 - e^{-\gamma(t-\tau)}) [\text{kgf/cm}^2] \\ \phi(\tau) &= 9.10^{-4} + 4,82.10^{-5} / \tau [\text{cm}^2/\text{kgf}] \\ \gamma &= 0,026 \text{dias}^{-1} \end{aligned} \quad (35)$$

The absolute values of strains obtained are shown in Fig.4.

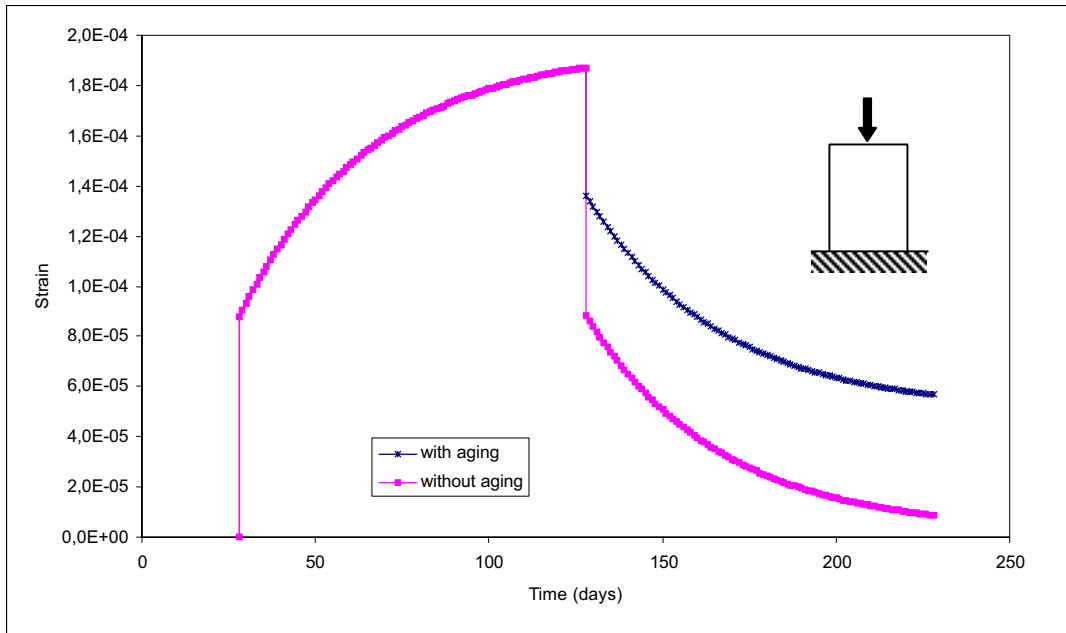


Figure 4 – Uniaxial compression test using Arutyunyan model

**8.3. Comparison of aging and nonaging failure behavior.**

This example considers a laminated plate of side 50 cm, subjected to a biaxial tension. The plate is made of boron-epoxy having the following properties:  $E_{11}=204$  GPa;  $E_{22}=19$  GPa;  $G_{12}=G_{13}=G_{23}=5.6$  GPa;  $\nu_{12}=0.25$ .

The plate is 0.5 cm thick and, due to symmetry considerations, only a quarter was analyzed (Fig. 5). Maximum Strain Criterion (MSC) was used in the analysis. The First Ply Failure (FPF) and the Last Ply Failure (LPF) curves for a  $(0/\pm 45/90)_s$  laminate are shown in Fig 5. Aging and non-aging analysis are considered.

The limit strains data are:  $X_{et}=6.1765 \times 10^{-3}$ ;  $X_{ec}=1.2255 \times 10^{-2}$ ;  $Y_{et}=3.2105 \times 10^{-3}$ ;  $Y_{ec}=1.0632 \times 10^{-2}$ ;  $S_{eA}=1.3571 \times 10^{-2}$ ;  $S_{eT}=1.3571 \times 10^{-2}$ . The aged limit strains data are:  $X_{et}=6.1765 \times 10^{-3}$ ;  $X_{ec}=1.2255 \times 10^{-2}$ ;  $Y_{et}=1.6053 \times 10^{-3}$ ;  $Y_{ec}=5.3160 \times 10^{-3}$ ;  $S_{eA}=6.7855 \times 10^{-3}$ ;  $S_{eT}=6.7855 \times 10^{-3}$

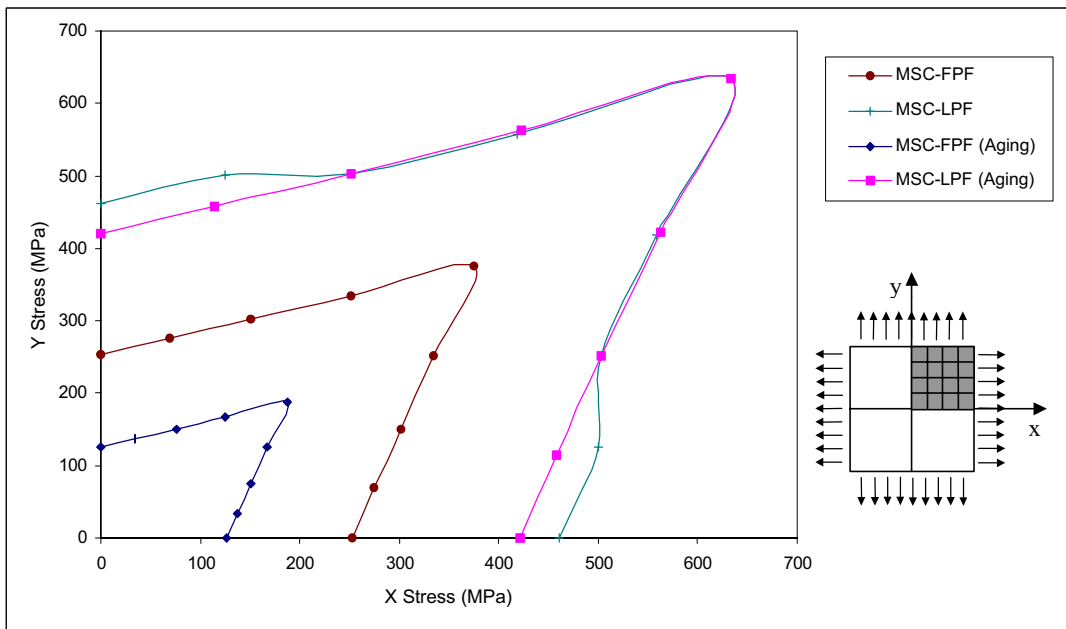


Figure 5 - Plate dimensions, load configuration and symmetry consideration

It could be observed that only the limit strains related to the matrix performance have been degraded by aging. This is seen in practical situations, because usually matrix properties degrade more than fiber properties.

It is observed that the LPF is quite similar for the aging and nonaging analysis, because the last ply failure occurs in the fiber direction and the fiber properties remains the same after aging in this example. The FPF occurs at half stress



level in the aged case. This is explained by the fact that the FPF is a matrix failure mode and, in that sense, it is affected by the matrix properties reduction.

## 9. Final Remarks

A framework for the analysis of aging in structural composites is proposed. It is expected that this framework may allow a better integration of the activities of workers in experimental testing, constitutive modeling and structural design.

## 10. References

- Bathe, K. J., 1996, "Finite Element Procedures", Prentice-Hall, Englewood Cliffs.
- Christensen, R.M., 1971, "Theory of Viscoelasticity. An introduction", Academic Press, New York.
- Creus G.J., 1986, "Viscoelasticity - Basic Theory and Applications to Concrete Structures", Springer-Verlag, Heidelberg.
- Daniel, M.I., Luo, J.J. and Sun, Z., 1999, "Physical Aging and Creep Characterization of a carbon/Polyimide Composite", Proceedings of the 12th International Conference on Composite Materials, Paris, France.
- Ferry, J.D., 1970, "Viscoelastic properties of Polymers", Wiley, New York.
- Gates, T.S., Veazie, D.R. and Brinson, L.C., 1997, "Creep and Physical Aging in a Polymeric Composite: Comparison of Tension and Compression", Journal of Composite Materials, Vol.31, No.24, pp.2478-2505.
- Helman, H., Creus, G.J., 1975, "A Nonlinear Rheological Model Describing Time Dependent Deformations and Failure" International Journal of Nonlinear Mechanics, Vol.10, No.3, p.159 - 167.
- Huang, N.N., Chen, h. and Lee, C.F., 1998, "The Effect of Physical Aging on the Viscoelastic Response of Cross-Ply Laminates to In-Plane Compression", Journal of the Chinese Institute of Engineers, Vol.21, No.2, pp.159-170.
- Huet, C., 1993, "Some Basic Tools and Pending Problems in the Development of Constitutive Equations for the Delayed Behaviour of Concrete", Proceedings of the 5th International RILEM Symposium on Creep and Shrinkage of Concrete, Barcelona, Spain, pp.189-200.
- Kuo, S.R. and Yang, Y.B., 1995, "Tracing Postbuckling Paths of Structures Containing Multi-loops", International Journal for Numerical Methods in Engineering, Vol.38, pp.4053-4075.
- Lemaitre, J. and Chaboche, J.L., 1988, "Mecanique des materiaux solides", Dunod, Paris, 544p.
- Liao, K., Schultheisz, C.R., Hunston, D.L. and Brinson, L.C., 1998, "Long-term durability of fiber-reinforced polymer-matrix composite materials for infrastructure applications: A review", Journal of Advanced Materials, Vol.30, No.4, pp.3-40.
- Liusternik, L.A. and Sobolev, V.J., 1961, "Elements of Funcional Analysis", Frederick Ungar, New York.
- Masuro, J.R. and Creus, G.J., 1993, "Finite-Elements Analysis of Viscoelastic Fracture", International Journal of Fracture, Vol.60, No.3, pp.267-282.
- Masuro, J.R. and Creus, G.J., 1995, "Crack-Growth Initiation in Concrete-Like Materials in the Presence of Creep", Nuclear Engineering and Design, Vol.156, No.1-2, pp.209-218.
- Marques, S.P.C. and Creus, G.J., 1994, "Geometrically Nonlinear Finite Elements Analysis of Viscoelastic Composite Materials under Mechanical and Higrothermal Loads. Computers and Structures", Vol.53, No.2, pp.449-456.
- Oliveira, B.F. and Creus, G.J., 2000, "Viscoelastic Failure Analysis of Composite Plates and Shells", Composite Structures, Vol.49, pp.369-384.
- Oliveira, B.F., Creus, G.J. and Masuro, J.R., 1999, "Failure of Composite Structures in the Presence of Creep", Proceedings of the 15th Brazilian Congress of Mechanical Engineering, Águas de Lindóia, Brazil.
- Oliveira, B.F. and Creus, G.J., 1999, "Viscoelastic Failure Analysis of Composites", Proceedings of the 6th Annual International Conference on Composite Engineering, Orlando, USA, pp.141-142.
- Onat, E.T., 1966, "Description of Mechanical Behavior of Inelastic Solids", Proceedings of the 5th US National Congress of Applied Machanics, pp.421-434.
- Pacheco, A.R. and Creus, G.J., 1997, "Viscoelastic Analysis of Laminated Structures Using Numerical Inversion of Laplace Transform (in Portuguese)" Revista Internacional de Métodos Numéricos para Cálculo y Diseño en Ingenieria, Vol.13, No.4, pp.1-12.
- Parvatareddy, H., Wang, J.Z., Dillard, D.A and Ward T.C., 1995, "Environmental Aging of High-Performance Polymeric Composites: Effects on Durability", *Composites Science and Technology*, Vol. 53, pp.399-409.
- Plazek, D.J., 1996, "1995 Bingham Medal Address: Oh, thermorheological simplicity, wherefore art thou?", Journal of Rheology, Vol.40, No.6, pp.987-1014.
- Plazek, D.J., 2000, "Don't cry for me Charlie Brown, or with compliance comes comprehension", Journal of Rheology, Vol.44, No.4, pp.831-841.
- Volterra, V., 1959, "Theory of Functionals and of Integral and Integro-differential Equations", Dover, New York.
- White, J.R. and Turnbull, A., 1994, "Weathering of Polymers - Mechanisms of Degradation and Stabilization, Testing Strategies and Modeling", Journal of Materials Science, Vol.29, No.3, pp.584-613.
- Yang, Y.B. and Shieh, M.S., 1990, "Solution Method for Nonlinear Problems with Multiple Critical Points", AIAA Journal, Vol.28, No.12, pp.2110-2116.

## ESTUDO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO NA LIGA FE-2%NI, FE-5%NI E FE-10%NI EM DIFERENTES ELETRÓLITOS

Ana Vlândia C. Sobral

Universidade Federal do Ceará (UFC) - Departamento de Engenharia Mecânica e Produção  
Campus do Pici, bloco 714 - Centro de Tecnologia, CEP: 60455-760 Fortaleza – Ceará  
Tel.: (0xx85) 288 -9632 Ramal 202 , Fax.: (0xx85) 288 -9636  
e-mail: avlândia@secrel.com.br

**Resumo:** A influência do elemento níquel na resistência à corrosão foi estudado no presente trabalho. A liga binária de Fe-2%Ni, Fe-5%Ni e Fe-10%Ni foram fabricadas através do processo de metalurgia do pó. O objetivo é estudar o comportamento da corrosão dessas ligas frente à corrosão. Os pós foram misturados durante 1,5h em um misturados do tipo Y, com 0,8% de estearato de zinco como lubrificante. Os corpos de prova foram compactados a uma pressão de 600 Mpa, a frio, numa matriz de dupla ação e sinterizados a uma temperatura de 1250°C, em forno tubular dentro de um tubo de alumina, durante 2 horas em atmosfera de hidrogênio ultrapuro. Os ensaios eletroquímicos foram realizados em um Potenciosta/Galvanostato 273A e os ensaios realizados foram  $E_{corr}$  vs. tempo e potenciodinâmico em soluções de HNO<sub>3</sub> 0.5M, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5M e NaCl 3%. Foram utilizados duas hastes de grafite como eletrodo auxiliar e como eletrodo de referência o eletrodo de calomelano saturado (ECS). Análises microestruturais foram realizadas através da microscopia ótica e eletrônica de varredura. Nos ensaios potenciodinâmicos a velocidade de varredura utilizada foi de 0.8mV/s e as ligas em solução de NaCl 3% apresentaram uma dissolução completa e a forma da corrosão foi uniforme, ocorrendo um ataque em toda a superfície da amostra. Nas soluções de ácido sulfúrico e ácido nítrico foram observadas uma completa passivação das ligas.

**Palavras chaves:** Eletroquímica, Corrosão, Sinterização

### 1.Introdução

A metalurgia do pó vem sendo empregado amplamente na indústria pelas vantagens do método, entre os quais podemos citar: utilização da matéria prima mais eficiente que a maioria dos outros processos, obtenção de produtos e componentes acabados com uma precisão dimensional superior conseguidas por outras técnicas e um menor custo devido principalmente a economia de matéria prima e energia.

A proteção contra a corrosão se baseia na aplicação ou formação espontânea de uma película condutora ou não condutora sobre a superfície metálica. O estudo da corrosão em componentes mecânicos sinterizados é de grande importância, dentro ao grande emprego desses aços na indústria metalúrgica, química, petrolífera e naval. Além disso a corrosão sendo um dos fatores limitantes da aplicação tecnológica de materiais metálicos merece uma total atenção com o objetivo de minimizar seus custos pois estas causam danos irreparáveis, como por exemplo as paralisações de unidades, perda de eficiência e funcionamento de equipamento (Mittelstadt,1993; Edenhofer,1974). Para isso é de total importância testar a performance dos aços sinterizados ao ataque corrosivo (Sobral, 1996). A corrosão dos aços sinterizados é fortemente influenciada pela porosidade inerente a esses (Bocchini, 1990). Os poros expostos permitem a entrada de eletrólitos no substrato e conseqüentemente induzem a formação de eficientes células galvânicas (Sobral, 1996). O mesmo problema encontrado nas ligas convencionais também está conectado com a porosidade inerente a estes tipos de aço mostrado por Borges et all (1994). Diversos fatores tais como o efeito da porosidade, a atmosfera de sinterização e a falta de homogeneidade nas partículas de pó são predominantes na taxa de corrosão. O aumento da porosidade na superfície, quando exposto ao ambiente corrosivo pode conduzir a corrosão por crêvice com a formação de células de concentração nos poros causando a variação do potencial químico e alterando a resistência à corrosão dentro do sinterizado descrito por Sobral et all (1996).

No presente trabalho foram produzidas ligas sinterizadas na forma binária Fe-2%Ni, Fe-5%Ni e Fe-10%Ni com o objetivo de se estudar as diferentes concentrações. A presença de elementos de liga no material é de fundamental importância, pois estes são fatores determinantes na microestrutura do sinterizado. O Ni é um dos elementos de liga mais usado na metalurgia do pó (M/P) ferrosa. Este elemento não impõe muita exigência quanto a pureza da atmosfera de sinterização, pois seu óxido é facilmente redutível. O Ni melhora as propriedades mecânicas, aumentando a resistência sem variar muito a ductilidade (Nakamura, 1983).

As análises da composição química das ligas Fe-2%Ni, Fe5%Ni e Fe-10%Ni foram realizados pela técnica de ativação com neutróns. Os ensaios eletroquímicos utilizados tem por objetivo polarizar o corpo de prova imerso em soluções eletrolíticas os quais aceleram o processo de corrosão. Os ensaios eletroquímicos utilizados foram os seguintes:  $E_{corr}$  vs. tempo e potenciostáticos. Para a caracterização da microestrutura foi utilizado a microscopia ótica. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada após os ensaios eletroquímicos para estudar a morfologia da liga após o ataque corrosivo.

## 2. Procedimento Experimental

### 2.1. Soluções e Reagentes

Todos os reagentes e solventes empregados foram de grau analítico. Para os testes de polarização potenciostática foram utilizados cloreto de sódio 3% (Grupo Química), ácido sulfúrico 0.5M (Quimex), ácido nítrico 0.5M ( Ecibra ).

### 2.2. Processo de Fabricação

Para as ligas Fe-2%Ni, Fe-5% Ni e Fe-10%Ni sinterizadas, os pós foram misturados durante 1,5h em um misturador do tipo Y, com 0,8% de estearato de zinco como lubrificante. Os corpos de prova foram compactados a uma pressão de 600 Mpa, a frio, numa matriz de dupla ação e sinterizados a uma temperatura de 1250°C, em forno tubular dentro de um tubo de alumina, durante 2 horas em atmosfera de hidrogênio ultrapuro Tab. (1). A Tabela (1) também apresenta a densidade de cada liga.

Tabela 1. Parâmetros de sinterização e densidades

Ligas	Tempo (h)	Temperatura (°C)	Atmosfera	Densidades (g/cm <sup>3</sup> )
Fe-2%Ni	2,0	1200	H <sub>2</sub>	7.49
Fe-5% Ni	2.0	1200	H <sub>2</sub>	7.50
Fe-10%Ni	2,0	1200	H <sub>2</sub>	7.52

### 2.3. Composição química

As análises da composição química das ligas Fe-2%Ni, Fe5%Ni e Fe-10%Ni foram realizados pela técnica de ativação com neutrons no IPEN/São Paulo/Brasil Tab.(2). Cerca de 30 mg de cada amostra pesados em invólucros de plástico foram irradiados no reator IEA-R1m juntamente com os padrões dos elementos a serem analisados. Os padrões dos elementos foram preparados pela secagem de volumes conhecidos das soluções padrões sobre tiras de papel de filtro Whatman no. 40. As irradiações foram realizadas por um período de uma hora sob fluxo de nêutrons térmicos de  $10^{12}$  n cm<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>. As medidas das taxas de contagens foram realizadas no detector de Ge hiperpuro após 3 e 10 dias de tempos de decaimento. Os espectros gama foram processados utilizando se o programa de computação VISPECT2 desenvolvido na Divisão. A identificação dos radioisótopos foi feita pela energia dos raios gama e meia vida e as concentrações dos elementos foram calculadas pelo método comparativo.

Tabela 2. Composição química das ligas sinterizadas Fe-2%Ni, Fe-5% Ni e Fe-10%Ni

Elemento/ligas	Fe-2%Ni	Fe-5%Ni	Fe- 10%Ni
Fe, %	90,6 ± 1,5	88,5 ± 1,5	82,9 ± 1,4
Ni, %	2,0 ± 0,1	4,9 ± 0,2	9,0 ± 0,4
As, µg g <sup>-1</sup>	21,5 ± 0,1	21,8 ± 0,1	20,1 ± 0,1
Co, µg g <sup>-1</sup>	37,7 ± 0,3	35,7 ± 0,9	32,3 ± 0,3
Cu, µg g <sup>-1</sup>	860 ± 30	852 ± 35	771 ± 31
Mo, µg g <sup>-1</sup>	79 ± 2	85 ± 2	83 ± 2

### 2.4. Superfície de tratamento

Após a sinterização das ligas Fe-Ni, as superfícies das amostras foram preparadas com lixas de granulometria, variando entre 220 (grossa) e 600 (fina), em refrigeração constante. Em seguida foi realizado um polimento com alumina de  $\phi = 0,3\mu\text{m}$  e diamante de  $\phi = 0,25\mu\text{m}$ , até a obtenção de uma face totalmente espelhada. Foram, então, lavadas em água, álcool, secadas adequadamente e guardadas em dessecador.

## 2.5. Técnicas Eletroquímicas

Os ensaios eletroquímicos foram realizados em um Potenciostato/ Galvanostato da EG&GPAR (Princeton Applied Research), modelos 273A e 283, acoplado a um microcomputador via interface GPIB (General Purpose Interface Board). Foi utilizado uma célula eletroquímica composta por um eletrodo de trabalho (ligas Fe-Ni), eletrodo de referência o calomelano saturado (ECS) e contra eletrodo duas hastes de grafite. Cada ensaio foi efetuado em cinco amostras nas mesmas condições, obtendo-se um resultado médio. As curvas de polarização foram conduzidas a  $-0.25\text{ V vs. Ecorr}$  (Potencial de circuito aberto) to  $+1.8\text{ V}$  at  $0.8\text{ mV/s}$ .

## 2.6. Caracterização Morfológica e Análise Elementar (EDX)

A análise microestrutural das ligas foram realizadas através da microscopia ótica utilizando, o modelo Carls Zeiss GmbH. A morfologia das ligas após os ensaios de corrosão eletroquímico foram realizadas empregando a microscopia eletrônica de varredura (MEV), modelo Philips XL-30 e análise de energia dispersiva de raio-X (EDX).

## 3. Resultados e Discussão

### 3.1. Microestrutura das ligas Fe-2%Ni, Fe-5%Ni e Fe-10%Ni

A microestrutura das ligas Fe-2%Ni, Fe-5%Ni e Fe-10%Ni foram realizadas através por microscopia ótica. Para a liga Fe-2%Ni Fig. (1) a microestrutura apresenta-se basicamente com ferrita (grãos branco) e perlita (grãos escuros). Muitas ligações foram formadas entre as partículas durante a sinterização, mas essas partículas de grãos permanecem numerosas. Os poros (vazios) apresentam-se na forma angular e a porosidade nessa liga foi elevada. Nos poros podem ocorrer inclusões de óxido (Borges, 1994; Sobral, 1995, 1996, 2000; Van Vlack, 1988; Callister, 1994, Pickering, 1969).

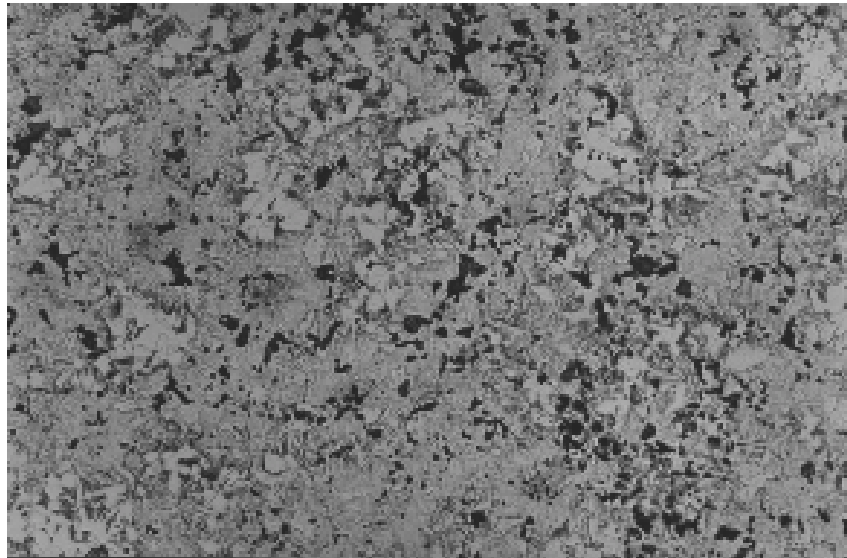


Figura 1. Imagem obtida por Microscopia Ótica da liga sinterizada Fe-2%Ni. Ataque: nital 2%. Aumento: 100x.

Para a liga Fe-5%Ni na Fig. (2) a porosidade foi baixa em relação a liga Fe-2%Ni mostrada na Fig. (1). A liga Fe-5%Ni apresentou-se com uma microestrutura basicamente ferrítica (grãos branco) e presença de pouca perlita (grãos escuros). A quantidade de níquel influencia diretamente na microestrutura do material pois a mesma diminui a porosidade (Sobral, 2000).

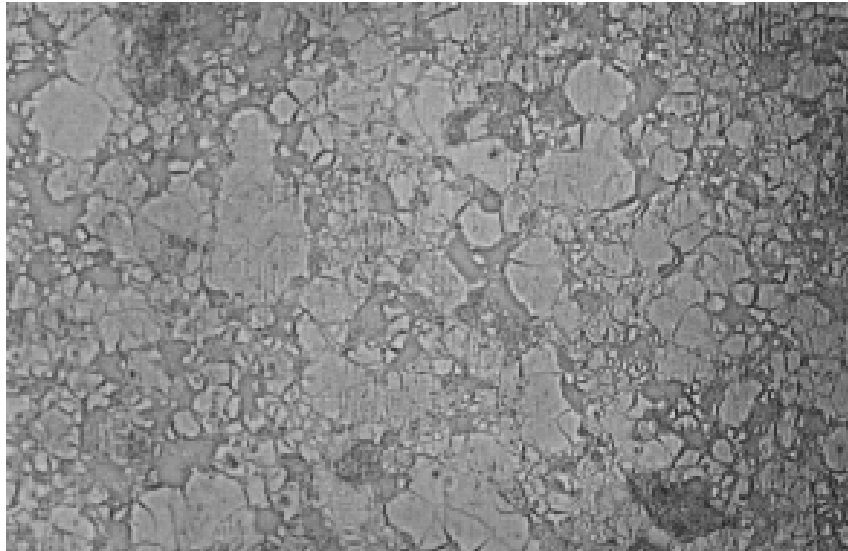


Figura 2. Imagem obtida por Microscopia Ótica da liga sinterizada Fe-5%Ni. Ataque: nital 2%. Aumento:100x.

Na liga Fe-10%Ni na Fig. (3) esta apresentou-se com uma porosidade baixa e estrutura consiste essencialmente de grãos de ferrita e pode-se observar que ocorreu um crescimento de grãos, pois esta apresenta-se com grãos maiores e menores.

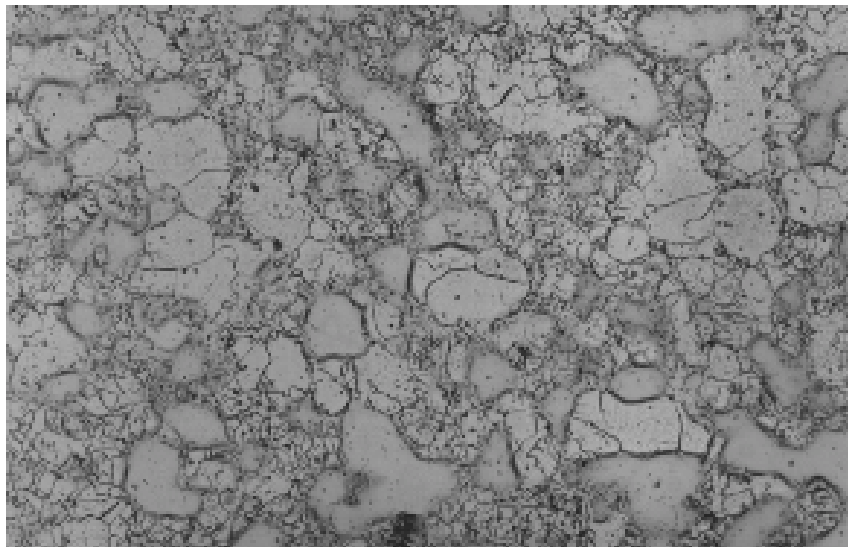


Figura 3. Imagem obtida por Microscopia Ótica da liga sinterizada Fe-10%Ni. Ataque: nital 2%. Aumento:100x

### 3.2. Potencial de Circuito Aberto (OCP) vs. Tempo

Os ensaios de potencial de circuito aberto (OCP) vs. tempo foram realizados durante 1 hora para permitir a estabilização do corpo de prova frente a solução eletrolítica. As soluções utilizadas foram: NaCl 3%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5M e HNO<sub>3</sub> 0.5M. Nos eletrólitos estudados os ensaios de E<sub>corr</sub> vs. tempo mostram um procedimento similar ao aço inoxidável 316L em NaCl 3%, pois este que sofre uma passivação superficial e mudança para regiões mais nobres (Ramanathan, 1986).

### 3.3. Ensaio Potenciodinâmico

Os ensaios potenciodinâmicos proporcionam um visão geral do comportamento qualitativo de um metal em contato com uma solução eletrolítica (Sobral, 2000). As curvas de polarização mostram as tendências do metais sofrerem passivação, desta forma as curvas dão uma indicação se processos específicos tais como a ação de um inibidor, reações catódicas, redução de hidrogênio ou evolução de oxigênio estão ocorrendo no sistema. A faixa de potencial usada para um ensaio de polarização varia de - 0.25 a 1V relativo ao potencial de corrosão e as velocidades de

varredura são sempre menores do que  $1\text{mVs}^{-1}$ . A dependência de corrente com o potencial fornecido por essa técnica torna possível a obtenção de parâmetros sobre o potencial de corrosão  $E_{I=0}$  e resistência de polarização  $R_p$ .

Para a curva potenciodinâmica obtida para a liga Fe-2%Ni (dados não mostrados) em  $\text{HNO}_3$  0.5M observa-se que o potencial de corrosão ( $E_{I=0}$ ) está em torno de -200 mV. O mesmo se observou na literatura (Sobral, 2000). Nesse meio (ácido nítrico) ocorre uma camada superficial protetora, em torno de 0.4V, e uma transpassivação no potencial de 1.8V.

Na Fig. (4) da liga Fe-5%Ni em  $\text{HNO}_3$  0.5M observa-se que no potencial entre 0.2 e 0.4 ocorreu uma transição entre a formação e quebra do filme, mas em torno de 0.4 mV observa-se a região de passivação, mostrando que a liga apresenta uma excelente performance frente à corrosão.

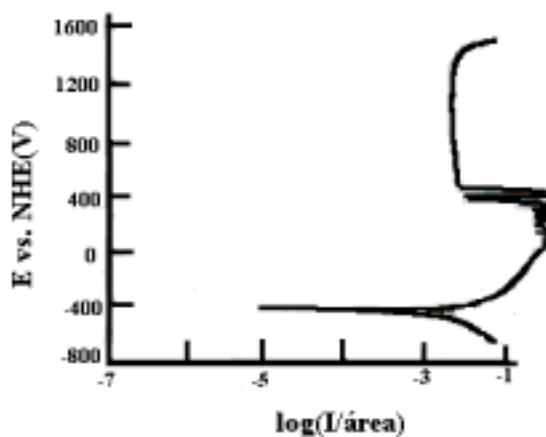


Figura 4. Curvas de polarização potenciodinâmica da liga Fe-5%Ni em  $\text{HNO}_3$  0.5M.

Na liga Fe-10%Ni em meio de  $\text{HNO}_3$  0.5M mostrado na Fig. (5), ocorreu no mesmo potencial (0.4V) da Fig. (4) a região de passivação.

A corrosividade do ácido nítrico, que é oxidante, é bem diferente do ácido sulfúrico ou fosfórico pois dependendo do aço são indicadas para formar uma camada de proteção, pois não a um ataque do meio com o aço. Nesse caso das ligas sinterizadas onde a porosidade é alta, o meio é muito eficiente (Wilhelmsson, 1985). As ligas Fe-2%Ni, Fe-5%Ni e Fe-10%Ni em meio de ácido nítrico, apresentam resistência elevada em relação a corrosão (Wilhelmsson, 1985).

A tab.(3) apresenta os parâmetros eletroquímicos da liga Fe-10%Ni em  $\text{HNO}_3$  0.5M e pela taxa de corrosão que é relativamente baixa pode-se observar que o material tem uma boa performance frente a corrosão.

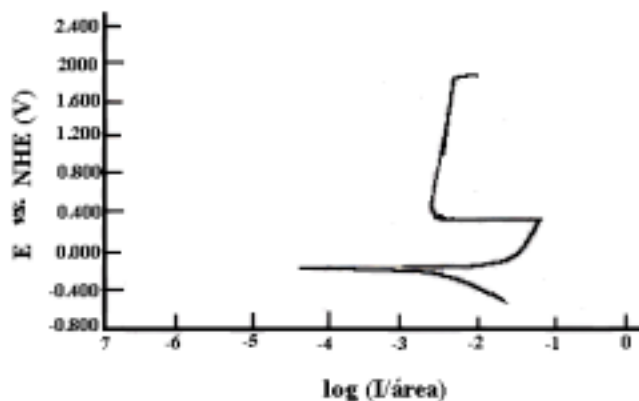


Figura 5. Curvas de polarização potenciodinâmica da liga Fe-10%Ni em  $\text{HNO}_3$  0.5M.

Tabela 3. Parâmetros eletroquímicos medidos da curva de polarização anódica da liga Fe-10%Ni em  $\text{HNO}_3$  0.5M [Medida de  $E = -0.25$  V da Fig. (5)].

Liga	$E_{I=0}$ (V)	$\beta_a$ (V/década)	$\beta_c$ (V/década)	$I_{corr}$ ( $\text{mA}/\text{cm}^2$ )	Taxa de Corrosão (mpy)
Fe-10%Ni	-0.365	0.318	0.352	28.87	2.9

A Figura (6) para a liga Fe-10%Ni em meio de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5M, apresenta dados semelhantes aos da Fig. (4) e (5). Como descrito anteriormente a liga apresenta uma performance excelente frente à corrosão. Os resultados são um pouco repetitivos mas o interesse de mostrá-los é uma forma de comprovar a semelhança dos mesmos. O mesmo ocorreu para as ligas Fe-2%Ni e Fe-10%Ni em meio de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5M (dados não mostrados).

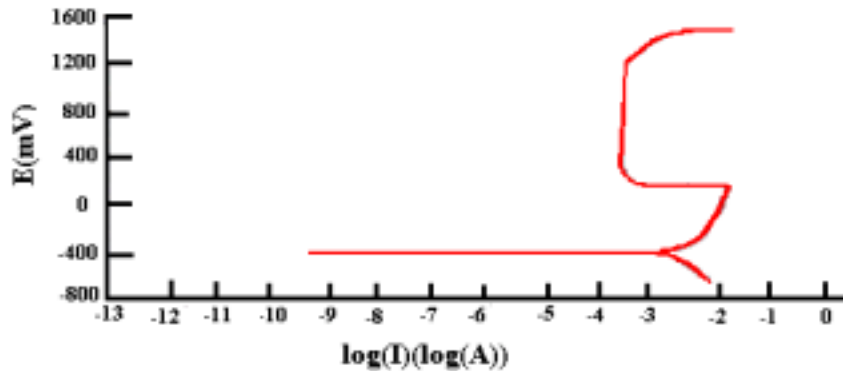


Figura 6. Curvas de polarização potenciodinâmica da liga Fe-10%Ni em H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5M

A tabela 4 apresenta os parâmetros eletroquímicos para a liga Fe-5%Ni em H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5M mostrando também uma taxa de corrosão relativamente baixa.

Tabela 4 . Parâmetros eletroquímicos medidos da curva de polarização anódica da liga Fe-10% Ni em H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.5M.

Liga	E <sub>I=0</sub> (V)	β <sub>a</sub> (V/década)	β <sub>c</sub> (V/década)	I <sub>corr</sub> (mA/cm <sup>2</sup> )	Taxa de Corrosão (mpy)
Fe-10%Ni	-0.509	0.107	0.431	2.017	4.6

A Fig. (7) da liga Fe-2%Ni mostra que em meios de cloretos (NaCl 3%) o material não resiste e que o cloreto é extremamente agressivo para a liga que apresenta uma elevada porosidade. Ocorreu nesse ensaio uma dissolução completa do material que se inicia em torno de - 0.5V. Para as ligas Fe-5%Ni e Fe-10%Ni (dados não mostrados) os resultados dos gráficos foram semelhantes aos da Fig. (7). Segundo dados da literatura o cloreto de sódio é um eletrólito forte e nos aços inoxidáveis provoca corrosão por pites ou corrosão uniforme ( Denny, 1996).

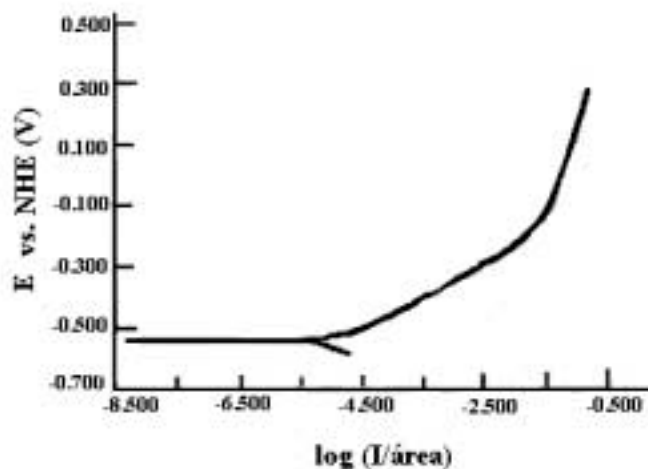


Figura 7. Curvas de polarização potenciodinâmica da liga Fe-2%Ni em NaCl 3%.

A Tabela 5 apresenta os parâmetros eletroquímicos medidos da curva de polarização anódica da liga Fe-2% Ni em NaCl 3% apresentando uma elevada taxa de corrosão.

Tabela 5. Parâmetros eletroquímicos medidos da curva de polarização anódica da liga Fe-2% Ni em NaCl 3% [Medida de  $E = -0.25$  V da Fig. (7)].

Liga	$E_{I=0}$ (V)	$\beta_a$ (V/década)	$\beta_c$ (V/década)	$I_{corr}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	Taxa de Corrosão (mpy)
Fe-2%Ni	-0.527	0.120	0.138	127	7.26

### 3.4. Microscopia das ligas Fe-2%Ni, Fe-5%Ni e 10%Ni após ensaios potenciodinâmicos em diferentes eletrólitos

Pela Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi possível analisar as ligas sinterizadas Fe-2%Ni, Fe5%Ni e Fe-10%Ni após os ensaios de polarização potenciodinâmica em diferentes eletrólitos. Na Fig. (8) mostramos a liga Fe-2%Ni após ensaio de polarização potenciodinâmica em NaCl 3%. Observa-se uma corrosão uniforme em toda a superfície. A Fig. (9) apresenta a liga Fe-10% Ni em  $\text{H}_2\text{SO}_4$  onde a mesma se apresenta com uma camada passiva.

A resistência à corrosão da liga é reduzida pela porosidade residual aberta. A porosidade aberta do material exposta a ambientes corrosivos induz à corrosão uniforme ou intergranular (Denny, 1996; Maahn, 1994), com células de concentração dentro dos poros e, desse modo, reduz a passividade da liga sinterizada (Mathiesen, 1995; Fedrizzi, 1994; Tremblay, 1995).

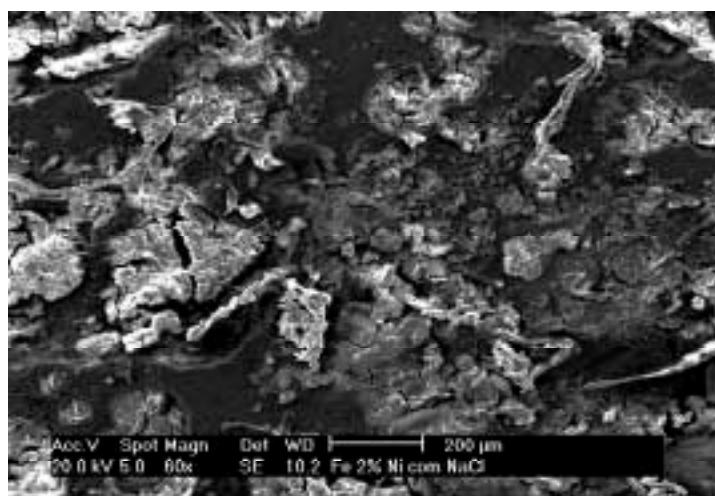


Figura 8. Imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), após ensaios de polarização potenciodinâmica na liga Fe-2% Ni em NaCl 3%. Aumento: 60x.

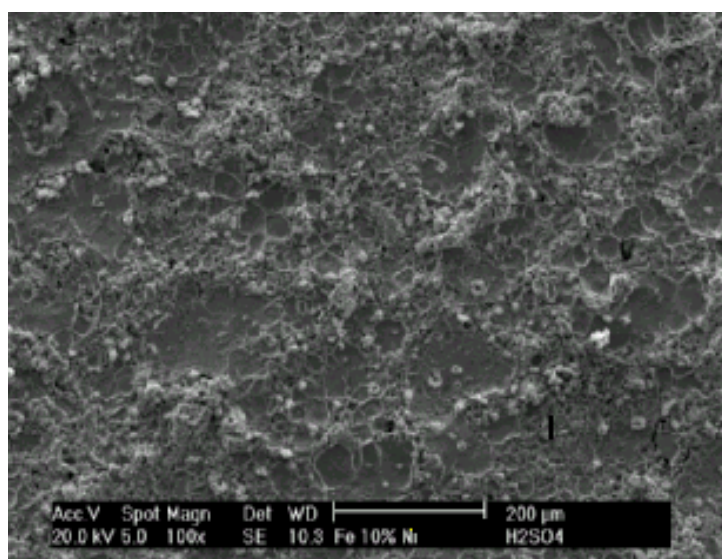


Figura 9. Imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), após ensaios de polarização potenciodinâmica na liga Fe-10% Ni em  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Aumento: 100x.



#### 4. Conclusões

1. Em solução de NaCl 3% as ligas sinterizadas não resistiram à ação desse meio, mostrando que o meio é extremamente agressivo.
2. Em solução de ácido nítrico e sulfúrico as ligas sinterizadas apresentaram comportamento similares. As ligas apresentaram a camada protetora (passivação).
3. A concentração de níquel não influencia no comportamento da corrosão e sim o meio corrosivo utilizado.

#### 5. Agradecimentos

- Conselho Nacional de Pesquisa (CNPq)
- Prof. Willys Machado Aguiar e ao aluno Cleiton Carvalho Silva CEFET-Ce) pela utilização do microscópio ótico.

#### 6. Referências

- ASM Metals Handbook Series, *Corrosion*, v.13, 1992.
- Bocchini, G. F et al. Ion nitriding of sintered steels present situation and perspectives. MPR, Nov. 1990, pp. 772-778.
- Borges, P. C.; Pereira, N. C.; Franco, C. V.; KLEIN, A. N. Electrochemical evaluation of corrosion resistance of sintered and ionitrided iron. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, v. 2, p.61-67, 1994.
- Callister Jr., W. D. *Materials science and engineering: an introduction*. 3.ed. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1994.
- Denny, A. J., *Principles and prevention of corrosion*. 2.ed. New Jersey: Prentice Hall, Inc., 1996.
- Edenhofer B. Physical and Metallurgical aspects of ionnitriding. Part 2 Heat treatment of metals, 1974, V. 2, pp 56-67.
- Fedrizzi, L.; Deflorian, F.; Tiziani, A.; Cristofolini, I.; Molinari, A. Effects of process conditions on the corrosion behaviour of sintered AISI 316L stainless steel. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, v. 7, p. 273-281, 1994.
- Isaacs, H. S. The localized breakdown and repair of passive surfaces during pitting. *Corrosion Science*, v.29, n. 2/3, p. 313-323, 1989.
- Maahn, E.; Jensen, S. K.; Larsen, R. M.; Mathiesen, T. Factores affecting the corrosion resistance of sintered stainless steel. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, v. 7, p. 253-271, 1994.
- Mathiesen, T. ; Maahn, E. Effect of pore morphology on the corrosion behaviour of sintered 316L stainless steel. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, v. 3, n.11, p. 45-55, 1995.
- Mittelstadt, F.G. Avaliação eletroquímica da resistência à corrosão de aço ABNT 4140 nitretado por plasma Florianópolis, Dez 1993. Dissertação de mestrado - Curso de Pós Graduação em Química - CFM, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).
- Nakamura, M. Tsuya, K. Effect of heat treatment on structure and mechanical properties of sintered Fe-Ni alloys. *Powder Metallurgy*, vol. 26, 3 (1983) 149-154.
- Pereira, N.C.; Mittelstadt, F.G.; Spinelli, A.; Franco, C.V.; Maliska, A. M.; Klein, A. N.; Muzart, J.L.R. Electrochemical and microstructural studies of sintered and sintered-plasma nitrided steel containing different alloying elements. *J. Materials Science*, v.30, p.4817- 4822, 1995.
- Pickering, F. B. Physical metallurgy and the design of steels. *Materials Science Series*. London: Applied Science Publishers Ltd, 1969.
- Ramanathan, L.V. *Corrosão e seu controle*. São Paulo: Hemus Editora Ltda.
- Sobral, A. V. C. Caracterização eletroquímica e metalográfica de materiais sinterizados e nitretados, Florianópolis, 1996. Dissertação de mestrado - Curso de Pós Graduação em Química - CFM, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).
- sobral, A.V.C; Maliska, A. M.; Tosi, G.; Muzart, J.L.R.; Klein, A.N.; Franco, C. V. Evaluation of corrosion resistance of sintered Fe-1.5%Si with different degrees of homogeneity. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, v.3, n.11, p. 57-63, 1995.
- Sobral, A.V.C; Parente, A. C. B.; Klein, A.N.; Muzart, J.L.R.; Franco, C. V. Electrochemical behavior and microstructural characterization of plasma nitrided layers on sintered steels containing Mo and Ni. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, v.13, p. 167- 176, 1996.
- Ana V. C. Sobral, W.Ristow Jr., Aloísio N. Klein, Denise S. Azambuja and César V. Franco. Potentiodynamic tests and electrochemical impedance spectroscopy of injection molded 316L steel in NaCl solution. *Journal of Corrosion Science*, vol. 43 Issue 6, 1019-1030.
- Sobral, A.V.C Estudo da corrosão em aços inoxidáveis sinterizados com revestimento polimérico Florianópolis, fevereiro de 2000; Tese de Doutorado - Curso de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais CT- Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).
- Tremblay, A.; Angers, R. Corrosion resistance of 316L P/M stainless steel. *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, v. 7, p. 225-237, 1995.
- Van vlack, L. H. *Princípios de ciência e tecnologia dos materiais*, 2.ed. Rio de Janeiro: Campus, 1988.

Wilhelmsson, P. H. Aços inoxidáveis especiais para as indústrias de processos químicos. *Sandvik Aços e Ligas Especiais*, p.1- 10. 1985.

## **Evaluation of corrosion resistance of sintered Fe-Ni in different concentrations of nickel**

**Ana V. C. Sobral**

**Universidade Federal do Ceará (UFC) - Departamento de Engenharia Mecânica e Produção  
Campus do Pici, bloco 714 - Centro de Tecnologia, CEP: 60455-760 Fortaleza – Ceará  
Tel.: (0xx85) 288 -9632 Ramal 202 , Fax.: (0xx85) 288 -9636  
e-mail: avladia@secrel.com.br**

**Abstract:** The influence of element Ni in the corrosion resistance has been studied in the present work. The alloy was produced in a binary Fe-2%Ni, Fe-5%Ni and Fe-10%Ni form in order to clarify the individual effect of this element on the characteristics of corrosion in different solutions. The electrochemical measurements were performed in a EG&G PARC, model 273A, Galvanostat-Potenciostat. Data collection was model 342C (SoftCorr), via National Instrument GPIB interface. The corrosion tests were carried out in a electrochemical cell of three electrodes, with the sample in study as the working electrode. Two graphite rods were used as a auxiliary electrode, and one SCE electrode was used as a reference electrode; however, all the potentials mentioned in the text refer to the saturated calomel electrode. Anodic polarization curves and open circuit results have been obtained in HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaCl solutions. The shapes of these curves are sensible to the parameters stated above. Visual inspection and microstructural analysis, employing scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS), revealed the presence of uniform corrosion.

**Keywords:** *Corrosion, Sintered, Nickel.*

## EVALUATION OF HARDNESS AND FRACTURE TOUGHNESS IN NATURAL QUARTZ CRYSTALS BY INDENTATION EXPERIMENTS

**Pedro L. Guzzo**

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco  
Av. Acadêmico Hélio Ramos s/n, CDU, 50740-530 Recife PE, Brasil  
Email : pguzzo@demec.ufpe.br

**Leandro Jacomine, José Daniel B. De Mello**

Laboratório de Tribologia e Materiais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia  
Campus Santa Mônica, Bloco 1R, 38400-902 Uberlândia MG, Brasil  
Email : jacomine@alunos.ufu.br ; ltm-demello@ufu.br

**Abstract.** In the present study, hardness and fracture toughness of natural quartz crystals were determined by using the quasi-static indentation method. +X-, -X-, Y-, Z- and AT-cut plates were cut up from a previously oriented quartz block. The samples were lapped with successively finer alumina grits and polished optically with cerium oxide. The experiments were carried out in a microhardness tester with a Vickers diamond indenter and normal loads ( $P$ ) ranging from 25 to 125 gf. For each crystal plane, ten indentations were made along a known crystallographic direction. The diagonals of the plastic impressions and the length of radial cracks were measured by optical microscopy. Secondary radial cracks were also observed surrounding the plastic deformation zone. Scanning electron microscopy revealed radial cracking even at indenting events performed with 25 gf. An effect of crystallographic direction on the extension of radial cracking was also observed. The length of primary radial cracks varied with a  $P^{2/3}$  dependence. Although the hardness numbers of low index planes were similar, it was observed that the Y-cut exhibited the highest hardness and the Z-cut the lowest one. In case of fracture toughness, more perceptible differences were noticed. Measurements revealed that fracture toughness decreased in the sequence, Z- > AT- > +X- = -X- > Y-cut. The values of hardness varied between 13.5 and 17.0 GPa whereas those of fracture toughness were ranged from 0.45 to 0.70 MPa m<sup>1/2</sup>.

**Key-words:** quartz crystal, microhardness, indentation fracture, anisotropy, radial cracks.

### 1. Introduction

Brittle and hard materials are usually machined by abrasive processes such as sawing, grinding, lapping, and ultrasonic machining. Most theories on abrasive machining and micromechanisms associated with abrasive or erosive wear are based on indentation fracture mechanics (Evans and Wilshaw, 1976; Broese-van Groenou and Veldkamp, 1979; Moore and King, 1980; Buijs and Korpel-van Houten, 1993). Indentation experiments such as quasi-static indentation and single-point scratching are valuable tools for the evaluation of plastic deformation and crack propagation resistances in strong solids (Palmqvist, 1957; Lawn and Wilshaw 1975; Veldkamp et al 1978; Lawn et al 1980). Because of the significant advances in the technological applications of strong engineering materials, experimental measurements of its fundamental properties such as hardness and fracture toughness seem to be timely and appropriate

$\alpha$ -quartz is a typical example of a brittle, hard and dielectric material that is machined under abrasive processes either in the fabrication of electromechanical devices such as resonators, sensors and transducers (Brice 1985; Ballato and Gualtieri, 1994) or during the preparation of seed-crystals for the hydrothermal growth of synthetic quartz (Laudise and Barns, 1988; Taki, 1991). Recently, lapping and ultrasonic machining processes were studied in natural quartz as a function of crystal orientation (Guzzo et al, 1999; Guzzo and De Mello, 2000). The anisotropy observed in the rates of material removal was discussed in terms of hardness and fracture toughness of low index crystallographic planes. Although widely reported, it was not found in the literature hardness values measured on different crystal planes by the same method. Qualitatively, it seems that there is a consensus that prismatic  $(10\bar{1}0)$  plane is harder than the basal one (0001) (Fron del, 1962). Measurements performed by different authors (Brace, 1963; Nadeau, 1970; Hartley and Wilshaw, 1973; Breval et al, 1985) using both Knoop and Vickers indenters were chiefly carried out on the basal plane. In case of fracture toughness, quantitative data obtained by Iwasa and Bradt (1987) using the controlled surface flaw method showed that the basal plane is tougher than  $(10\bar{1}0)$ ,  $(11\bar{2}0)$  and  $(01\bar{1}1)$ . Scratching experiments performed by Nogueira and De Mello (1988) showed that the basal plane is simultaneously harder and tougher than the others. As long as we know, quantitative values of hardness and fracture toughness measured by indentation test were not determined in quartz crystals as a function of crystallographic plane.

In the present study, the quasi-static indentation method was used to evaluate static hardness and fracture toughness in, +X-, -X-, Y-, Z- and AT-cut planes of natural quartz. Indentations were carried out by using a Vickers indenter and normal loads ranging from 25 to 125 gf. Peculiarities of indenting events were observed by scanning electron microscopy. Specific relations for plastic impression and radial crack dimensions as a function of indenting load were experimentally confirmed. Quantitative data for hardness and fracture toughness are presented. The Z-cut showed the lowest hardness and the highest fracture toughness among the low index planes of natural quartz.

**2. Experimental**

A left-hand natural quartz block was oriented using polarized light, etching and X-ray diffraction techniques (Heising, 1946). +X-, -X-, Y, Z- and AT-cut plates free from inclusions and cracks were cut up on a diamond saw to within  $\pm 1^\circ$  of the required crystallographic plane. Following the IRE standard (1949), +X, -X-, Y- and Z- cuts are identified by  $(11\bar{2}0)$ ,  $(\bar{2}110)$ ,  $(10\bar{1}0)$  and  $(0001)$  planes, respectively. The AT-cut is turned of  $3.5^\circ$  in relation to the minor rhombohedral  $(01\bar{1}1)$  plane. Both faces of the the plates were lapped with a coarse alumina ( $Al_2O_3$ ) to eliminate surface flaws induced by sawing and to improve the parallelism between faces. After, by using a cast iron plate with radial grooves and normal load near to 2.0 N, one face of each sample was lapped with successively finer alumina grits of 15, 9 and 3  $\mu m$ . The optical polishing was achieved with cerium oxide ( $CeO_2$ ) with mean grain size of 0.5  $\mu m$  on a plate recovered with expanded polyurethane and normal load of 0.5 N. Lapping and polishing processes were carried out in a Logithec PM4 precision lapping machine. In both cases, the concentration of the slurry was 85 g/l of distilled water and the sliding speed was fixed on 75 mm/s. The centre-line average ( $R_a$ ) of the polished surfaces was lower than 0.05  $\mu m$ , measured with a cut-off of 0.8 mm. The deviation from flatness of polsished surfaces was lower than  $5''$ .

Quasi-static indentation experiments were carried out in a 322 Carl Zeiss Jena microhardness tester with a Vickers diamond indenter. The normal load varied from 25 to 125 gf. For each crystal plane, ten indentations were made along  $[11\bar{2}0]$ ,  $[10\bar{1}0]$  or  $[0001]$  principal directions at room temperature. The load was applied in a rate of 1.25 gf/s. The loading time was 60 s. The length of the diagonals of the plastic impression ( $2a$ ) and the extension of primary radial cracks ( $2c$ ) were measured by optical microscopy. The measurements of these parameters were carried out at about nine days after testing. Figure (1) shows a schematic representation of a Vickers indentation defining  $2a$  and  $2c$ . The static hardness ( $H$ ) and the fracture toughness ( $K_{Ic}$ ) were calculated from (Lawn et al, 1980) :

$$H = \frac{P}{2a^2} \tag{1}$$

$$K_{Ic} = x \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \tag{2}$$

where  $P$  is the normal load on the Vickers indenter (N),  $a$  is the length of the half-diagonal of the impression (m),  $c$  is the half-length of the primary radial crack (m) and  $E$  is the Young's modulus ( $N/m^2$ ). In Eq. (1), hardness number is defined in terms of the projected area rather than the actual area of contact (Vickers hardness). In Eq. (2),  $x$  is a material-independent constant being 0.014 for Vickers indenter. By using a Zeiss DSM 940A microscope, scanning electron microscopy (SEM) was employed to characterize several peculiarities connected with the indentation fracture of low index planes of natural quartz.

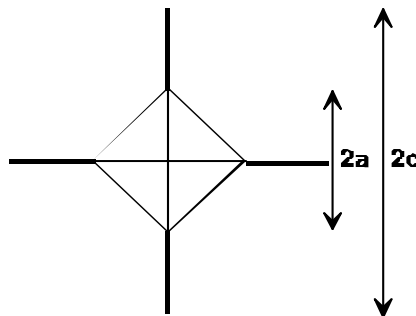


Figure 1. Schematic representation of a Vickers indentation defining the indenting parameters  $2a$  and  $2c$ .

**3. Results and Discussion**

Figure 2 shows the relationships found between the indenting parameters  $2a$  and  $2c$  and the applied load  $P$ . It is observed that  $2a$  and  $2c$  increase with increasing  $P$ . For each crystallographic plane, the dependences of  $2a$  and  $2c$  with  $P$  can be adjusted by a power relation of the form :

$$y = mP^q \tag{3}$$

where  $y$  should be  $2a$  or  $2c$  and  $m$  and  $q$  are constants. Table (1) shows the values of  $m$  and  $q$  obtained by least square regression. If  $E$ ,  $H$  and  $K_{Ic}$  are regarded as material constants, the equations (1) and (2) imply that  $2a \propto P^{1/2}$  and  $2c \propto$

$P^{2/3}$ , respectively. From Tab. (1), one observes that the exponents relating  $2a$  and  $P$  are about 20% higher than  $1/2$  for X-, -X- and Y-cut and are near  $1/2$  to Z and AT-cut planes. In case of  $2c$ , the exponent values are in very good agreement with the predicted value, except for the Y-cut that is about 20% higher. Figure (2) and Tab. (1) show that indenting parameters  $2a$  and  $2c$  are not clearly affected by the nature of the crystallographic planes.

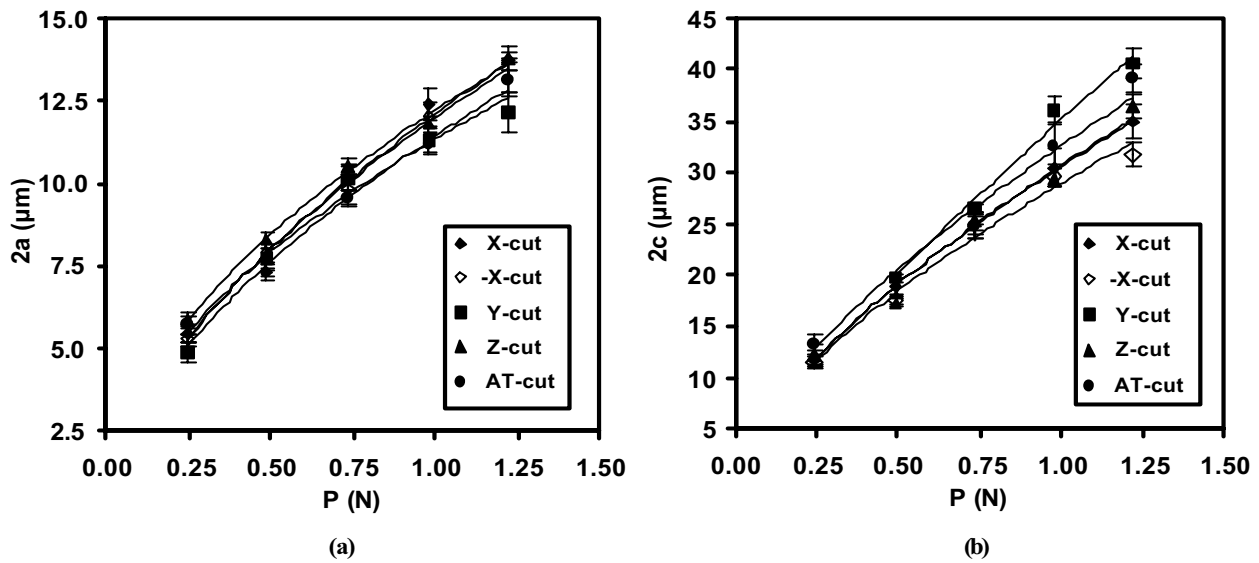


Figure 2. Evolution of the size of indenting parameters ( $2a$  and  $2c$ ) as a function of the load ( $P$ ) used to indent low index planes of natural quartz.

Table 1. Proportional constants and exponents of  $2a$  and  $2c$  dependences on load ( $P$ ) related to indentation fracture of low index planes of natural quartz.

crystal plane	2a (P)			2c (P)		
	$m$	$q$	$R^{(a)}$	$m$	$q$	$R^{(a)}$
X ( $11\bar{2}0$ )	11.98	0.58	0.98	30.71	0.68	0.99
-X ( $\bar{2}110$ )	12.09	0.60	0.99	28.93	0.65	0.99
Y ( $0\bar{1}0$ )	11.42	0.58	0.98	35.14	0.81	0.99
Z (0001)	12.22	0.53	0.99	30.54	0.68	0.98
AT- $(01\bar{1}1)$	11.34	0.52	0.98	32.61	0.67	0.98

(a) Fitting factor R is defined by  $R = r^2$ ,  $r$  being the correlation coefficient.

The micrographs in Fig. (3) represent indenting events performed on low index crystallographic planes of natural quartz. It is observed that primary and secondary radial cracks appear together with the plastic deformation zone. Primary radial cracks emanates from the corners of plastic contact impression and propagate parallel to the load axis whereas secondary ones propagate into the surrounding material at an angle to the load axis (Cook and Pharr, 1990). Both primary and secondary radial cracks were observed even at indentations performed with  $P = 25$  gf. SEM micrographs also show the manifestation of the two-fold symmetry of the X-axis on the morphology of indenting events. For several instances, indentations on +X- and -X-cut planes revealed secondary cracks turned each other at approximately  $180^\circ$ . Such directions, making approximately  $20^\circ$  either with Y- or Z-axis, are probably the trace of low index crystallographic planes on the X-cut surface (Tellier and Benmessauda, 1994). On the other hand, indenting events in the basal plane did not reveal the three-fold symmetry of the Z-axis. Another point that deserves mention is the effect of crystallographic directions on the length of radial cracking. Comparing the same direction on different crystallographic planes, one observes that primary radial cracks propagate easily and straightly along [0001], i.e. parallel to the Z-axis. Qualitatively, it is observed that the length of radial cracks along principal directions increase in the sequence,  $Y[10\bar{1}0] < X[11\bar{2}0] < Z[0001]$ .

Figure (4) shows the effect of the indenting load on the hardness of quartz crystal planes. It is observed that the relationship between  $H$  and  $P$  is not defined. The variations observed in Fig. (4) are probably caused by errors in measuring the length of diagonals of plastic impressions. As it is well known from microhardness testing of metals (Fee et al, 1996), readings of  $2a$  become less accurate with load decreasing because the size of impression decreases. In addition, it was observed that even those indentations performed with  $P = 25$  gf revealed radial cracks surrounding the

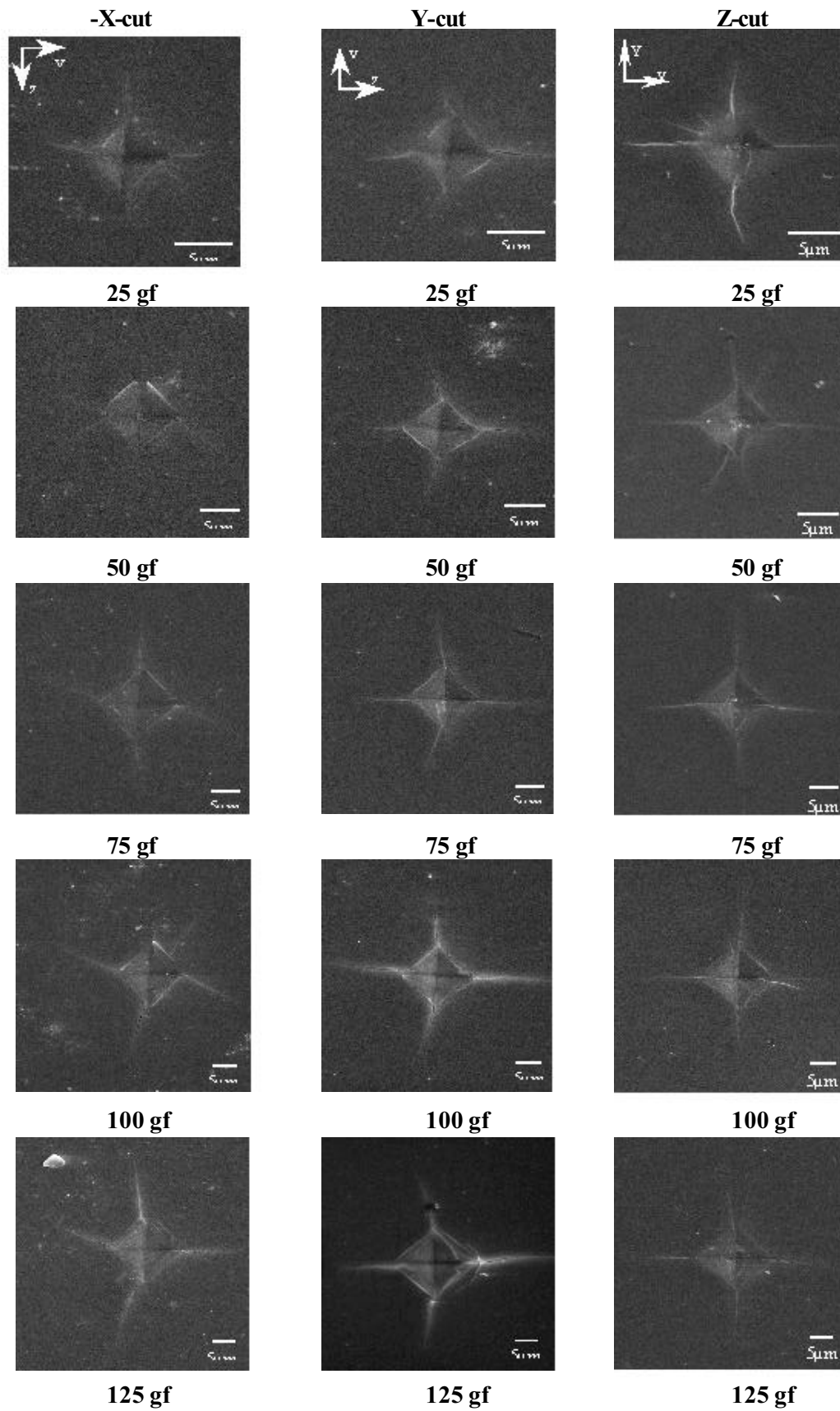


Figure 3. Typical SEM micrographs of Vickers indentations in low index planes of natural quartz performed with normal loads ranging from 25 to 125 gf.

plastic deformation zone. This fact indicates that the critical load below which only plastic deformation mechanism takes place are out of the range of load investigated here. Thus, the ductile-brittle transition related to indentation fracture of natural quartz is under 25 gf. As it was previously reported (Lawn and Marshall, 1979) the coexistence of both plastic deformation and brittle microcracking mechanisms in single-point events such as static indentation affects the determination of  $2a$  accurately. Although these inaccuracies, Fig. (4) shows that Z-cut plane has the most uniform  $H$  vs.  $P$  dependence and the lowest  $H$  values than the other planes. For further analysis, the hardness number adopted to characterize each crystallographic plane is the average of the respective  $H$  values shown in Fig. (4). This procedure seems to be satisfactory in the circumstances where hardness is dependent of the indenting load.

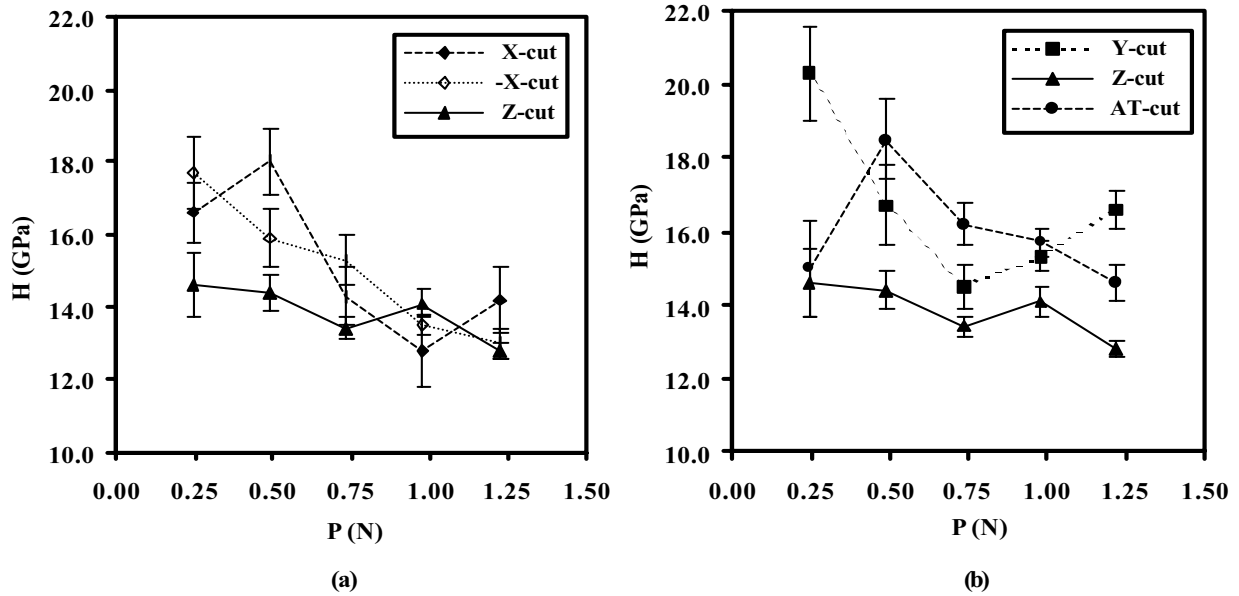


Figure 4. Relationships between the hardness ( $H$ ) and the indenting load ( $P$ ) of low index planes of natural quartz.

Figure (5) shows the variation of the fracture toughness as a function of the indenting load. Young's moduli required to determine  $K_{Ic}$  where derived (Nye, 1985) from the elastic compliance coefficients measured by Bechmann (1958). Young's modulus of the respective crystallographic planes are shown in Tab. (2). Although the scattering, it is observed that  $K_{Ic}$  is almost independent of the indenting load. In case of the Ycut plane, the averaged value of  $K_{Ic}$  for  $P = 25$  gf is missing because primary radial cracks were not optically visible. Primary radial cracks were not always observed on the -X-cut plane indented with  $P = 125$  gf too. Instead, secondary radial cracks were observed. In the range of load investigated here, it is observed that the Zcut has the highest values of  $K_{Ic}$  whereas the Ycut has the lowest ones. A similar relationship between  $K_{Ic}$  and  $P$  is noticed between +X- and -X-cut planes. The  $K_{Ic}$  vs.  $P$  relationship of the AT-cut looks like the relationship found to the Z-cut. In principle, this behavior is unexpected due to the crystallographic similarities between AT- and Y-cut planes. In several instances, primary radial cracks were not propagated along the Z' direction on the AT-cut plane. Instead, secondary radial cracks emanating from edges or corners of plastic impressions were observed, independently of the indenting load. Because Eq. (2) does not take into account secondary radial cracking, the values of  $K_{Ic}$  for the AT-cut plane are probably overevaluated. Further attempts are required to incorporate the effect of secondary radial cracks on the fracture toughness of brittle single crystals.

The fracture toughnesses chosen to characterize the crystallographic planes of natural quartz correspond to the average of  $K_{Ic}$  values shown in Fig. (5). These values together with those of hardness and its respective standard deviations are summarized in Tab. (2). This table also includes  $K_{Ic}$  determined by the controlled surface flaw method (Iwasa and Bradt, 1987). The effect of quartz crystal anisotropy on hardness is attenuated due to dispersion. Even though, it is observed that Zcut exhibits the lowest hardness number, which increase in the sequence,  $Z < +X = -X < AT = Y$ . Previous investigations found that the hardness number of the Z-cut is ranged between 10 and 12 GPa (Nadeau, 1970; Hartley and Wilshaw, 1973; Breval et al, 1985). The higher  $H$  value shown in Tab. (2) is partially explained by the procedure used to define the hardness number. These authors used the Vickers hardness ( $H_v$ ), which is based on the actual contact area instead of the projected area. (The conversion factor from  $H$  to  $H_v$  is 0.927, i.e.,  $H_v = 0.927H$ ). In case of fracture toughness, the effect of crystallographic plane on  $K_{Ic}$  is more clear, i.e.,  $K_{Ic}$  increases in the sequence,  $Y < +X = -X < AT < Z$ . However,  $K_{Ic}$  values obtained in the present study are remarkably lower than those found by Iwasa and Bradt (1987). This difference may be explained by the definition of  $K_{Ic}$  between the indentation fracture and the controlled surface flaw methods. In addition, it should be pointed out that Iwasa and Bradt (1987) adopted only one principal direction  $[11\bar{2}0]$ ,  $[10\bar{1}0]$  or  $[0001]$  to measure the crack growth on a given crystallographic plane. In the present study, the values of  $K_{Ic}$  were determined taking into account the average of the crack length along

both principal directions. As it is shown in Fig. (3), the propagation of radial cracking is affected by the crystallographic direction. This fact is also valuable to explain the difference noticed in the increasing sequence of  $K_{Ic}$  between both sets of results. As it is shown in Tab. (2), Iwasa and Bradt (1987) found that the Y-cut is tougher than both X-cut and the minor rhombohedral planes.

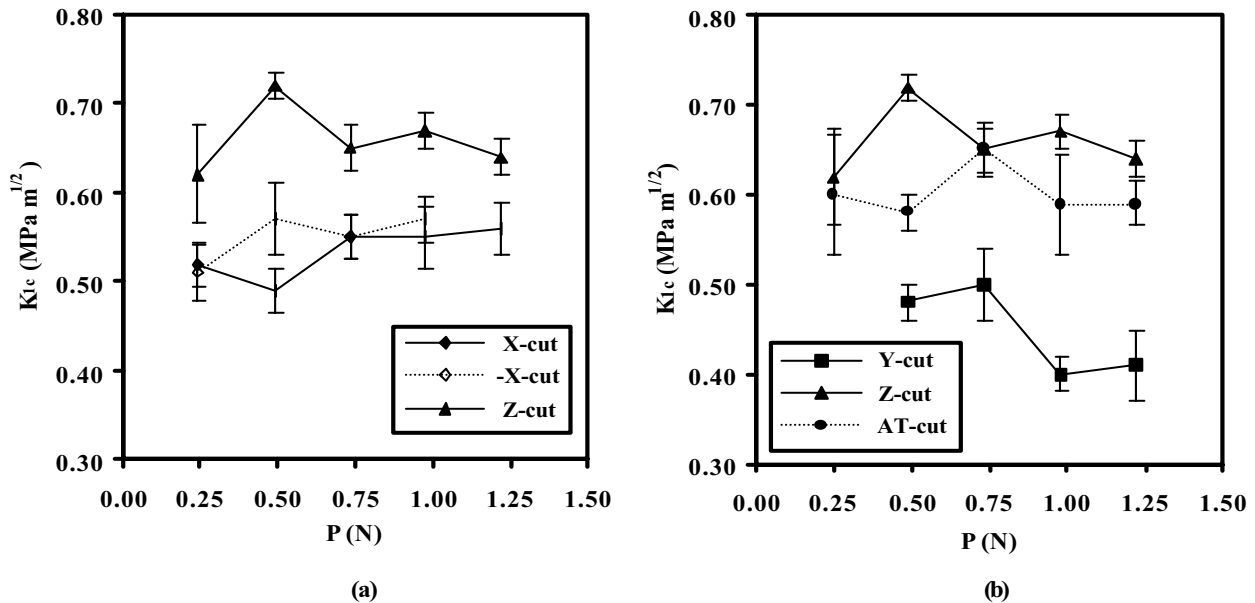


Figure 5. Relationships between the fracture toughness ( $K_{Ic}$ ) and the indenting load ( $P$ ) of low index planes of natural quartz.

Table 2. Mean values of static hardness ( $H$ ) and fracture toughness ( $K_{Ic}$ ) measured on low index planes of natural quartz. Young's moduli ( $E$ ) and  $K_{Ic}$  determined by other authors are also included.

crystal plane	$E^{(a)}$ (GPa)	$H$ (GPa)	$K_{Ic}$ (MPa $m^{1/2}$ )	$K_{Ic}^{(b)}$ (MPa $m^{1/2}$ )
X ( $11\bar{2}0$ )	78.3	$15.2 \pm 1.0$	$0.53 \pm 0.01$	$0.85 \pm 0.02$
-X ( $\bar{2}110$ )	78.3	$15.1 \pm 0.9$	$0.55 \pm 0.01$	-
Y $\{10\bar{1}0\}$	78.3	$16.7 \pm 1.1$	$0.45 \pm 0.02$	$0.97 \pm 0.02$
Z (0001)	104.2	$13.9 \pm 0.4$	$0.66 \pm 0.02$	$1.15 \pm 0.03$
AT-( $01\bar{1}1$ )	127.6	$16.0 \pm 0.8$	$0.58 \pm 0.02$	$0.86 \pm 0.03$

(a) Bechmann (1958)

(b) Iwasa and Bradt (1987)

- not determined

#### 4. Conclusion

In the present study, static hardness and fracture toughness of low index crystallographic planes of natural quartz were measured by indentation experiments. The predicted dependences of plastic impression and radial crack lengths with the indenting load were experimentally confirmed. SEM micrographs showed that the ductile-brittle transition related to single-point indentation fracture of natural quartz is under 25 gf. This fact together with the inherent inaccuracy in measurements of plastic impression diagonals affected the hardness vs. indenting load dependences. The discrepancies found in the static hardness could be reduced with a higher number of measurements. Nevertheless, subtle differences in hardness number were noticed in low index crystallographic planes. The Z-cut plane showed the lowest hardness (14 GPa), whereas AT- and Y-cut planes showed the highest ones (16.5 GPa). The +X- and -X-cut planes showed intermediate hardness values (15 GPa). Measurements of fracture toughness revealed more clear influence of crystal anisotropy. Fracture toughnesses were ranged between 0.45 and 0.66 MPa  $m^{1/2}$ , which increase sequence, Y- < +X- = -X- < AT- < Z-cut plane. In summary, the effect of crystal anisotropy on the indentation fracture behavior of low index planes of natural quartz is quantitatively remarkable only when Z- and Y-cut planes are considered. Further attempts are required to explain these differences taking into account both lattice properties and the atomic arrangement on these planes.



## 5. Acknowledgements

This work was supported by several research programs financed by CNPq and FAPEMIG. One of the authors (LJ) is grateful for scholarship provided by PIBIC/CNPq/UFU.

## 6. References

- Ballato, A. and Gualtieri, J.C., 1994, "Advances in high-Q piezoelectric resonator materials and devices", IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Freq. Control, vol. 41, pp. 834-844.
- Bechmann, R. 1958, "Elastic and piezoelectric constants of alpha-quartz", Phys. Rev., vol. 10, pp. 1060-1061.
- Brace, W.F., 1963, "Behavior of quartz during indentation", J. Geol., vol. 71, pp. 581-595.
- Breval, E., Dodds, G.C., Macmillan, N.H., 1985, "The hardness, stiffness and toughness of diphasic abrasive materials prepared by sol-gel techniques", Mat. Res. Bull, vol. 20, pp. 413-429.
- Brice, J.C., 1985, "Crystals for quartz resonators", Rev. Mod. Phys., vol. 57, pp. 105-146.
- Broese-van Groenou and Veldkamp, J.D.B., 1978/79, "Grinding brittle materials", Philips Technical Rev., Vol. 38, No. 4-5, pp. 105-119.
- Cook, R.F., Pharr, G.M., 1990, "Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics", J. Am. Ceramic Soc., Vol. 73, No. 4, pp. 787-817.
- Buijs, M. and Korpel-van Houten, K., 1993, "A model for lapping of glass", J. Mat. Science, vol. 28, pp. 3014-3020.
- Evans, A.G. and Wilshaw, T.R., 1976, "Quasi-static solid particle damage in brittle solids I – Observations analysis and implications", Acta Metallurgica, vol. 24, pp.939-956.
- Fee, A.R., Segabache, R., Tobolski, E.L., 1996, "Microhardness Testing", in ASM Handbook, vol. 8 – Mechanical Testing, pp. 90-103.
- Frondel, C., 1962, "The system of mineralogy", Vol. 3 – Silica Minerals, John Wiley and Sons Inc., New York, USA, 7<sup>th</sup> ed., 334p.
- Guzzo, P.L., Raslan A.A., De Mello, J.D.B., 1999. "Relationship between quartz crystal orientation and the surface quality obtained by ultrasonic machining." Proceedings of the Joint Meeting of the European Frequency and Time Forum and the IEEE International Frequency Control Symposium, Besançon, France, pp. 792-795.
- Guzzo, P.L., De Mello, J.D.B., 2000, "Effect of crystal orientation on lapping and polishing processes of natural quartz", IEEE Trans. on Ultrasonics Ferroelectrics and Freq. Control, Vol. 47, pp. 1217-1227.
- Hartley, N.E.W., Wilshaw, T.R., 1973, "Deformation and fracture of synthetic  $\alpha$ -quartz", J. Mat. Science, vol. 8, pp. 265-278.
- Heising, R.A., 1946, "Quartz crystals for electrical circuits", Van Nostrand Co. Inc., New York, USA, 563p.
- I.R.E. Standard on piezoelectric crystals, 1949, Proceedings of the Inst. of Radio Engineers, vol. 37, pp. 1378-1395.
- Iwasa, M., Bradt, R.C., 1987, "Cleavage of natural and synthetic single crystals", Mat. Res. Bulletin, vol. 22, pp. 1241-1248.
- Laudise, R.A. and Barns, R.L., 1988, "Perfection of quartz and its connection to crystal growth", IEEE Trans. on Ultrasonics Ferroelectrics and Freq. Control, Vol. 35, pp. 277-287.
- Lawn, B. R. and Wilshaw, T. R., 1975, "Indentation fracture : principles and applications", J. Mat. Science, vol. 10, pp. 1049-1081.
- Lawn, B.R. and Marshall, D.B., 1979. "Hardness, toughness and brittleness : an indentation analysis", J. Am. Ceramic Soc., Vol. 62, No. 7-8, pp. 347-350.
- Lawn, B.R., Evans, A. G. and Marshall, D.B., 1980, "Elastic/Plastic indentation damage in ceramics : the median/radial crack system", J. Am. Ceramic Soc., Vol. 63, No. 9-10, pp. 574-581.
- Moore, M.A. and King, F.S., 1980, "Abrasive wear of brittle solids", Wear, vol. 60, pp. 123-140.
- Nadeau, J.S., 1970, "Influence of hydrogen and alkali impurities on the high-temperature indentation hardness of natural quartz crystals", J. Am. Ceramic Soc., Vol. 53, No. 10, pp. 568-573.
- Nogueira, R.F.Q. and De Mello, J.D.B., 1988, "Abrasão do quartzo : um estudo esclerométrico", Proceedings of the 8<sup>th</sup> Brazilian Congress on Materials Science and Engineering, Vol. 1, Campinas, Brazil, pp. 451-456, (in Portuguese).
- Nye, J.F., 1985. "Physical properties of crystals", Oxford University Press, Oxford, UK, 329p.
- Palmqvist, S., 1957, "A method to determine the toughness of brittle materials, especially hard metals", Jernkontorets Ann., Vol. 141, pp. 303-307, (in Swedish).
- Taki S., 1991, "Improvement of growth process and characterization of quartz crystals", Prog. Crystal Growth and Charac., Vol. 23, pp. 313-339.
- Tellier, C.R., Benmessaouda, D., 1994, "Scratching experiments on quartz crystals : orientation effects in chipping", J. Mat. Science, vol. 29, pp. 3281-3294.
- Veldkamp, J.D.B., Hattu, N. and Snijders, V.C., 1978, "Crack formation during scratching of brittle materials", Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 3, Edited by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman and F.F Lange, Plenum Publishing. Co., pp. 273-301.

## IN-PLANE AND THROUGH-THE-THICKNESS DAMPING BEHAVIOR OF STRUCTURAL CARBON REINFORCED COMPOSITES

### Everaldo de Barros

Centro Técnico Aeroespacial - Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) - Divisão de Integração e Ensaios (AIE) – 12228- 904 - São José dos Campos - SP  
everaldo@iae.cta.br

### Luis Guilherme Borzani Manhani

Centro Técnico Aeroespacial - Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) - Depto de Física – 12228 - 908 - São José dos Campos - SP

### Luiz Claudio Pardini

Centro Técnico Aeroespacial - Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) – Divisão de Materiais (AMR) – 12228-904 - São José dos Campos - SP  
lpardini@directnet.com.br

*Abstract : Carbon Fibre Reinforced Carbon (CFRC) are thermostructural composites used in aerospace structures such as aircraft brakes, rocket nozzles and thermal barrier shields, so their dynamic mechanical properties are fundamental characteristics besides strength parameters. They are typically manufactured through a sequence of steps which begins with the fabrication of a composite made from carbon fibres and thermosetting resins and/or pitch. Densification reduces the level of porosity but a large amount of inhomogeneities, which are inherent to their microstructure, still remains in the fully densified material. This work reports free vibration analysis on different types of composites made with carbon fibre fabrics. In this work emphasis is placed to analyse the in-plane and through-the-thickness damping behaviour of a bi-directional CRFC composite made of carbon fibres and a resin carbon matrix, which is the mainly type used for aircraft brakes. Results showed variations in the damping behaviour in the in-plane and through-the-thickness orientations due to different fibre directions and different levels of defects. A dynamic modulus of ~12,5 GPa was found for the through-the-thickness direction, although for in-plane directions the dynamic modulus had a small difference, 10 GPa and 13,3 GPa, due to differences in fibre weaviness. These results were correlated with the microstructure which have a pronounced influence in the dynamic mechanical properties.*

*Keywords : Carbon-Carbon Composites, Dynamic mechanical properties, Damping behaviour, Dynamic modulus.*

### 1. Introduction

The fabrication process of Carbon Fibre Reinforced Carbon (CRFC) composites is rather complex, involving carbonisation of a matrix precursor followed by a densification process which results in improved properties of the composite in terms of density, modulus, strength, and adhesion between the carbon fibre and the matrix (Windhorst, 1997). These CRFC composites are intended to be utilised as structural material in the aerospace structures under several loading conditions. As a consequence, their dynamic mechanical properties are important characteristics besides commonly used parameters (e.g., strength and Young's modulus).

Elastic constants are fundamental parameters for analysis, design, construction and control of structures. Sophisticated structural elements are used in the aerospace industry, and the determination of those constants are a key factor. Design engineers are increasing the usage of composites in their projects because of the gains in weight reduction, strength and stiffness optimization. As a consequence, a proper determination of elastic constants for composites, which possess a higher number of elastic constants compared to isotropic materials, is a key issue.

Conventional techniques used to obtain elastic constants, such as static tests, give rise to non-uniform stress or strain states in the specimen during testing, and are also limited because a higher number of elastic constants have to be determined. As a consequence they are not so convenient as tools for composites characterisation. The non-destructive character of the dynamic test and low levels of the applied load allow repeating the tests on the same specimen and thus make the dynamic modulus measurement an ideal tool for evaluate elastic properties. On the other hand, as stated by Lou (2000), the study of vibration damping is useful for structures because it mitigates hazards, increases comfort of people who use the structure, and enhances the reliability and performance of structures. One of the first works in damping of carbon materials was published as a review by Tsuzuku (1976) where it was investigated the damping behaviour of nuclear graphites.

With the advent of CFRC composites in the sixties and their increasing usage as structural material it was necessary to improve or use new methods for characterisation of the various forms of these materials and one of the most promising techniques is the dynamic mechanical analysis. Getting elastic constants by traditional static methods have inherent difficulties for these materials. As a matter of fact, the research literature had addressed this matter in their many facets (Serizawa, 1993; Manocha, 1998; Ribeiro, 1999; Cerný, 2000; Hou, 2000; Wang, 2000).

Testing parameters and environmental factors such as amplitude, frequency, and temperature are factors that affect both the dynamic modulus and the damping values of a composite. The resonant frequency has been used as a parameter for detection of localized defects in carbon fibre/epoxy composites and also to evaluate quality of the adhesion between fibre/matrix (Ni – 1984, Wu – 1998). Four primary mechanisms have been suggested to contribute to damping in composites (Jang – 1994): (a) viscoelastic response of the constituents, (b) friction at the fibre-matrix interface, (c) thermoelastic damping due to cyclic heat flow, and (d) damage initiation and growth. The damping ratio of a composite is dictated primarily by the viscoelastic and microplastic phenomena in the matrix and relative slipping at the fibre-matrix interface. Other mechanisms that influence damping in composites are the relative proportions of the matrix and the reinforcement, dimensions of cracks and voids, orientation of the reinforcement with respect to the loading axis, and surface treatments of the reinforcement (Wang, 2000). The anisotropy in CFRC composites enables one to measure the elastic properties of specimens cut at various orientations (Manocha, 1998). The dynamic Young's modulus depends mainly on the fibres, the shear modulus was governed additionally also by matrix and interface (Hou, 2000, Cerný, 2000).

High performance aircraft brakes discs are made of CFRC composites. The discs are flat and made by preform of carbon fibres and a carbon matrix. The preform is usually obtained by stacking plies of carbon fabrics, needled or not, and the matrix is usually pyrolytic carbon, resin carbon, or a mixture of these. The aim of the present work is to investigate the in-plane and through-the-thickness damping behaviour of a CRFC composites made with a carbon fabric and a resin carbon matrix. The vibration characteristics and parameters obtained from the damping tests showed that the composite is nearly isotropic in relation to elastic modulus, but there is a pronounced difference in damping behaviour.

## 2. Experimental Set-up

### 2.1. Material

The CFRC composite used in this work has the trade name of KKarb Type A and was provided by Kaiser Aerotech Inc. The material was provided as a flat plate with dimensions of 300x300x12 mm, and according to manufacture's data it has a 4 harness satin fabric (4HS) pattern in a resin carbon matrix. A fabric weave is composed of two main directions, warp direction which is related to the straight bundles of fibres, and fill direction which is related to sequential cross over kinks perpendicular to the warp direction. The fibre volume fraction is estimated as 45%. The material was appropriately trimmed from the plate to dimensions suitable for vibration tests, as shown schematically in Figure 1A. The two main fabric directions (warp and fill) of the composite were used for the tests. Two prismatic samples were taken from the composite plate, as seen in Figure 1A. Directions 1 and 2 are related to the plane of reinforcement fabric and direction 3 is referred to through-the-thickness. A representation for these directions are draw in Figure 1B. The plane of reinforcement fabric was designated by letter P, and through-the-thickness was designated by letter E. Composite bulk density was obtained by sample's physical dimensions and weight.

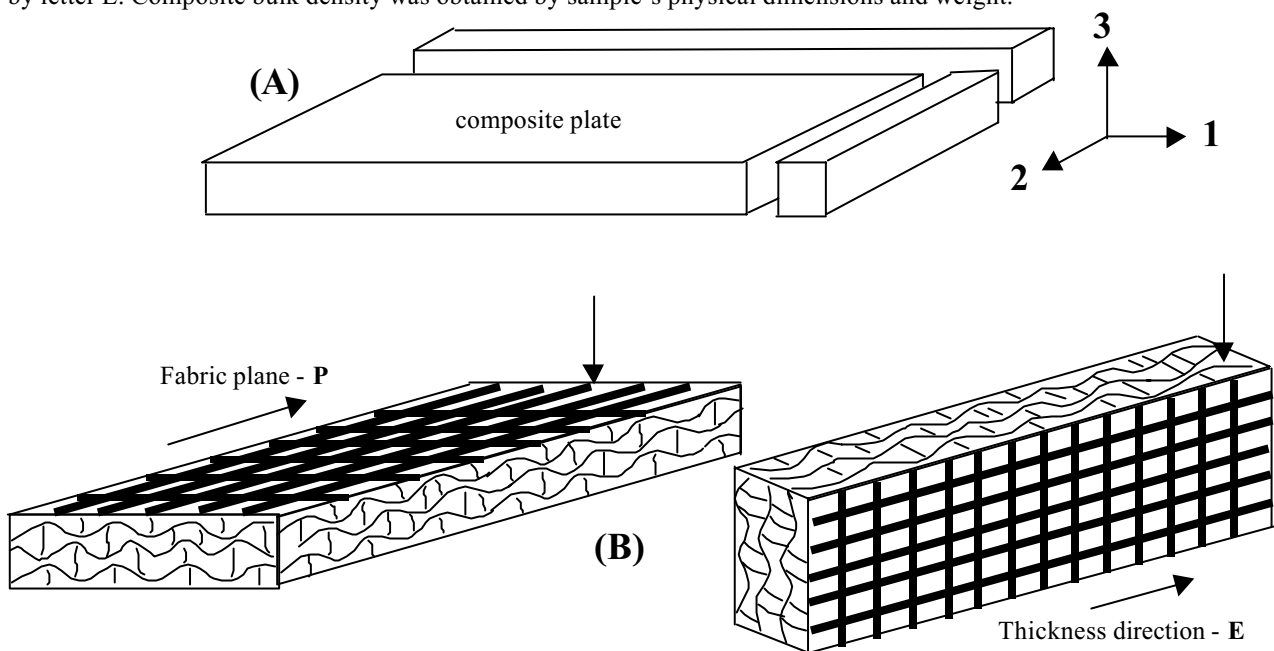


Figure 1 – Cutting directions, 1 and 2, from the composite plate (A), and directions of vibrations tests (B), fabric plane direction (P) and through-the-thickness (E) direction..

The samples were identified by their direction of testing, as follows:

CCP1 – CRFC Composite from sample direction 1, tested in the plane of fabric.

CCE1 – CFRC Composite sample direction 1, tested perpendicular to the plane of fabric (through-the-thickness)

CCP2 – CFRC Composite from sample direction 2, tested in the plane of fabric.

CCE2 – CFRC Composite sample direction 2, tested perpendicular to the plane of fabric (through-the-thickness)

**2.2. Test set-up**

Dynamic testing of physical models is employed for determining qualitatively and quantitatively the dynamical behavior characteristics of structures. The two types of dynamical behavior which are of primary importance in structural applications are free vibration and forced response. This work used the free vibration technique which is very straightforward to implement and has been describe elsewhere (Ribeiro, 1999, Pina, 2000). Anyway, the main concepts are revised in this work. A vibration measurement generally requires several hardware components (Inman, 1989). The basic hardware elements consists of a source of excitation for providing a known input to the structure, a transducer to convert the mechanical motion of the structure into an electrical signal, a signal conditioning amplifier to match the characteristics of the transducer to the input electronics of the digital data acquisition system, and a workstation in which signal processing programs reside.

In this work, the physical model submitted to the free vibration analysis was a clamped composite beam. The type of excitation employed was the transient one implemented with a hammer blow, a relatively simple means of exciting the structure into vibration, and the free vibration was measured by a piezoelectric accelerometer attached on the free-end beam, as shown schematically in Figure 2. The following hardware components were used in the free vibration measurements :a piezoelectric Brüel Kjaer accelerometer type 4375, signal conditioning amplifier Brüel Kjaer type 2626 , sixteen channel 51.2 Ksa/s Digitizer plus DSP Hewlett Packard E1432A, VXI mainframe Hewlett Packard E1401B and a microcomputer

As the first resonant frequency is predominant in the response measured, we approached our continuous system analysis to a single degree-of-freedom (SDOF) system, with a natural frequency  $\omega_n$ . The Figure 3 shows the response of an underdamped SDOF systems, where the motion is oscillatory with a decaying amplitude.

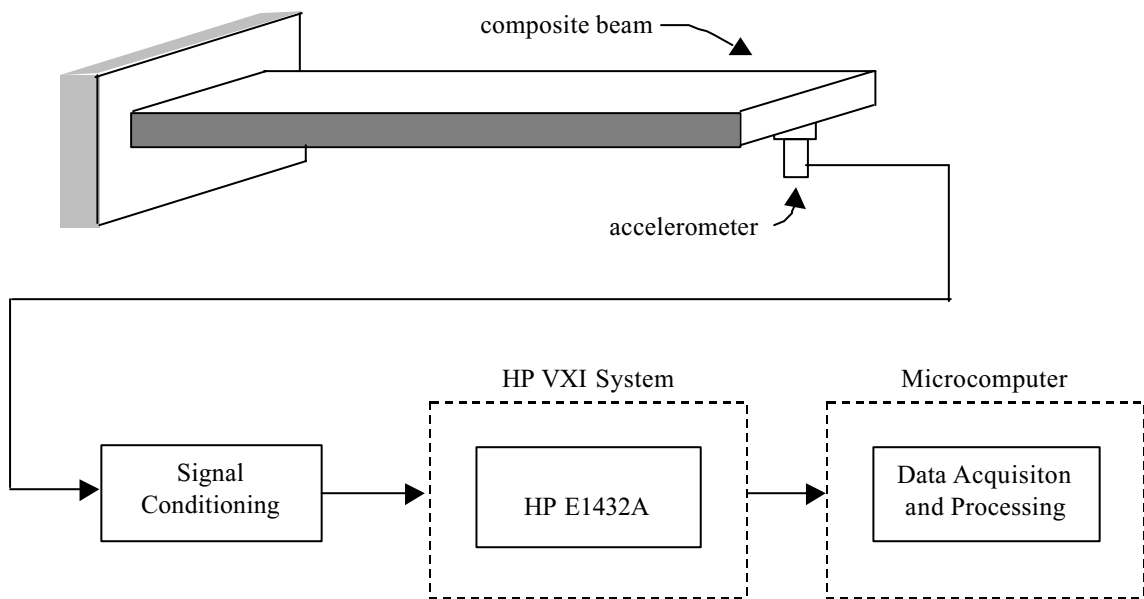


Figure 2 – Experimental set-up for the dynamic test of a composite beam.

The method used for determining the damping factor,  $\xi$ , is the logarithmic decrement method, where the logarithmic decrement ( $\Delta$ ) is defined by (Craig, 1981):

$$\Delta = \ln \left( \frac{u_p}{u_q} \right) = \xi \omega_n T_d \tag{1}$$

The  $u_p$  and  $u_q$  are the successive amplitudes. The  $T_d$  is the damped natural period, given by :

$$T_d = \frac{2\pi}{\omega_d} \tag{2}$$

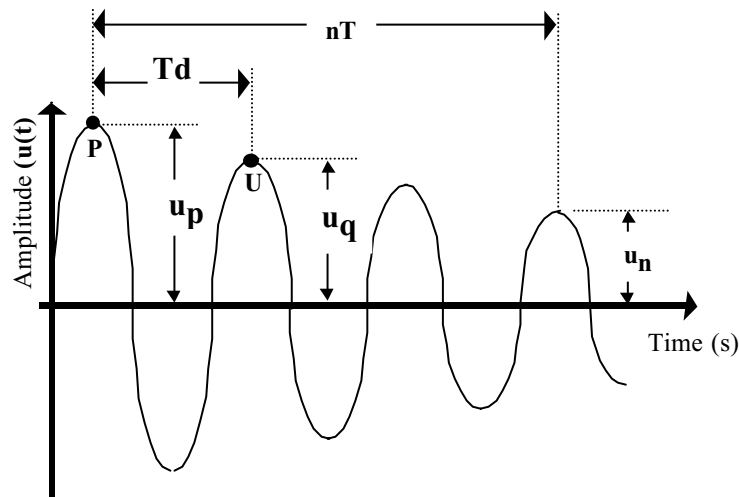


Figure 3 – Response of an underdamped SDOF system.

The  $\omega_d$  is the damped natural frequency given by :

$$\omega_d = \omega_n \sqrt{1 - \zeta^2} \tag{3}$$

where  $\omega_n$  is called undamped natural frequency. For small damping ( $\zeta < 0,2$ ), and in this case  $\omega_d \approx \omega_n$ , enabling the damping factor to be obtained from :

$$\zeta \approx \left( \frac{1}{2P} \right) \ln \left( \frac{u_p}{u_q} \right) \tag{4}$$

The majority of engineering materials, except elastomers, exhibit low damping and, as a consequence, the logarithmic decay have a value lower the one ( $\Delta < 1$ ), and one can relate the logarithmic decay with storage modulus and loss modulus approximately by the equation (3) (Hertzberg , 1976):

$$\Delta \cong P \frac{E''}{E'} \tag{5}$$

where,  $E''$  is the loss modulus and  $E'$  is the storage modulus. The storage modulus can be determined by equation (4), as following :

$$E' = \frac{4P^2 \cdot f_n^2}{3.I} \left[ M + \frac{33}{140} \cdot m \right] L^3 \left[ 1 + \frac{\Delta^2}{4P^2} \right] \tag{6}$$

where:

$f_n = \omega_n/2\pi$ ,  $I =$  inertia moment of the beam ( $I=b.h^3/12$ ),  $M =$  mass of the beam under vibration,  $m =$  mass of accelerometer ,  $L =$  length of the beam specimen,  $\Delta =$  logarithm decay

The loss coefficient can be calculated by:

$$\eta = \tan \delta = \Delta/\pi = E''/E' = 2\zeta \tag{7}$$

### 3. Results and Discussion

The results for resonant frequencies, damping ratio, storage and loss modulus and  $\tan \delta$  are shown in Table 1. The type of carbon fibre used during the manufacture of the composite has a key influence in the Young's modulus of the composite, whatever is the type of fabric weave pattern. The low dynamic modulus observed in all directions tested of the composite indicates that it was made by using of a low modulus carbon fibre, since equivalent CFRC composites made with ex-PAN fabric exhibit a Young's modulus over 50 GPa (Manocha, 1998), at the same volume fraction of

fibres. Considering the measurements in the plane direction (P), the higher Young's modulus for CCP2 composite (13,3 GPa) is associated with the warp direction, and the lower Young's modulus for the CCP1 composite (9,95 GPa) is associated with the fill direction. The fill direction has kinks (density of cross overs) in each four fibre bundles of the warp (straight fibre bundles) which causes a reduction in the Young's modulus in relation to this direction.

Young's modulus in the through-the-thickness direction from both directions of the composite, 1 and 2, have similar results, 12,2 and 12,7 GPa, respectively, indicating that elastic properties in this direction is influenced mainly by the straight fibre bundles. This also indicates that fabric pattern is balanced, i.e., there is an equivalent number of fibre bundles in the warp and fill directions and, as a consequence, fibre volume fraction have the same magnitude in both directions.

Table 1. Results from free vibration analysis of CFRC-4HS composite, (w = width, t = thickness, l = length)

Composite directions⇒	CCP1	CCE1	CCP2	CCE2
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )			1,42	
Beam dimension (mm) ( w x t x l )	15x13,5x210	13,5x15x210	15x13x196	13x15x196
Resonant Frequency (Hz)	122	150	142	160
$\Delta$	0,09603	0,17266	0,35970	0,14630
E' (GPa)	9,95	12,20	13,30	12,70
E'' (GPa)	0,301	0,670	1,53	0,60
$\eta$ (Tan $\delta$ )	0,0302	0,0550	0,1145	0,0465
$\zeta$	0,00855	0,02542	0,08000	0,01900

The results from Table 1 are a direct consequence of the microstructure of the material. During the steps of CFRC composite manufacture, impregnation and moulding may entrap air in between the fabric layers, and also during pyrolysis of the resin precursor. Inevitably resin shrinkage and fibre/resin thermal expansion mismatch lead to microstructural defects, such as microcracking and porosity. Pores are mainly situated in between fabric layers, while microcracks are composed of intrabundle cracks perpendicular to fabric layers and fibre/matrix debonding cracks which are mainly parallel to fabric layers. These site defects are responsible for the energy absorbing processes which takes place in the composite. Results for loss modulus indicate that there is a relative higher proportion of energy absorbing processes in the warp plane direction (CCP2) than in any other direction tested, and consequently a higher Tan  $\delta$  (0,1145) is observed for this direction.

It is not reported in the literature the relative contributions to energy absorbing processes in composites, and particularly for CFRC composites, when positions and directions of cracks and pores are considered. The most probable explanation for the higher loss modulus in the warp plane direction is the amount of cross over kinks from the fill direction and the fibre/matrix debonding. They are in turn parallel to straight bundles of the warp direction, which are responsible for a more pronounced contribution to energy losses. Composite modulus is a direct function of fibre volume fraction. The lowest modulus found is for CCP1 sample (fill direction) means that fibre volume fraction in this direction can be lower than for CCP2 sample (warp direction). This also means that fabric weave is not balanced, i.e., there is a higher amount of fibre bundles per length in warp direction than in fill direction, which in turn have a lower storage modulus.

Decay curves are a direct consequence of the energy absorbing mechanisms found in each material. In the CFRC composite used in this work, pores and microcracks besides fibre/matrix friction, are the most important microstructure features that differentiate the energy dissipation and damping behaviour from one sample to another, since they are spread out all over the material and other parameters remains constant (type of fibre used, heat treatment, type of carbon matrix, etc). The relative contributions for each mechanism to energy losses is still a matter of research. Figure 5 shows relative positions for fibre bundles and cracks. Jortner (1992) found that for a typical fully processed CFRC composites made of 5HS laminates and resin matrix carbon have a transverse crack length of the same order of magnitude as their tow thickness in the laminate. This is equivalent to a crack length of ~0,2 mm. The corresponding crack spacing, between two neighboring cracks, for this kind of composite laminate is in between 0,06 and 0,3 mm, and 50% of the crack spacing is equivalent to 1,8 mm. These crack parameters are not different for the composite samples tested in this work, since they have a similar fabric pattern and the same carbon matrix type. It can observe that relative positions of the fibres and the cracks for the sample tested are very important and have an influence in the patterns of decay curves under free vibration, shown in Figures 6 to 9. As mentioned before, the predominant frequency in vibration measurements showed in Figures 6 to 9 are relative to the first natural vibration mode from each specimen. Higher amplitudes in the decay curve are more associated with measurements in the warp direction, samples CCP2 and CCE2, than in the fill direction, samples CCP1 and CCE1. Besides the higher number of fibre bundles in the warp direction they are less undulated than fibre bundles in fill direction, and this is the most probable reason for the higher amplitudes. When comparing only measurements in through-the-thickness direction results, storage modulus and loss modulus have quite close results, indicating that crack direction, as indicated in Figure 5 do not have a significant influence in dynamic properties for the composite studied.

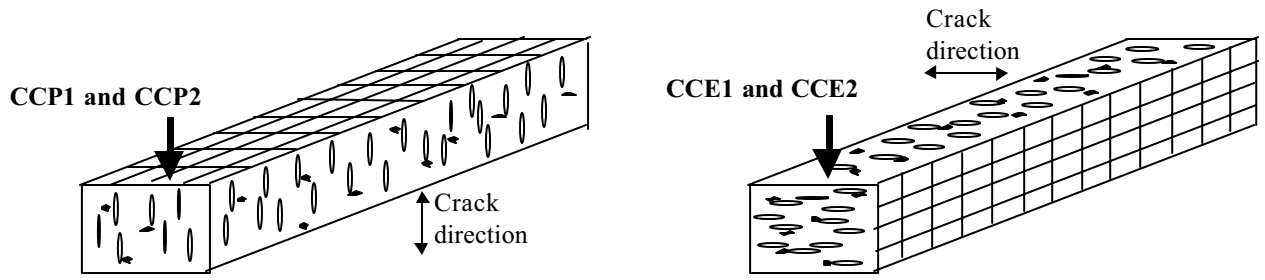


Figure 5 – Relative positions for CFRC composites tested in-plane and through-the-thickness directions.

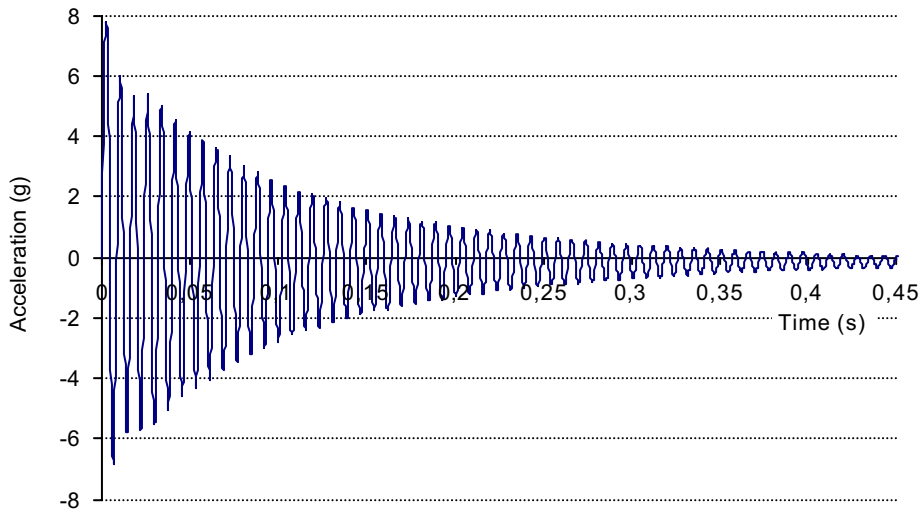


Figure 6 – Response curve for CCP1 composite

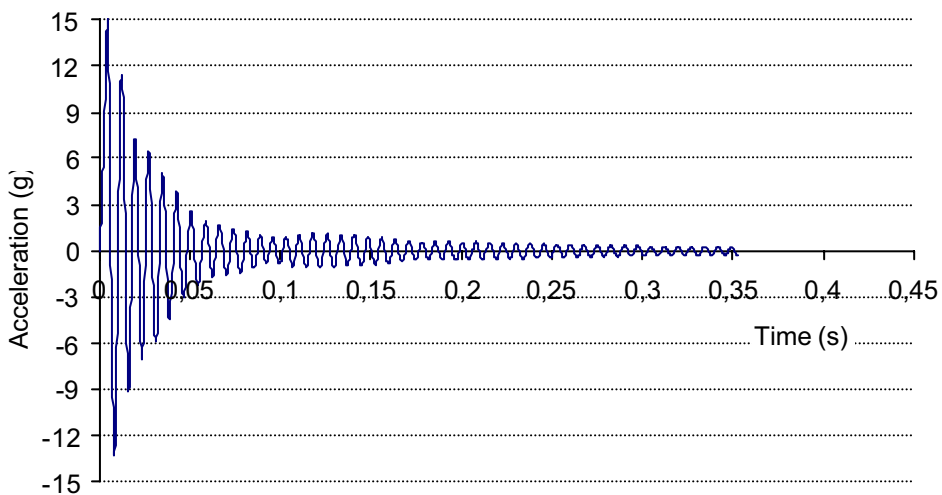


Figure 7 – Response curve for CCP2 composite

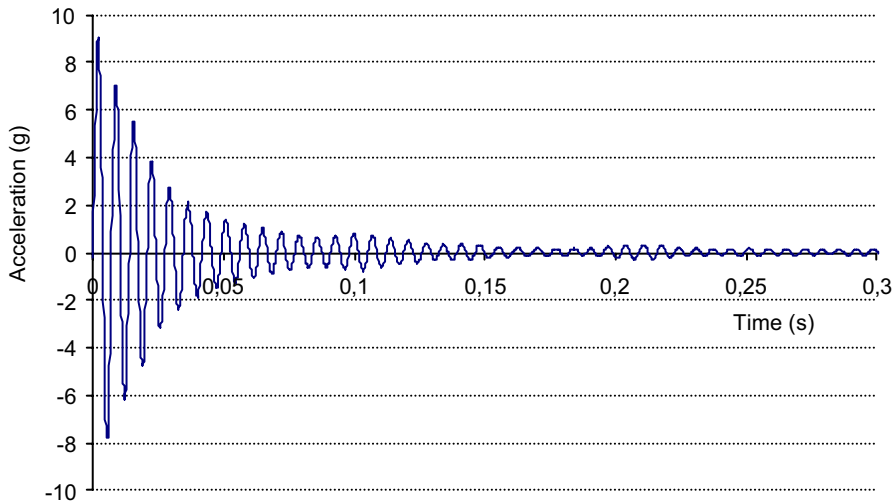


Figure 8 – Response curve for CCE1 composites.

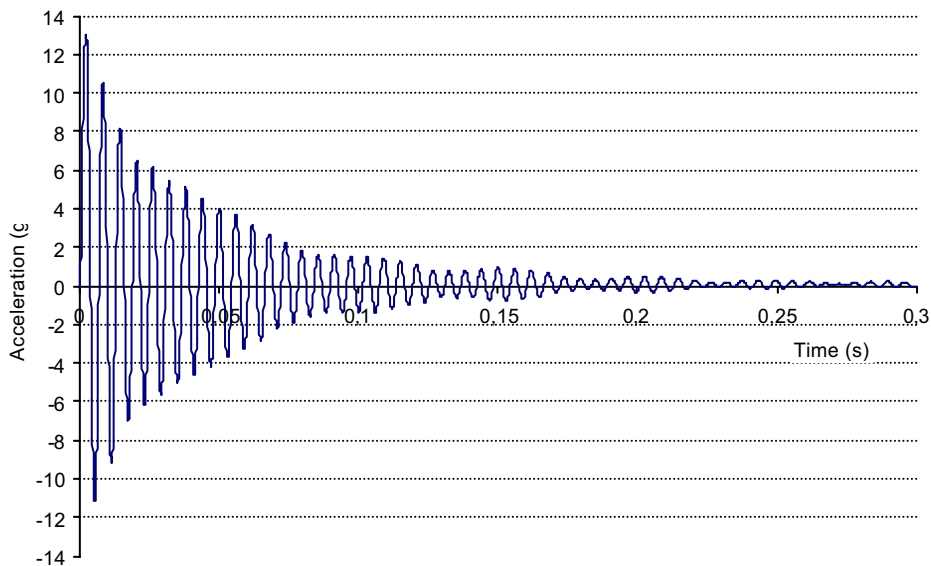


Figure 9 – Response curve for CCE2 composite

**4. Conclusion**

Free vibration technique gives a very good assessment to the dynamic mechanical properties of composites. The method offers advantages over the conventional static test because low deformation is applied to the sample. Dynamic modulus and loss modulus are sensitive to weave pattern and measurement direction. In-plane and through-the-thickness dynamic mechanical properties were measured for a 2D CRFC composite. These properties are governed by particular components of the composite microstructure (fibres, matrix, interfaces, voids and cracks). In-plane storage modulus for warp direction was 13,7 GPa, and for fill direction was 9,95 GPa. These differences were due to lower volume fraction of fibres in fill direction. Through-the-thickness storage modulus were similar for both warp and fill direction, 12,7 GPa and 12,2 GPa respectively showing that relative position of cracks had only a slight influence in dynamic properties and internal friction.

**5. Acknowledgement**

The authors wish to express their thanks to FAPESP, Proc. Nº 00/04359-3.



## 6. References

- Cerný, M., Glogar, P., Manocha, L. M., 2000, "Resonant frequency study of tensile and shear elasticity moduli of carbon fibre reinforced composites (CFRC)", *Carbon*, Vol. 38, pp. 2139-2149.
- Craig Jr., R. R., 1981, "Structural Dynamics, An Introduction to Computer Methods", John Wiley & Sons, Inc, USA.
- Gu, W., Wu, H. F., Kampe, S. L., Lu, G. Q., 2000, "Volume fraction effects on interfacial adhesion strength of glass-fiber-reinforced polymer composites", *Materials Science and Engineering*, A277, pp. 237-243.
- Hertzberg, R. W., 1976, "Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials", John Wiley & Sons, Inc. , New York-USA.
- Hou, X., Li, H., Shen, J., Wang, C., and Zhu, Z., 2000, "Effects of microstructure on the internal friction of carbon-carbon composites", *Materials Science and Engineering*, A286, pp. 250-256.
- Imman, D. J., 1989; "Vibration With Control, Measurement, and Stability", Prentice Hall-USA.
- Jang, B. Z., 1994, "Vibration Testing and Damping Analysis in Composites", Chap. 10, in *Advanced Polymer Composites*, ASM International.
- Jortner, J., 1992, "Microstructure of cloth-reinforced Carbon-Carbon laminates", *Carbon*, Vol. 30, No.2, pp. 153-163.
- Luo, X., Chung, D. D. L., 2000, "Vibration damping using flexible graphite", *Carbon*, Vol. 38, pp. 1499-1524.
- Jang, B. Z., 1994, *Vibration Testing and Damping Analysis in Composites*, Ch. 10, in *Advanced Polymer Composites*. ASM International, USA.
- Manocha, L. M., Glogar, P., Cerný, M., 1998, "Dynamic Elastic Properties of 2D C/C Composites Studied by the Resonant Frequency Technique", *International Symposium of Carbon*, pp. 454-455, Tokyo-Japan.
- Manocha, L. M. and Bahl, O. P., 1988, Influence of Carbon fiber Type and Weave Pattern on the Development of 2D Carbon-Carbon Composites, *Carbon*, Vol. 26, No. 1, pp. 13-21.
- Ni, R. G. , Adams, R. D., 1984, *Journal of Composite Materials*, Vol. 18, pp. 104-.
- Nohara, E. L. , 1998, Estabelecimento de Parâmetros de Processamento de Compósitos CRFC Aplicados na Área de Elementos de Fricção, *Dissertação de Mestrado*, Instituto Tecnológico de Aeronáutica.
- Pina, S.R.O., 2000, Processamento de Compósitos C-SiC via Pirólise Polimérica para Aplicações Termo-estruturais", *Dissertação de Mestrado*, INPE.
- Ribeiro, M.; Pina, Pina, S. R. O.; Pardini, L. C.; Dias, J. C.; Takaoka F<sup>o</sup>, M., Damping Evaluation of Structural Carbon Reinforced Composites", 15<sup>o</sup> Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, 22-26/Nov., Águas de Lindóia-SP.
- Serizawa, H.; Kohyama, A and Sato, S., 1993, "Effect of Heat Treatment Temperature on Young's Modulus and Internal Friction of C/C Composites, Proc. 9<sup>th</sup> International Conf. On Composite Materials (ICCM/9), *Composites Modelling and Processing Science*, pp. 524-531, Ed. A. Miravete.
- Tsuzuku, T. and Saito, M. H.; 1976, "Internal Friction Studies on Graphites", *Chemistry and Physics of Carbon*, Ed. P. A. Throver, Vol. 4 , Marcel Dekker, Inc.
- Vaidya, U. K., Raju, P. K. and Kowbel, W. , 1992, "Material Damping Studies on Carbon-Carbon Composites", *Carbon*, Vol. 30, No. 6, pp. 925-929.
- Wang, C. ; Zhu, Z. ; Hou, X. ; Li, H., 2000, "Damping characteristics of CVI-densified carbon-carbon composites", *Carbon*, Vol. 38, pp. 1821-1824.
- Windhorst, T., Blount, G., 1997, "Carbon-carbon composites: a summary of recent developments and applications", *Materials & Design*, Vol. 18, No. 1, pp. 11-15.
- Wu, H. F.; Gu, W.; Lu, G. Q., Kampe, S. L., 1998, "Non-destructive characterisation of fibre-matrix adhesion in composites by vibration damping", *Journal of Materials Science*, Vol. 32, pp. 1795-1798.

# ON THE INELASTIC BEHAVIOR OF SOLIDS

**Fernando P. Duda**

Universidade Federal do Rio de Janeiro, PEM/COPPE/UFRJ,  
fduda@ufrj.br

**Angela C. Souza**

Universidade Federal Fluminense, LMTA/TEM/UFF,  
angela@mec.uff.br

**Abstract.** *Using the framework of modern continuum mechanics, we develop a finite-strain theory for the macroscopic inelastic behavior of solids. A new kinematical scalar field is introduced, meant to represent - even if in a summary way - the microstructure. A non-standard force system, the microforce system, dual to the new degree of freedom, is axiomatically introduced. The theory is based on the standard force and moment balances; the microforce balance; a mechanical version of the second law that includes, via the microforces, the power expended during microstructural changes; the traditional multiplicative decomposition of the deformation gradient; a linking between the inelastic strain and the microstructural field by means of a kinematical constraint; suitable constitutive equations. The notions of yield stress, yield condition, and elastic range are obtained from the microforce balance, and include both rate and non-local effects. The emphasis here are on determining those results which rely on features common to a wide class of inelastic behaviors rather than on specific and detailed features of any particular case. The theory is illustrated by applying it to single-slip crystalline plasticity and twinning.*

**Keywords.** *inelastic solids, microstructure, order parameter.*

## 1. Introduction

This paper deals with a continuum theory for the macroscopic inelastic behavior of solids at finite strain. The inelastic behavior considered here arises as a consequence of structural rearrangements on the microscale, as in the case of plasticity, twinning and stress induced phase transformations.

Within the scheme of modern continuum mechanics, the macrokinematics is described by the motion of the material particles  $\mathbf{y}$  whereas the microkinematics is described by the microstructural field  $\alpha$ . The motion of the material particles may be induced by both elastic and inelastic deformation mechanisms, where the later is due to structural rearrangements. Thus, we assume that the total, elastic and inelastic strains are related to each other through the Kroner-Lee decomposition (multiplicative decomposition of the deformation gradient). In addition to the standard force system, which acts in response to macrokinematical changes, our theory involves the nonstandard microforce system, which acts in response to microkinematical changes. The basic laws of our theory are the force and moment balances, the microforce balance and the dissipation inequality, which takes into account, via the microforces, the power expended during microstructural changes. The balance laws, when supplemented by constitutive assumptions consistent with the dissipation inequality, yield the governing equations of the theory. An important constitutive assumption concerns the inelastic strain. Here, we assume that there is a kinematical constraint between the inelastic strain and the microstructural field. Such constraint is maintained by a reaction microforce, which generalizes the concept of resolved shear stress. The notions of yield stress, yield condition, and elastic range, that include both rate and non-local effects, are obtained from the microforce balance. The theory is illustrated by applying it to single-crystal plasticity and twinning.

This work was based on the model developed by Fried and Gurtin, 1994 (see also Gurtin, 1996 and Svendsen, 1999) to cover inelastic behavior. Some ideas developed by Gurtin (1998, 2000) and Grach et al, 1998, were influential to the treatment of the inelastic behavior presented here. A related approach to the inelastic behavior of materials was given by Rajagopal and Srinivasa (1998a, 1998b).

The paper is organized as follows: In Section 2 the kinematics is presented. Then, we introduce, the basic laws in Section 3. We consider the constitutive equations in Section 4, where the constitutive assumptions are introduced and, by using the Coleman-Noll procedure, restrictions on the constitutive equations are obtained. In Section 5, as a consequence of the microforce balance, evolution equations are obtained. The versatility of the theory is illustrated in Section 6 by applying it to single crystal plasticity and twinning.

We have adopted the notation commonly used in continuum mechanics (Gurtin, 1981). Symbols and quantities are defined on the first time they appear.

## 2. Kinematics

Let  $\mathcal{B}$  be a body identified with the bounded region of space it occupies in a fixed reference configuration. A motion of  $\mathcal{B}$  is a smooth mapping

$$\mathbf{x} = \mathbf{y}(\mathbf{X}, t), \quad (1)$$

one-to-one at each  $t$ , with deformation gradient  $\mathbf{F} = \nabla \mathbf{y}$  consistent with  $\det \mathbf{F} > 0$ . In (1)  $\mathbf{X}$  is an arbitrary material point and  $\mathbf{x}$  is the corresponding spatial point in the current configuration  $\mathcal{B}_t = \mathbf{y}(\mathcal{B}, t)$ .

We use the conventional multiplicative decomposition

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \mathbf{F}_p, \quad \text{with} \quad \det \mathbf{F}_p > 0, \quad (2)$$

of  $\mathbf{F}$  into elastic and inelastic components  $\mathbf{F}_e$  and  $\mathbf{F}_p$ . Neither  $\mathbf{F}_e$  nor  $\mathbf{F}_p$  is, in general, the gradient of a deformation. In the case of a single crystal, the elastic component  $\mathbf{F}_e$  of  $\mathbf{F}$  describes the deformation of the lattice, whereas the inelastic component  $\mathbf{F}_p$  describes the deformation due to dislocations.

For later use, we define the following quantities:

$$\mathbf{C}_e = \mathbf{F}_e^T \mathbf{F}_e, \quad \mathbf{E}_e = \frac{1}{2}(\mathbf{C}_e - \mathbf{I}) \quad \text{and} \quad \mathbf{L}_p = \dot{\mathbf{F}}_p \mathbf{F}_p^{-1}, \quad (3)$$

where  $\mathbf{I}$  is the identity tensor,  $\mathbf{A}^T$  denotes the transpose of the tensor  $\mathbf{A}$ ,  $\mathbf{A}^{-1}$  denotes the inverse of the tensor  $\mathbf{A}$  and  $\dot{u} = \frac{\partial u}{\partial t}$ , for any function  $u$ .

For the sake of simplicity, we assume that the microstructure is described by a single scalar field  $\alpha$ , with gradient

$$\mathbf{p} = \nabla \alpha. \quad (4)$$

## 3. Basic Laws

In this section we introduce the basic laws of the theory: the standard force balance, the microforce balance, and the dissipation inequality. A detailed treatment of the subject can be found elsewhere (see, for example, Fried and Gurtin, 1994, 1999, and Gurtin, 1996).

### 3.1 Standard Force System

We characterize the standard force system by the first Piola-Kirchhoff stress  $\mathbf{S}$  and by the body force per unit volume  $\mathbf{b}$  (inertia forces are included in  $\mathbf{b}$ ), both measured in the reference configuration. Then, the standard force and moment balances are, respectively:

$$\begin{aligned} \int_{\partial \mathcal{P}} \mathbf{S} \mathbf{n} \, dA + \int_{\mathcal{P}} \mathbf{b} \, dV &= \mathbf{0}, \\ \int_{\partial \mathcal{P}} (\mathbf{x} - \mathbf{x}_0) \times \mathbf{S} \mathbf{n} \, dA + \int_{\mathcal{P}} (\mathbf{x} - \mathbf{x}_0) \times \mathbf{b} \, dV &= \mathbf{0}, \end{aligned} \quad (5)$$

where  $\mathcal{P}$  is an arbitrary part of  $\mathcal{B}$ ,  $\mathbf{n}$  the unitary exterior normal to the boundary of  $\mathcal{P}$  ( $\partial \mathcal{P}$ ),  $\mathbf{x}_0$  is an arbitrary spatial point and  $\mathbf{a} \times \mathbf{c}$  represents the vectorial product of the vectors  $\mathbf{a}$  and  $\mathbf{c}$ . In local form, the standard force and moment balances are respectively:

$$\begin{aligned} \text{Div} \mathbf{S} + \mathbf{b} &= \mathbf{0}, \\ \mathbf{S} \mathbf{F}^T &= \mathbf{F} \mathbf{S}^T, \end{aligned} \quad (6)$$

where  $\text{Div}$  denotes the divergence operator in the reference configuration.

The working of the standard forces on a part  $\mathcal{P}$  is given by the classical relation:

$$\mathcal{W}_s(\mathcal{P}) = \int_{\partial \mathcal{P}} \mathbf{S} \mathbf{n} \cdot \dot{\mathbf{y}} \, dA + \int_{\mathcal{P}} \mathbf{b} \cdot \dot{\mathbf{y}} \, dV = \int_{\mathcal{P}} \mathbf{S} \cdot \dot{\mathbf{F}} \, dV, \quad (7)$$

where  $\mathbf{A} \cdot \mathbf{B} = \text{tr}(\mathbf{A}^T \mathbf{B})$ , for  $\mathbf{A}$  and  $\mathbf{B}$  tensors, and  $\mathbf{a} \cdot \mathbf{c}$  is the usual internal product for the vectors  $\mathbf{a}$  and  $\mathbf{c}$ . The last equality is obtained by using (6)<sub>1</sub>. Taking (2), (3) and (6)<sub>2</sub> into account,

$$\mathbf{S} \cdot \dot{\mathbf{F}} = \Sigma \cdot \dot{\mathbf{E}}_e + \mathbf{C}_e \Sigma \cdot \mathbf{L}_p, \quad (8)$$

with

$$\Sigma = \mathbf{F}_e^{-1} \mathbf{S} \mathbf{F}_p^T. \quad (9)$$

The symmetric stress measure  $\Sigma$  is defined on the intermediate configuration. In the context of crystal plasticity (Gurtin, 2000),  $\Sigma$  is the lattice stress.

### 3.2 Microforce System

The microforce system is characterized by the microstress vector  $\xi$ , the (scalar) internal microforces  $\pi^i$ , the (scalar) external microforce  $\pi^e$ . The microforce system is constrained by the microforce balance

$$\int_{\partial\mathcal{P}} \xi \cdot \mathbf{n} \, dA + \int_{\mathcal{P}} (\pi^e + \pi^i) \, dV = 0, \quad (10)$$

which in local form is:

$$\text{Div } \xi + \pi^i + \pi^e = 0. \quad (11)$$

The working of the microforces on a part  $\mathcal{P}$  is given by:

$$\mathcal{W}_m(\mathcal{P}) = \int_{\partial\mathcal{P}} (\xi \cdot \mathbf{n}) \dot{\alpha} \, dA + \int_{\mathcal{P}} \pi^e \dot{\alpha} \, dV = \int_{\mathcal{P}} (\xi \cdot \dot{\mathbf{p}} - \pi^i \dot{\alpha}) \, dV, \quad (12)$$

where the last equality is obtained by using (11).

### 3.3 Dissipation Inequality

Within the present purely mechanical context, the Second Law, or Dissipation Inequality, takes the form

$$\overline{\left( \int_{\mathcal{P}} \dot{\psi} \, dV \right)} \leq \mathcal{W}_s(\mathcal{P}) + \mathcal{W}_m(\mathcal{P}), \quad \text{for each part } \mathcal{P}, \quad (13)$$

where  $\psi$  is the free energy per unit referential volume. From (7) and (12), the corresponding local form is given by

$$\dot{\psi} - \Sigma \cdot \dot{\mathbf{E}}_e - \mathbf{C}_e \Sigma \cdot \mathbf{L}_p - \xi \cdot \dot{\mathbf{p}} + \pi^i \dot{\alpha} \leq 0. \quad (14)$$

## 4. Constitutive Theory

We consider the standard force balance (6), the microforce balance (11) and the dissipation inequality (14) as basic in the sense that they govern a broad spectrum of materials. Particular materials are defined through constitutive equations. We use (14) to discover what quantities must be prescribed by a constitutive equations.

As the inelastic strain is induced by microscale processes, it is assumed that:

$$\mathbf{L}_p = \dot{\alpha} \mathbf{G}(\alpha). \quad (15)$$

Then, from (15), the dissipation inequality (14) can be written as:

$$\dot{\psi} - \Sigma \cdot \dot{\mathbf{E}}_e - \xi \cdot \dot{\mathbf{p}} + \pi \dot{\alpha} \leq 0, \quad (16)$$

where:

$$\tau = \mathbf{C}_e \Sigma \cdot \mathbf{G} \quad \text{and} \quad \pi = \pi^i - \tau. \quad (17)$$

The parameter  $\tau$  is the resolved stress, and in crystal plasticity is the resolved shear stress.

Thus, we conclude that  $\psi$ ,  $\Sigma$ ,  $\xi$  and  $\pi$  must be prescribed by constitutive equations. We consider equations giving  $\psi$ ,  $\Sigma$ ,  $\xi$  and  $\pi$  at any given point and time when

$$\sigma = (\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}, \dot{\alpha}) \quad (18)$$

are known at that point and time, i.e.,

$$\psi = \hat{\psi}(\sigma), \quad \Sigma = \hat{\Sigma}(\sigma), \quad \xi = \hat{\xi}(\sigma), \quad \pi = \hat{\pi}(\sigma), \quad (19)$$

where  $\hat{\psi}$ ,  $\hat{\Sigma}$  and  $\hat{\xi}$  are smooth functions. A key point of our approach concerns with the smoothness of the function  $\hat{\pi}$ . It is assumed that  $\hat{\pi}$  is smooth on  $(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p})$ , but piecewise smooth on  $\dot{\alpha}$ , with a jump discontinuity at  $\dot{\alpha} = 0$ . Thus, it can be shown that the function  $\hat{\pi}$  admits the general representation:

$$\hat{\pi}(\sigma) = -B^\pm(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}) - \beta^\pm(\sigma) \dot{\alpha}, \quad (20)$$

where  $B^+(B^-)$  and  $\beta^+(\beta^-)$  correspond to  $\dot{\alpha} > 0$  ( $\dot{\alpha} < 0$ ).

The previous assumption on  $\hat{\pi}$  means that  $\dot{\alpha} = 0$  defines a partial constraint, therefore, when  $\dot{\alpha} = 0$ ,  $\pi$  is chosen in order to satisfy the microforce balance.

To simplify the notation, from now on we omit the "hats" on the constitutive functions.

Taking (19) into account, we can write that:

$$\dot{\psi} = \partial_{\mathbf{E}_e} \psi \cdot \dot{\mathbf{E}}_e + \partial_{\alpha} \psi \dot{\alpha} + \partial_{\mathbf{p}} \psi \cdot \dot{\mathbf{p}} + \partial_{\dot{\alpha}} \psi \ddot{\alpha}, \quad (21)$$

where  $\partial_b \Psi(a, b, \dots, c)$  denotes the partial derivative with respect to  $b$  of the function  $\Psi(a, b, \dots, c)$ . Thus, (16) can be rewritten as

$$(\partial_{\mathbf{E}_e} \psi - \Sigma) \cdot \dot{\mathbf{E}}_e + (\partial_{\mathbf{p}} \psi - \xi) \cdot \dot{\mathbf{p}} + (\partial_{\alpha} \psi + \pi) \dot{\alpha} + \partial_{\dot{\alpha}} \psi \ddot{\alpha} \leq 0. \quad (22)$$

Then, assuming that (22) must be fulfilled for all constitutive processes, we obtain, after using the Coleman-Noll procedure, that

$$\partial_{\dot{\alpha}} \psi = 0, \quad \Sigma = \partial_{\mathbf{E}_e} \psi, \quad \xi = \partial_{\mathbf{p}} \psi, \quad (23)$$

together with the reduced dissipation inequality:

$$\mathcal{D} = -(\partial_{\alpha} \psi + \pi) \dot{\alpha} \geq 0. \quad (24)$$

From (20), (24) is given by:

$$\mathcal{D} = (A^{\pm} + \beta^{\pm} \dot{\alpha}) \dot{\alpha} \geq 0 \quad \text{where} \quad A^{\pm} = B^{\pm} - \partial_{\alpha} \psi. \quad (25)$$

In order to satisfy (25), it is assumed that:

$$A^+ \geq 0 \quad (A^- \leq 0) \quad \text{corresponds to} \quad \dot{\alpha} > 0 \quad (\dot{\alpha} < 0) \quad \text{and} \quad \beta^+ = \beta^- = \beta \geq 0. \quad (26)$$

In addition, from (17)<sub>1</sub> and (23)<sub>2</sub>, we have:

$$\tau = \tau(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}) = \mathbf{C}_e \partial_{\mathbf{E}_e} \psi \cdot \mathbf{G}(\alpha). \quad (27)$$

## 5. Yield Stress, Yield Conditions and Elastic range

In this section we obtain the evolution equation for  $\alpha$  as a consequence of the microforce balance, under the constitutive assumptions adopted here. The evolution equation for  $\mathbf{F}_p$  is obtained from (3)<sub>3</sub> and (15).

For the sake of simplicity we assume that  $\pi^e = 0$ .

We suppose that the free energy is given by:

$$\psi(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}) = W(\mathbf{E}_e, \alpha) + \phi(\alpha, \mathbf{p}). \quad (28)$$

When  $\dot{\alpha} = 0$ ,  $\pi$  is not prescribed by a constitutive equation, and it is chosen to satisfy the microforce balance, i.e., from (11), (17)<sub>2</sub>, (23) and (28):

$$\pi = -\tau - \text{Div} \partial_{\mathbf{p}} \phi. \quad (29)$$

Otherwise, when  $\dot{\alpha} \neq 0$ , from (17)<sub>2</sub>, (23)<sub>3</sub>, (20) and (25)<sub>2</sub>, the microforce balance (11) is given by:

$$\text{Div} \partial_{\mathbf{p}} \psi + \tau - \partial_{\alpha} \psi - A^{\pm} - \beta \dot{\alpha} = 0, \quad (30)$$

or, equivalently, from (28):

$$f = \tau - \partial_{\alpha} W = \partial_{\alpha} \phi + A^{\pm} + \beta \dot{\alpha} - \text{Div} \partial_{\mathbf{p}} \phi. \quad (31)$$

This equation can be interpreted as follows: the driving force  $f$  balances the non-dissipative resistance  $\partial_{\alpha} \phi$ , the frictional resistance  $A^{\pm}$  and the "drag" resistance  $\beta \dot{\alpha}$ , and the non-local resistance  $-\text{Div} \partial_{\mathbf{p}} \phi$ . In a rheological model, with  $\alpha$  identified with the horizontal position of a massless block,  $f$  corresponds to an external force whereas  $\partial_{\alpha} \phi$ ,  $\beta \dot{\alpha}$  and  $A^{\pm}$  correspond to the resistances of a spring, of a dashpot and of a frictional slider, respectively. There is no counterpart to the non-local resistance  $-\text{Div} \partial_{\mathbf{p}} \phi$  in this rheological model.

By defining the flow stresses

$$Y^{\pm} = \partial_{\alpha} \phi + A^{\pm} - \text{Div} \partial_{\mathbf{p}} \phi, \quad (32)$$

we conclude, from (31), that

$$Y^- \leq f \leq Y^+ \quad (33)$$

implies  $\dot{\alpha} = 0$ , where the equality holds only if  $\beta \neq 0$  (rate-dependent case). Conversely, we assume that  $\dot{\alpha} = 0$  implies (33), with the equality holding only if  $\beta = 0$  (rate-independent case). Therefore, we conclude that if  $\beta \neq 0$ ,  $\dot{\alpha} = 0$  if and only if (33) holds.

From (32), we observe that in the general case the flow stresses  $Y^\pm$  depends on  $(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}, \nabla \mathbf{p})$  and thus non-local effects are considered. In this case, we define the Elastic Range, for a fixed  $(\alpha, \mathbf{p}, \nabla \mathbf{p})$ , as been the set of all  $\mathbf{E}_e$  such that

$$Y^-(\mathbf{E}_e) < f(\mathbf{E}_e) < Y^+(\mathbf{E}_e). \quad (34)$$

Now, we turn our attention to the obtention of the evolution equation for  $\alpha$  in both rate-depedent and rate-independent cases. In the first case, the microforce balance ((31), (32)) is equivalent to

$$\beta \dot{\alpha} = \begin{cases} f - Y^+ & \text{if } f > Y^+, \\ 0 & \text{if } Y^- \leq f \leq Y^+, \\ f - Y^- & \text{if } f < Y^-, \end{cases} \quad (35)$$

which represents the kinetic equation for  $\alpha$ .

In the rate-independent case, the microforce balance gives

$$\begin{cases} \dot{\alpha} \geq 0 & \text{if } f = Y^+, \\ \dot{\alpha} = 0 & \text{if } Y^- < f < Y^+, \\ \dot{\alpha} \leq 0 & \text{if } f = Y^-. \end{cases} \quad (36)$$

The kinetic equation for  $\alpha$  is obtained from the consistency conditions:

$$\dot{f} = \dot{Y}^\pm. \quad (37)$$

These conditions are interpreted as follows: suppose that that  $f = Y^+$  ( $f = Y^-$ ). If  $\dot{\alpha} > 0$  ( $\dot{\alpha} < 0$ ), this equality must remain and therefore,  $\dot{f} = \dot{Y}^+$  ( $\dot{f} = \dot{Y}^-$ ). Thus, we arrive at the following conditions:

$$\begin{cases} \dot{\alpha} > 0 & \text{if } f = Y^+ \quad \text{and} \quad \dot{f} = \dot{Y}^+, \\ \dot{\alpha} = 0 & \text{if } \begin{cases} Y^- < f < Y^+, \\ f = Y^+ \quad \text{and} \quad \dot{f} < \dot{Y}^+, \\ f = Y^- \quad \text{and} \quad \dot{f} > \dot{Y}^-, \end{cases} \\ \dot{\alpha} < 0 & \text{if } f = Y^- \quad \text{and} \quad \dot{f} = \dot{Y}^-. \end{cases} \quad (38)$$

## 6. Applications

Our objective in this section is briefly outline some applications of the framework previously developed to single crystal plasticity and twinning.

### 6.1 Crystal Plasticity

We consider plastic deformation exclusively due to gliding of dislocations in a single slip system. This system is defined by the glide direction  $\mathbf{s}$  and by the slip-plane normal  $\mathbf{m}$ , where  $\mathbf{s}$  and  $\mathbf{m}$  are orthonormal and constant vectors in the lattice configuration. The orientation tensor is:

$$\mathbf{M} = \mathbf{s} \otimes \mathbf{m}. \quad (39)$$

In the slip-based model  $\alpha$  is identified with the microshear, and in the dislocation-based model  $\alpha$  is the dislocation density. To define the kinematical constraint (15), appropriate choices for  $\mathbf{G}$  are considered:

$$\mathbf{G} = g(\alpha)\mathbf{M}. \quad (40)$$

In the slip-based model,

$$g(\alpha) = 1, \quad (41)$$

and in the dislocation-based model

$$g(\alpha) = K_1 \quad \text{or} \quad g(\alpha) = \frac{1}{K_2\sqrt{\alpha} - K_3\alpha}, \quad (42)$$

whenever this last equation makes sense. The equation  $(42)_1$  was used by Grach et al, 1998 and  $(42)_2$  was used by Kocks, 1976 (see also Estrin, 1998). The coefficients  $K_1$ ,  $K_2$  and  $K_3$  are material constants.

From  $(3)_3$ , the kinematical constraint represents the classical flow rule:

$$\dot{\mathbf{F}}_p = \dot{\alpha}g(\alpha)\mathbf{M}\mathbf{F}_p, \quad (43)$$

and, from  $(17)_1$ , the resolved stress:

$$\tau = g(\alpha)\mathbf{C}_e\partial_{\mathbf{E}_e}\psi \cdot \mathbf{M}. \quad (44)$$

## 6.2 Twinning

For a recent survey about twinning see Christian and Mahajan, 1995. The treatment presented here is similar to the one given by Rajagopal and Srinivasa, 1995, 1997.

In this case,  $\alpha$  represents the volume fraction of the material corresponding to the converted phase, with  $\alpha = 0$  if the material is untwinned and  $\alpha = 1$  if the material is completely twinned. Also, we assume that  $\mathbf{F}_p$  is the volume average of the deformation gradients of the untwinned and fully twinned materials. In other words, we assume that

$$\mathbf{F}_p = (1 - \alpha)\mathbf{I} + \alpha\mathbf{H}, \quad (45)$$

where  $\mathbf{H}$  is the gradient of the mapping between the natural configuration of the untwinned material and that of the fully twinned material (twinning strain in the crystalline case). Thus,

$$\mathbf{G} = (\mathbf{H} - \mathbf{I})\mathbf{F}_p^{-1}. \quad (46)$$

From  $(17)_1$  and  $(31)$  we have:

$$f = \mathbf{C}_e\Sigma \cdot (\mathbf{H} - \mathbf{I})\mathbf{F}_p^{-1} - \partial_\alpha W. \quad (47)$$

Also, as  $\alpha \in [0, 1]$ , we choose  $A^+(\mathbf{E}_e, \alpha > 1, \mathbf{p}) = +\infty$  and  $A^-(\mathbf{E}_e, \alpha < 0, \mathbf{p}) = -\infty$ . In particular, we have:

- The nucleation criterion for twinning:  $f(\mathbf{E}_e, 0, \mathbf{p}) > Y^+(\mathbf{E}_e, 0, \mathbf{p})$ ;
- The nucleation criterion for detwinning:  $f(\mathbf{E}_e, 1, \mathbf{p}) < Y^-(\mathbf{E}_e, 1, \mathbf{p})$ ;
- The propagation criterion for twinning:  $f(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}) > Y^+(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p})$ ;
- The propagation criterion for detwinning:  $f(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}) < Y^-(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p})$ ;
- The criterion for (de)twinning arrest:  $Y^-(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}) \leq f(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p}) \leq Y^+(\mathbf{E}_e, \alpha, \mathbf{p})$ .

## 7. Conclusions

In this paper we obtained a finite-strain theory for the inelastic behavior of solids. The inelastic behavior considered here is due to changes of the microstructure, which was described by a single scalar field. The theory was based on the standard force and moment balances; the microforce balance; a mechanical version of the second law that includes, via the microforces, the power expended during microstructural changes; the traditional multiplicative decomposition of the deformation gradient; a linking between the inelastic strain and the microstructural field by means of a kinematical constraint; suitable constitutive equations. The notions of yield stress, yield condition, and elastic range were obtained from the microforce balance, where both rate and non-local effects were considered. The theory was illustrated by applying it to single-slip plasticity and twinning.

In our view, this theory takes a first step towards a model encompassing not only relevant microscale processes, but also rate and non-local effects. In the near future, we intend to extend and apply the present theory to study material instability phenomena in solids.

## 8. Acknowledgements

The support of this research by the FUJB-UFRJ and CNPq (F.P. Duda) and by the FAPERJ (A.C. Souza) is gratefully acknowledged.

## References

- Christian J.W. and Mahajan S., 1995, Deformation twinning, *Progress in Materials Science*, Vol.39(1/2), 1–157.
- Estrin Y., 1998, Dislocation theory based constitutive modelling: foundations and applications, *J. Mater. Proc. Technol.*, Vols.80-81, 33–39.
- Fried E. and Gurtin M.E., 1994, Dynamic solid-solid transitions with phase characterized by an order parameter, *Physica D*, Vol.72, 287–308.
- Fried E. and Gurtin M.E., 1999, Coherent solid-state phase transitions with atomic diffusion: A thermomechanical treatment, *J. Stat. Phys.*, Vol.95:(5-6), 1361–1427.
- Grach G.M., Lusk M.T. and Bammann D.J., 1998, An energetic framework for dislocations production and inelastic deformations, Submitted.
- Gurtin M.E., 1981, *An Introduction to Continuum Mechanics*, Academic Press, New York.
- Gurtin M.E., 1996, Generalized Ginzburg-Landau and Cahn-Hilliard equations based on a microforce balance, *Physica D*, Vol.92, 178–192.
- Gurtin M.E., 1998, On a gradient theory of crystalline plasticity, Res. Rept. 98-CNA-004, Math. Dept., Carnegie-Mellon U., Pittsburgh.
- Gurtin M.E., 2000, On the plasticity of single crystals: free energy, microforces, plastic-strain gradients, *J. Mech. Phys. Solids.*, Vol.48:(5), 989–1036.
- Kocks U.F., 1976, Laws for working hardening and low-temperature creep, *Eng. Mater. Technol.*, Vol.98, 76–85.
- Rajagopal K.R. and Srinivasa A.R., 1995, On the inelastic behavior of solids - Part I: twinning, *Int. J. of Plasticity*, Vol.11(6), 653–678.
- Rajagopal K.R. and Srinivasa A.R., 1997, Inelastic behavior of materials - Part II: energetics associated with discontinuous deformation twinning, *Int. J. of Plasticity*, Vol.13(1/2), 1–35.
- Rajagopal K.R. and Srinivasa A.R., 1998a, Mechanics of the inelastic behavior of materials - Part 1: Theoretical underpinnings, *Int. J. of Plasticity*, Vol.14(10-11), 945–967.
- Rajagopal K.R. and Srinivasa A.R., 1998b, Mechanics of the inelastic behavior of materials - Part 2: Inelastic response, *Int. J. of Plasticity*, Vol.14(10-11), 969–995.
- Svendsen B., 1999, On the thermodynamics of thermoelastic materials with additional scalar degrees of freedom, *Continuum Mech. Therm.*, Vol.11:(4), 247–262.



## EVOLUÇÃO TÉRMICA DE PRECIPITADOS DE CU-AL NA PRESENÇA DE BOLHAS DE HE PRODUZIDAS POR IMPLANTAÇÃO DE ÍONS

### Gerson Feldmann

PGCIMAT/UFRGS – Av. Bento Gonçalves 9500, Cx.P. 15051, CEP 91501-970 Porto Alegre, RS.

e-mail:feldmann@if.ufrgs.br

### Ana Camila Santos dos Santos

Instituto de Física/UFRGS – Av. Bento Gonçalves 9500, Cx.P. 15051, CEP 91501-970 Porto Alegre, RS.

### Shay Reboh

Escola de Engenharia – Praça Argentina, 09, CEP:90.040-020

### Olinda Joaquim de Freitas

Instituto de Física/UFRGS – Av. Bento Gonçalves 9500, Cx.P. 15051, CEP 91501-970 Porto Alegre, RS.

### Paulo F.P. Fichtner

Escola de Engenharia – Praça Argentina, 09, CEP:90.040-020

### Fernando C. Zawislak

Instituto de Física/UFRGS – Av. Bento Gonçalves 9500, Cx.P. 15051, CEP 91501-970 Porto Alegre, RS.

**Resumo.** Investigamos a influência de bolhas de He na nucleação e crescimento de precipitados de Cu-Al, na forma de placas, produzidos por implantação iônica de Cu e He em Al. A concentração inicial de pico de Cu e He foi de 2 at%, produzindo uma camada coincidente a aproximadamente 200 nm da superfície. Antes das implantações as amostras foram submetidas a eletropolimento para produzir superfícies planas. Após as implantações, parte das amostras foi submetida a tratamentos térmicos em alto vácuo a temperaturas de 200°C a 280°C por 5h. Estas temperaturas foram escolhidas para garantir a formação da fase metaestável de interesse. O perfil de cobre foi determinado por Espectroscopia de Retroespalhamento Rutherford (RBS), e o perfil de Hélio foi determinado por Análise por Recuo Elástico (ERDA). A morfologia e a fase dos precipitados, bem como o tamanho das bolhas foi determinado por Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM). Em todas os casos analisados, observamos a formação de um denso aglomerado de bolhas de Hélio com diâmetro médio de aproximadamente 1.6 nm e desvio padrão de 0.4 nm. Observamos um comportamento comum de crescimento dos precipitados com aumento da temperatura. Porém, nas amostras contendo He a taxa de crescimento foi reduzida, resultando em precipitados menores. A 280°C, essa diferença chegou a um fator aprox. 2. Esse efeito é discutido considerando-se a redução na concentração de vacâncias na matriz, ocasionada pela nucleação das bolhas de He.

**Palavras chave:** Al-Cu, crescimento de precipitados, bolhas de He, implantação de íons.

### 1. Introdução

Os efeitos de gases inertes em metais e ligas têm sido estudados durante os últimos 30 anos ou mais em conexão com a estabilidade mecânica de materiais de interesse para a indústria nuclear. Por outro lado, nos últimos 10 anos a implantação de gases inertes tem sido amplamente utilizada como uma ferramenta da “engenharia de superfícies”, sendo relacionada a processos como os de pulverização de superfícies (“sputtering”), de mistura por feixes de íons (“ion beam mixing”) ou de difusão auxiliada pela irradiação. Mais recentemente, novas aplicações da tecnologia de implantação iônica introduziram o conceito de “engenharia de defeitos”, tendo despertado um novo interesse na implantação de gases inertes em materiais. Em semicondutores, a implantação de gases inertes tem sido empregada como técnica de aprisionamento local de impurezas, para a melhoria do desempenho de dispositivos [Fichtner et al 1997], como técnica de corte preciso de semicondutores (“smart cut”) ou como auxílio na relaxação estrutural de filmes finos epitaxiais. Em aço, a implantação de gases inertes pode proporcionar um incremento da estabilidade térmica de precipitados de carbo-nitretos, onde a temperatura de dissolução dos precipitados aumenta em mais de 60°C em relação às temperaturas previstas no diagrama de fases de equilíbrio [Ramos et al 1989 e 1994]. Até o presente ainda não há uma explicação ou modelo para descrever os mecanismos que ocasionam tal estabilização.

O problema de nucleação e crescimento de bolhas de He em Al tem sido estudado principalmente em Al de alta pureza e em filmes finos. Nesta matriz a concentração de defeitos praticamente se restringe a vacâncias da rede cristalina. Jäger et al [Jäger et al 1982 e 1983] e Manzke et al [Manzke et al, 1983] utilizaram a técnica de perda de energia de elétrons (EELS – *Electron Energy-Loss Spectroscopy*) em conjunto com TEM para estudar os mecanismos de crescimento em temperaturas de 20°C a 500°C, e para estimar a densidade do gás nas bolhas em função da temperatura de recozimento, encontrando valores de pressão extremamente altos, acima da pressão de equilíbrio. Para temperaturas até 200°C, sugeriram que as bolhas relaxam a sua pressão interna pela emissão de discordâncias e átomos auto-intersticiais. Para temperaturas mais altas o crescimento das bolhas ocorre através de processos termicamente ativados, como a absorção de vacâncias térmicas e a migração e coalescência de bolhas.

Neste trabalho, investigamos o efeito do He na nucleação e crescimento de precipitados de Al-Cu formados pela implantação de  $\text{Cu}^+$  em uma matriz de Al, em continuidade a experimentos realizados anteriormente [Feldmann et al, 2000 e 2001].

## 2. Resultados Experimentais e Discussão

Neste experimento, amostras de Al policristalino 99,999% foram implantadas com cobre a temperatura ambiente (RT), dose de  $2 \times 10^{16} \text{ Cu.cm}^{-2}$  e energia de 285 keV. Produziu-se uma região supersaturada de Cu a aproximadamente 180 nm da superfície. A concentração de pico obtida foi de  $\approx 2 \text{ at \% Cu}$ . Posteriormente, algumas dessas amostras foram implantadas com  $\text{He}^+$  a temperatura ambiente, com doses de  $5 \times 10^{15}$ ,  $1 \times 10^{16}$  e  $2 \times 10^{16} \text{ He.cm}^{-2}$ . A energia utilizada foi de 20 keV, calculada pelo programa TRIM 90 [Ziegler et al, 1985] para produzir uma região implantada coincidente com o cobre. Dessa forma, foram criadas amostras implantadas somente com cobre, que chamaremos de  $\text{Al}(\text{Cu})$ , e amostras implantadas com cobre e hélio, chamadas de  $\text{Al}(\text{Cu}+\text{He})$ . Após as implantações, parte das amostras foi submetida a *recozimento* por 3h ou 5h em temperaturas de  $200^\circ\text{C}$ ,  $250^\circ\text{C}$  ou  $280^\circ\text{C}$ . Estas temperaturas foram escolhidas para garantir a formação da fase  $\theta'$ . Investigamos a influência das bolhas de He na nucleação e no crescimento dos precipitados, variando a temperatura de *recozimento* e a concentração de He. O perfil de cobre foi determinado através de RBS com feixe de  $\text{He}^+$  de  $1,5 \text{ MeV}$ . A figura 1(a) mostra o espectro de RBS obtido nas amostras  $\text{Al}(\text{Cu})$  e  $\text{Al}(\text{Cu}+\text{He})$  como implantadas (*As imp*) e após *recozimentos* de 3h e 5h. Na Fig. (1b) mostramos o perfil de profundidade vs. concentração das mesmas amostras.

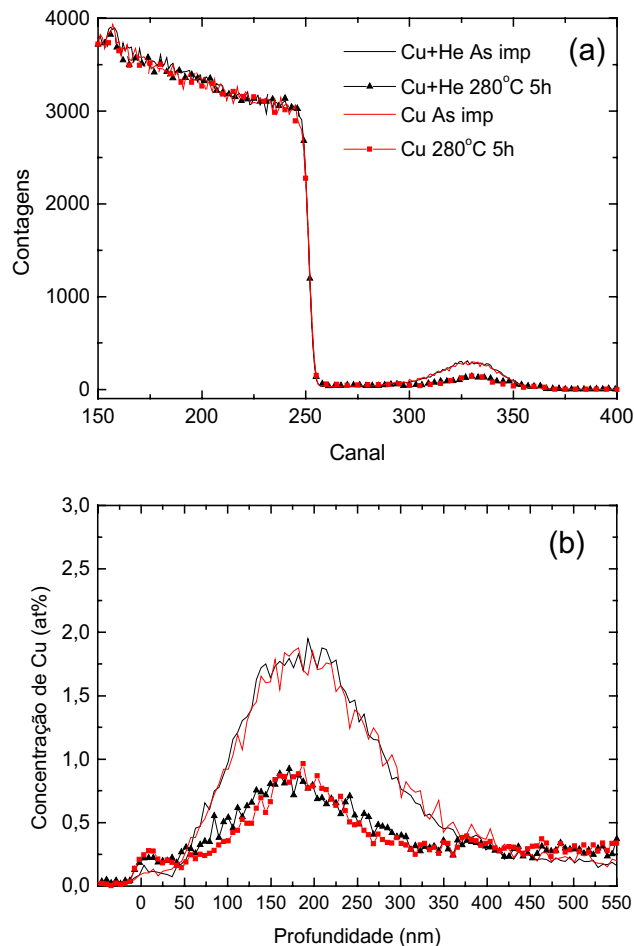


Figura 1. (a) Espectro de RBS obtido com  $\text{He}^+$  1,5 MeV das amostras com cobre e hélio (Cu+He) ou só cobre (Cu) como implantadas (*As imp*) e após *recozimento* de 5h a  $280^\circ\text{C}$ . (b) Perfil de concentração vs. profundidade nas mesmas amostras.

A implantação de He não alterou o perfil de Cu, indicando que não houve difusão provocada por irradiação. Após o *recozimento*, o cobre difundiu para a superfície e para o interior da amostra, formando uma solução com aproximadamente 0,2 at. % Cu, que corresponde ao limite de solubilidade sólida. Na região implantada, a concentração reduziu para 0,8 at. % Cu, mostrando que devemos esperar a presença de precipitados. A equivalência dos perfis de cobre nas amostras com e sem He mostra que a presença do He não afeta a difusão do cobre. Medidas posteriores com RBS de 3 MeV de  $He^{++}$ , mostraram que a quantidade de cobre na matriz se conserva, ou seja, não há perda na superfície da amostra.

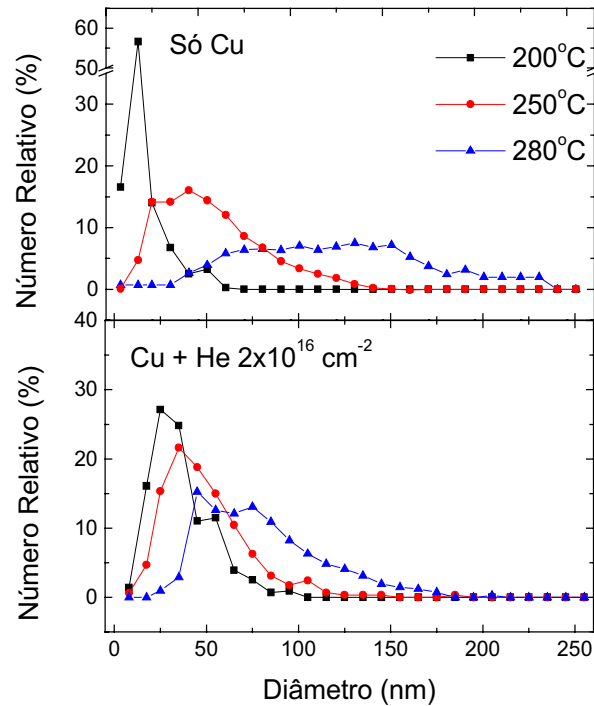


Figura (2). Evolução da Distribuição em Tamanho dos Precipitados (DTP).

O espectro de ERDA, obtido com feixe de C de 10 MeV mostra que a implantação de He resultou em um perfil de concentração aproximadamente gaussiano. Após o *recozimento* à temperatura de 280°C, o perfil de He não sofreu alterações significativas, considerando-se a baixa precisão de ERDA. Esse resultado indica que não houve redistribuição ou perda de He e, uma vez que o He é um difusor rápido, deduz-se que todo o He implantado está contido nas bolhas.

A partir do conjunto de micrografias obtidas por TEM, foram determinados o diâmetro e a espessura média dos precipitados. A Fig. (2) apresenta a evolução térmica da distribuição em tamanho dos precipitados (DTP), nos casos  $Al(Cu)$  e  $Al(Cu+He)$ . Nas amostras  $Al(Cu)$  a DTP apresenta o comportamento esperado. A distribuição inicial, com diâmetro médio ( $\langle d \rangle$ ) e dispersão ( $\sigma$ ) pequenos evolui para uma DTP com  $\langle d \rangle$  e  $\sigma$  grandes. No caso  $Al(Cu+He)$  a evolução da DTP ocorre de forma totalmente diferente. A 200°C a distribuição é mais larga do que no caso sem He, e com tamanho médio maior. A temperaturas mais altas obtivemos uma DTP mais estreita ( $\sigma$  menor) e com  $\langle d \rangle$  menor, se comparado com o caso sem hélio. Esses resultados indicam que o processo de crescimento dos precipitados ocorre mais lentamente na presença de He. As interações difusivas entre os precipitados são retardadas, resultando em uma DTP mais estreita e com tamanho médio menor.

Para aprofundar a investigação deste fenômeno, estudamos a evolução de  $\langle d \rangle$  e da espessura ( $\langle t \rangle$ ) com a temperatura, variando a concentração de He. Os resultados estão mostrados na Fig. (3). Na Fig.(3a) apresentamos os valores de  $\langle d \rangle$  e  $\langle t \rangle$ . Observa-se que, com o aumento da temperatura todas as amostras apresentam um crescimento dos precipitados. Porém, nas amostras  $Al(Cu+He)$  a taxa de crescimento é menor, especialmente acima de 250°C. A 200°C, os precipitados são maiores nas amostras  $Al(Cu+He)$ . No caso de maior concentração de He ( $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ ) a diferença de tamanho chega a  $\approx 2$ . A 280°C a situação é oposta. Os precipitados são menores nas amostras com  $Al(Cu+He)$ , também

por um fator  $\approx 2$ . A comparação fica mais evidente na Fig. (3b), em que apresentamos os valores dos diâmetros médios normalizados para o diâmetro médio das amostras *Al(Cu)* em cada temperatura. Ou seja, os valores na ordenada são dados por  $\langle d \rangle / \langle d \rangle_{Cu}$ . Com essa normalização, os valores acima da reta  $y=1$  indicam precipitados maiores

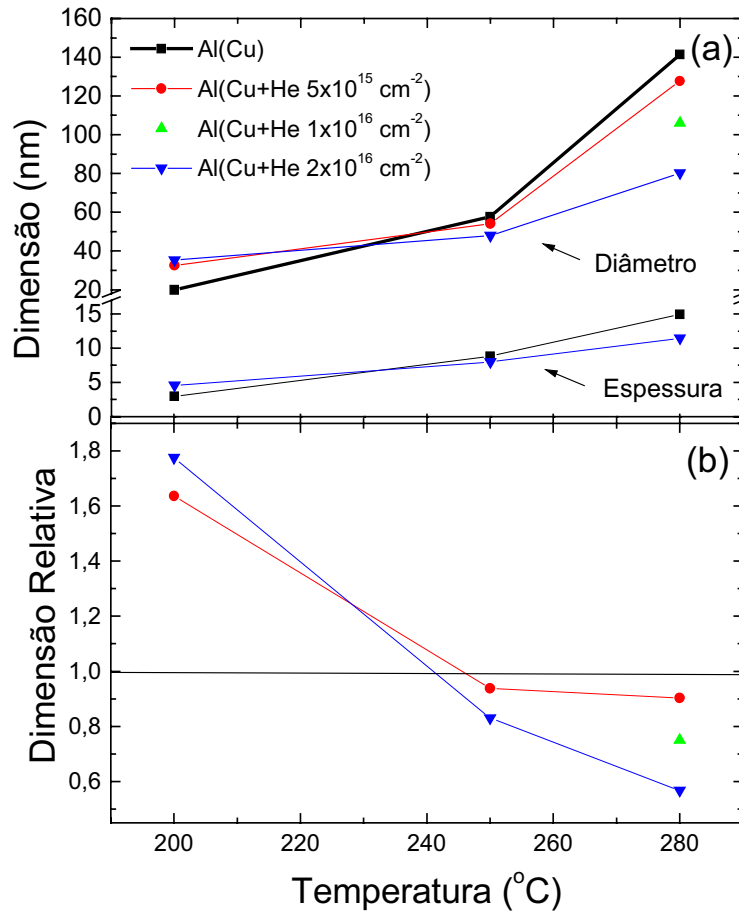


Figura 3:(a) Valores de  $\langle d \rangle$  e  $\langle t \rangle$ ; (b) diâmetro médio relativo à amostra *Al(Cu)*.

e os valores abaixo dessa reta indicam precipitados menores do que os existentes nas amostras *Al(Cu)*.

Os resultados obtidos nessa experiência mostram que a presença de He afeta a evolução dos precipitados de Al-Cu. O efeito é oposto nas temperaturas de 200°C, que corresponde aproximadamente à temperatura de nucleação da fase  $\theta'$ , e 280°C em que já houve crescimento dos precipitados que ainda são da fase  $\theta'$ . Conclui-se que o efeito é distinto na nucleação e no crescimento dos precipitados.

Neste ponto, é importante discutir alguns aspectos importantes da evolução das bolhas de He. Como citado acima vários autores mostraram que, nas condições utilizadas neste experimento, as bolhas nucleiam ainda durante a implantação, principalmente pela emissão de átomos auto-intersticiais e de discordâncias. Durante o recozimento o processo passa, já nos instantes iniciais, para a absorção de vacâncias térmicas e para migração e coalescência de bolhas. A concentração de vacâncias na matriz é reduzida pela absorção nas bolhas, pela recombinação com auto-intersticiais e pela captura em discordâncias, ambos emitidos durante a nucleação das bolhas. Dessa forma, a nucleação dos precipitados da fase  $\theta'$  ocorre em uma matriz com baixa concentração de vacâncias. Como visto acima, a nucleação de precipitados é fortemente influenciada pela concentração de vacâncias na matriz, aumentando a barreira de nucleação. No nosso sistema Al(Cu+He), o recozimento a 200°C resulta na nucleação de uma pequena quantidade de precipitados, que podem crescer rapidamente pela absorção de cobre na matriz. O resultado é um sistema com precipitados maiores em comparação com as amostras Al(Cu). Uma vez que a concentração de cobre é a mesma, como mostrado pelo RBS, concluímos que o número de precipitados é menor, o que concorda com a DTP da Fig. (2). Na temperatura de 280°C, o efeito do He deve ocorrer sobre o crescimento dos precipitados. As interações difusivas entre os precipitados dependem

da disponibilidade de vacâncias na matriz. Em uma situação de baixa concentração de vacâncias essas interações são retardadas, resultando em um sistema com precipitados menores na amostra Al(Cu+He) como mostram os dados da Fig. (3). Considerando novamente os resultados de RBS, concluímos que existem mais precipitados e que o tamanho médio é menor em comparação com a amostra Al(Cu), em concordância com a DTP.

### 3. Conclusão

Neste trabalho estudamos a influência da implantação de He na evolução térmica de um sistema de precipitados de Al-Cu. Nossos resultados mostram que a presença de bolhas de He produz efeitos opostos na nucleação e no crescimento dos precipitados. Na nucleação, os precipitados são maiores nas amostras com He, enquanto que após o crescimento os precipitados são menores nessas amostras, em comparação às amostras sem He. Ambos os efeitos foram discutidos considerando a redução na concentração local de vacâncias resultante da nucleação das bolhas de He.

### 4. Referências Bibliográficas:

- Feldmann G., Fichtner P.F.P. and Zawislak F.C., Nucl. Instr. and Meth. B 161 (2000) 1075.  
 Feldmann G., Fichtner P.F.P. and Zawislak F.C., Nucl. Instr. and Meth. B 171-177 (2001) 434-438.  
 Fichtner P.F.P., Kaschny J.R., Yankov R.A, Muklich A., Kreizig U. and Skorupa W., Appl. Phys. Lett. 70 (1997) 732-734.  
 Jäger W., Manzke R., Trinkaus H., Zeller R., Fink J. and Greclius G., Rad. Effects 78 (1983) 315-325.  
 Jäger W., Manzke R., Trinkaus H., Greclius G., Zeller R., Fink J. and Bay H.L., J. Nucl. Mat. 111/112 (1982) 674  
 Manzke R., Greclius G., Jager W., Trinkaus H. and Zeller R., Rad. Effects 78 (1983) 327.  
 Ramos S.M.M., Tese de doutorado, IF/UFRGS, 1994. Efeito da Irradiação de Carbonitretos com íons de gases inertes.  
 Ramos S.M.M., Amaral L., Behar M., Marest G., Vasquez A. and Zawislak F.C., Mater. Sci. Eng. A 115 (1989) 31.  
 Ziegler J.P., Biersack J.P. and Littmark U., The Stopping and Ranges of Ions in Solids, Pergamon Press, 1985. TRIM 90.

### THERMAL EVOLUTION OF CU-AL PRECIPITATES IN THE PRESENCE OF HE BUBBLES PRODUCED BY ION IMPLANTATION

#### Gerson Feldmann

Graduation Program in Materials Science (PGCIMAT) / UFRGS – Av. Bento Gonçalves 9500, Cx.P. 15051, Porto Alegre, RS.

Shay Reboh (\*)

Paulo F.P. Fichtner(\*)

(\*)Engineering School – Praça Argentina, 09, CEP:90.040-020

Olinda Joaquim de Freitas(\*\*)

Ana Camila Santos dos Santos(\*\*)

Fernando C. Zawislak (\*\*)

(\*\*)Institute of Physics/UFRGS – Av. Bento Gonçalves 9500, Cx.P. 15051, CEP 91501-970 Porto Alegre, RS.

**Abstract.** We investigate the influence of He bubbles on the thermal evolution of plate-like Cu-Al precipitates. Polycrystalline 99,999% Al foils were implanted to a peak concentration of 2 at.% Cu and He, with energies scaled to provide coincident projected profiles at 200 nm. Before the implantation, the samples were electropolished to mirror-like conditions. Pieces of these samples were furnace annealed for 5h at temperatures of 200, 250 and 280 °C. Control samples containing only He or only Cu were additionally prepared. The Cu and He concentration-depth profiles were characterized by Rutherford Backscattering (RBS) and Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA), respectively. Transmission Electron Microscopy was used to determine the size distribution of precipitates and bubbles. For all annealing temperatures and implantation cases (only He or Cu+He) we observe the formation of a dense array of cavities (He bubbles) presenting approximately the same mean radius of about 1.6 nm and standard deviation of about 0.4 nm. This retarded growth behavior is attributed to the formation of an overpressurized bubbles system. However, close to the precipitate-matrix interface the bubbles are about two times larger than those at the matrix. On the other hand, the presence of the He bubbles affects considerably the evolution of the precipitate system. Upon annealing at 280 °C, the mean precipitate dimensions in the sample containing only Cu are about two times larger than the Cu+He implanted samples. These effects are discussed in terms of an interaction between the bubbles and the precipitate systems mediated by vacancy fluxes.

**Keywords:** Al-Cu alloys, Precipitate coarsening, He bubbles, ion implantation.

## Influência da umidade, da cor do PET e da reciclagem nas propriedades mecânicas do compósito PET/PEAD

### Ana Cristina Amador de Faria,

Aluna de mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais - Departamento de Engenharia Mecânica Mecânica – Av. Antonio Carlos, 6672 30270-901 Belo Horizonte – Minas Gerais - Brasil.  
cristinaamador@ig.com.br

### Antônio Ferreira Ávila, Ph.D.

Professor Adjunto. Universidade Federal de Minas Gerais - Departamento de Engenharia Mecânica – Av. Antonio Carlos, 6672 30270-901 Belo Horizonte – Minas Gerais - Brasil.  
aavila@dedalus.lcc.ufmg.br

*Este trabalho tem como objetivo investigar a influência da umidade, do corante usado no PET e do número de reciclagens nas propriedades mecânicas, módulo de elasticidade, módulo de deformação volumétrica, módulo de cisalhamento, do compósito PET/PEAD. As garrafas de PET são selecionadas e separadas por cor, as cores selecionadas são duas: verde e incolor. Uma vez separadas as garrafas são trituradas e armazenadas. As tampas feitas de PEAD são separadas e trituradas. Os materiais triturados, PET e PEAD, são então, pesados e misturados, neste trabalho será analisada a proporção de PET/PEAD igual a 60/40. Para analisar a influência da umidade separou-se uma parte do compósito PET/PEAD para secagem. O processo de retirada da umidade consiste levar o compósito a uma estufa a temperatura de 100°C por 24 horas. Uma vez secado o material é extrudado, triturado, secado novamente e prensado. Corpos de prova são confeccionados com base na norma ASTM 3039D. Os módulos de elasticidade são então determinados para cada grupo de PET/PEAD. O processo se repete para a segunda, terceira e quarta reciclagens, e também para a cor verde e incolor. Os resultados são então comparados e correlações são traçadas. As correlações encontradas mostram que há uma variação na rigidez do PET/PEAD quando da reciclagem destes materiais.*

*Palavras chave: reciclagem, PET, PEAD, material compósito.*

### 1. Introdução

Hoje em dia, um dos grandes problemas dos centros urbanos é o acúmulo de lixo. Uma das formas de se resolver este problema é através da coleta seletiva do lixo possibilitando melhor reaproveitamento de materiais como papel, vidro, metal, plástico e matéria orgânica. Segundo a Superintendência de Limpeza Urbana - SLU, a composição do lixo produzido em Belo Horizonte é de 65% de matéria orgânica, 27% de materiais recicláveis (papel, vidro, metal, plástico e resíduos provenientes da construção civil) e 8% de rejeitos, que são os resíduos não-recicláveis, incluindo também aqueles provenientes das unidades de saúde da cidade.

Existem três formas de minimização de resíduo: redução, reutilização e reciclagem. Reduzir consiste em diminuir a quantidade de lixo produzido, desperdiçar menos, consumir só o necessário, sem exageros. Reutilizar é dar nova utilidade a materiais que, na maioria das vezes, consideramos inúteis e são jogados no lixo. Reciclar é dar "nova vida" a materiais a partir da reutilização de sua matéria-prima para fabricar novos produtos. Muito embora a política dos 3 Rs esteja sendo difundida por organizações governamentais e não governamentais, a população brasileira ainda não tem a cultura da reciclagem.

Hoje em dia um dos mais sérios problemas nos aterros sanitários é o acúmulo de matéria plástica, uma vez que estes materiais levam em média 450 anos para se degradar. No Brasil, a produção de plásticos em 1999 foi de 3,5 milhões de toneladas, destes 290 mil toneladas são de polietileno tereftalato (PET). Nesse caso, a reciclagem do PET pode trazer várias vantagens, pois, além de aliviar os aterros sanitários, utiliza apenas 30% da energia necessária para a produção da resina virgem e o material pode ser reciclado várias vezes sem prejudicar a qualidade do produto final (Burgiel et al., 1994).

Por outro lado, a coleta seletiva, a separação do material a ser reciclado pela população, só é responsável por uma parcela íntima do total de material reciclado no Brasil.

Os gráficos abaixo mostram que do material da coleta seletiva 15% é plástico e desses, 20% é PET e 36% polietileno de alta (PEAD) e baixa densidade (PEBD).

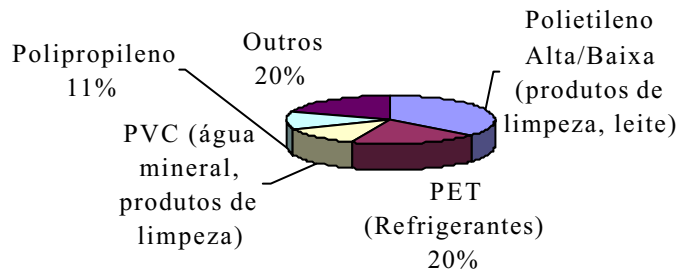


Fig. 1- Composição dos plásticos rígidos (% em peso dos plásticos) (Faria e Ávila, 2001)

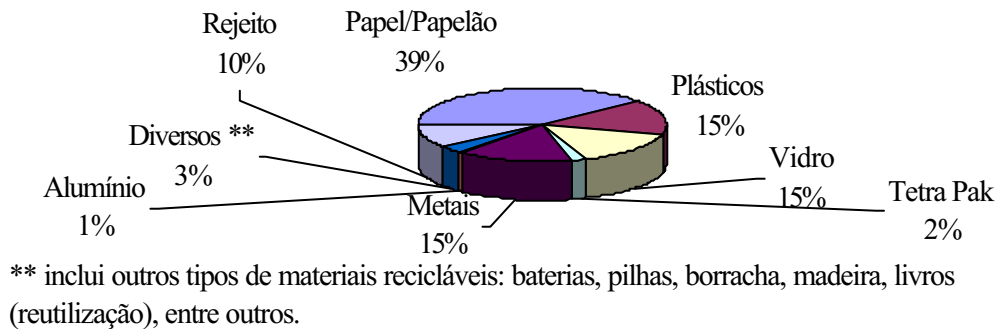


Fig. 2 – Composição da Coleta seletiva (Média das cidades – exceto São Paulo, Santo André e Itabira) (Faria e Ávila, 2001)

Este trabalho tem como objetivo investigar a influência da umidade e do número de reciclagens do compósito de PET/PEAD nas propriedades mecânicas tais como: módulo de elasticidade, módulo de deformação volumétrica e módulo de cisalhamento.

## 2. Metodologia

### 2.1. Conceitos Básicos:

Um grande problema em compósitos poliméricos é a reação química entre os polímeros. Uma forma de evitar essa reação química é a utilização de polímeros imiscíveis. Desta forma, optou-se pela utilização de dois polímeros imiscíveis, ou seja, PET e PEAD. Neste trabalho, a proporção entre as fases usadas de PET e PEAD é de 60/40, o que faz com que este compósito seja bifásico (Ávila, 2001; Acierno e Di Maio, 1995; Lyngrae-Jorgensen e Utracki, 1991).

Pretende-se fazer uma reciclagem puramente mecânica, ou seja, não serão utilizados quaisquer reagentes químicos ou co-polímeros. As garrafas de PET são selecionadas e separadas por cor, lavadas, trituradas e armazenadas. As cores selecionadas são duas: verde e incolor. As tampas feitas de PEAD são também separadas, lavadas, trituradas e armazenadas. Após esta etapa inicial, o material triturado PET e PEAD é pesado na proporção 60% PET e 40% PEAD e misturado. O processo de homogeneização do compósito PET/PEAD é realizado através da extrusão da mistura. Após sua homogeneização, o compósito é prensado à quente formando placas de onde são retirados os corpos de prova segundo a norma ASTM D3039/3039M para ensaio de tração.

### 2.2. Extrusão / prensagem

A extrusora usada é da marca SEIBT modelo: ES/25, série A56/99 que possui três zonas de aquecimento e a matriz. As temperaturas de trabalho foram fixadas levando-se em conta as temperaturas de fusão e de vitrificação dos constituintes, a Tab. (1) mostra os valores adotados para cada posição.

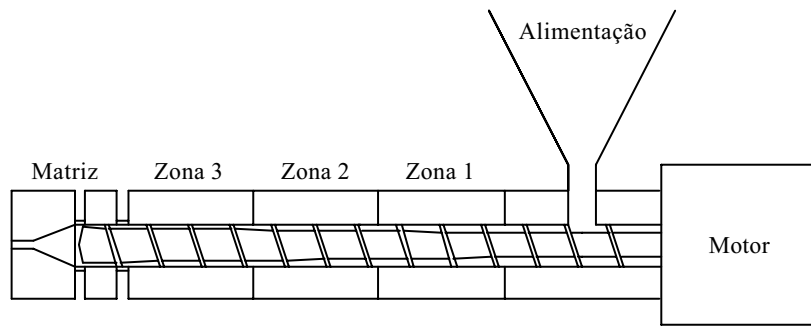


Figura 3 – Desenho esquemático da extrusora

Tabela 1: Valores de temperatura para cada posição da extrusora

Zona 1	Zona 2	Zona 3	Matriz
180°C	200°C	200°C	170°C

A velocidade de rotação do fuso é constante para todo o trabalho em 44 RPM. Após a etapa de extrusão o material é novamente triturado, e colocado no molde mostrado na Fig. (4.a). A Fig. (4.b) mostra um detalhe das placas de aquecimento utilizadas no processo de prensagem. A prensa hidráulica utilizada é de simples efeito da marca SKAY, cuja carga máxima é de 30 toneladas. Os parâmetros da prensagem estão mostrados na Tab. (2). Força, tempo de aquecimento e massa foram obtidos através de ensaios preliminares. A determinação da carga de prensagem foi realizada tomando-se como base a obtenção de uma placa onde a adesão PET/PEAD permitisse a formação de uma superfície com o menor índice de porosidade possível. Experimentalmente, observou-se que para uma carga de 6 toneladas a superfície obtida apresentava um grau de porosidade aceitável. A massa de 120 gramas foi obtida através da densidade do material e do volume ocupado para que resultasse em uma espessura de 2,0 mm. O valor da espessura final das placas (2,0 mm) foi obtido através dos limites estabelecidos pela norma ASTM 3039/3039 M (1995). O tempo de aquecimento e a temperatura foram determinados de forma a permitir a adesão PET/PEAD sem que houvesse a degradação físico-química destes materiais.

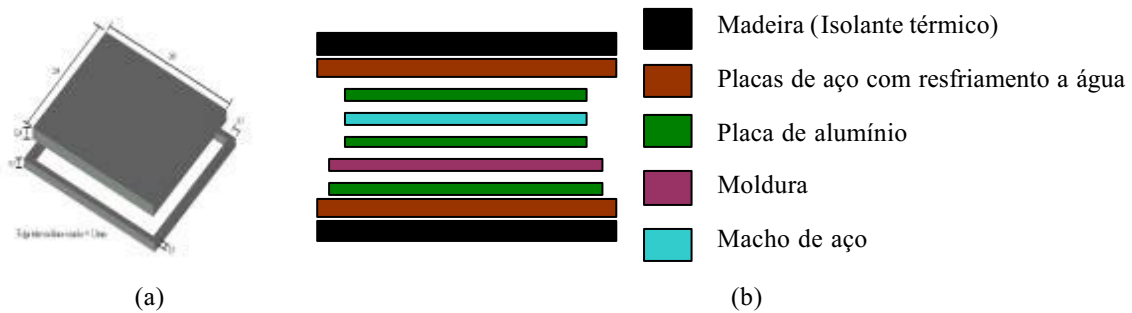


Figura 4 – Montagem para prensagem das placas

Tabela 2: Parâmetros de prensagem

Força	Temperatura	Tempo de aquecimento	Massa
60 KN	180°C	120 min	120 g

### 2.3. Secagem

De acordo com Pacheco (1998), a secagem do PET é importante para evitar a degradação hidrolítica. O processo de retirada da umidade foi realizado em uma estufa com temperatura de 100°C durante um tempo mínimo de 24 horas. O objetivo é a retirada da umidade até que a porcentagem desta seja inferior a 0,02% em peso.



### 2.4. Ensaio de tração

Os corpos de prova são confeccionados de acordo com a norma ASTM-D 3039/3039 M (1995). A escolha desta norma se deve ao fato de se estar trabalhando com placas e não com corpos de prova cilíndricos como indicado pela norma ASTM D 638. A Figura 5 mostra as dimensões em milímetros dos corpos de prova.

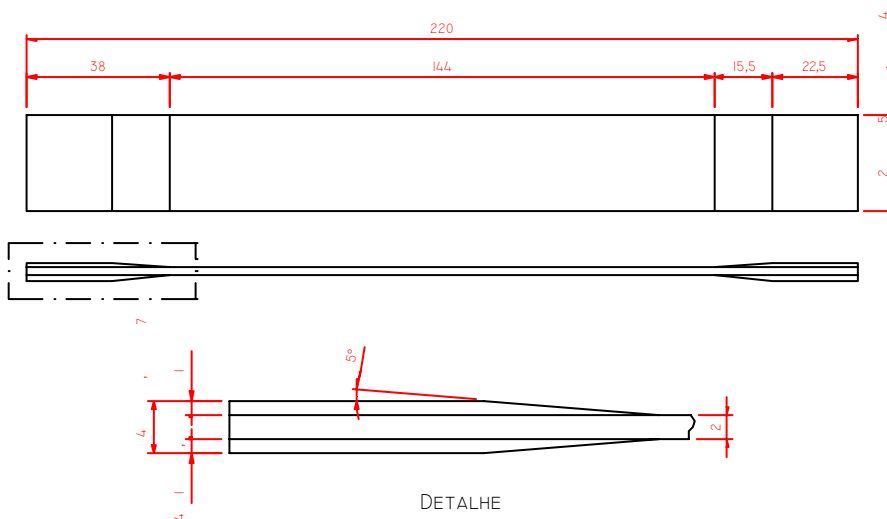


Figura 5 – Desenho dos Corpos de Prova

### 3. Análise de resultados:

Na Tab. (3) são apresentadas as propriedades mecânicas (módulo de elasticidade E, módulo de deformação volumétrica K, módulo de cisalhamento G e coeficiente de Poisson  $\nu$ ) do PET e do PEAD virgem.

Tabela 3 – Dados do material virgem

Material virgem	E (GPa)	K (GPa)	G (GPa)	$\nu$
PET	3	3.33	2.22	0.35
PEAD	0.88	0.98	0.65	0.35

As Figs. (6), (7), (8) e (9) mostram o compósito após a prensagem. É possível observar uma diferença significativa no material com, sem umidade, tanto para o PET verde quanto para PET incolor. Os corpos de prova foram retirados das placas mostradas abaixo. A escala das fotos é de 1:1.

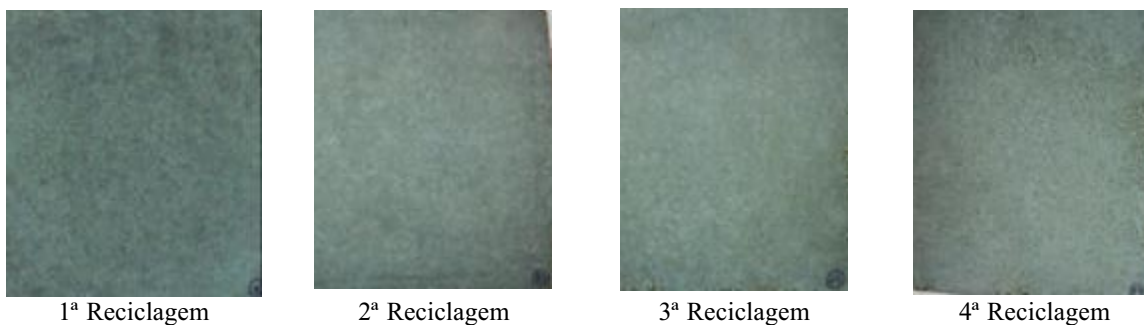


Figura 6 - Placas com Umidade – PET Verde

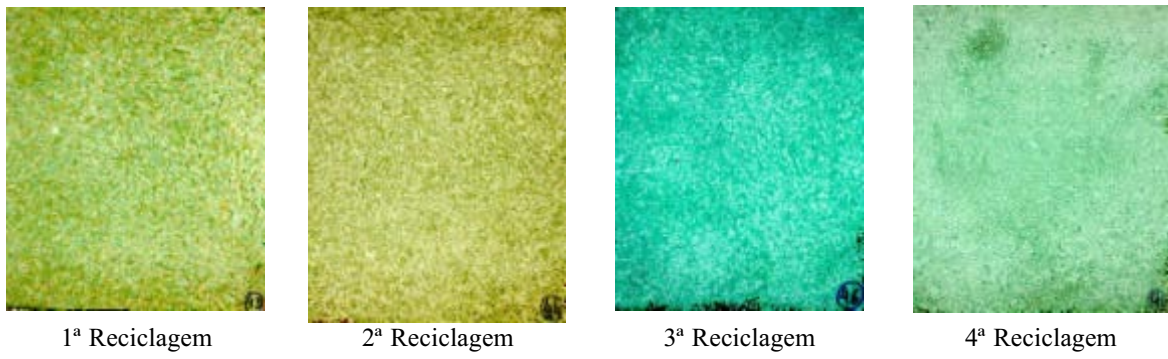


Figura 7 - Placas sem Umidade – PET Verde

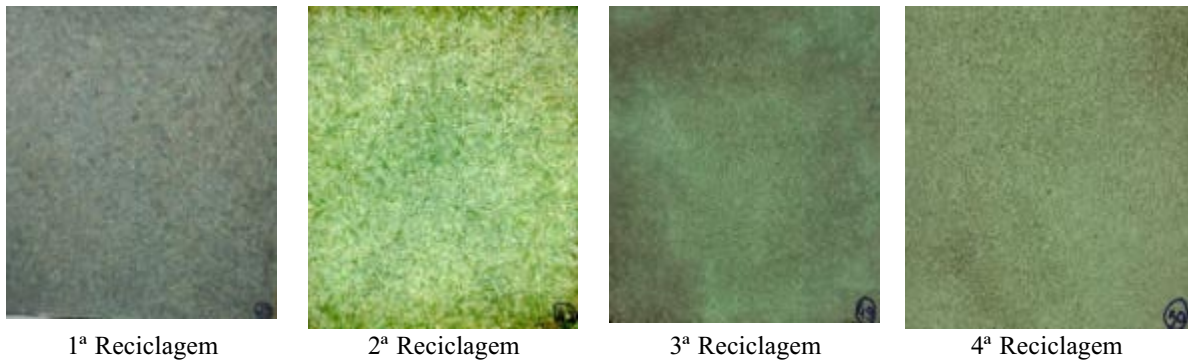


Figura 8 - Placas com Umidade – PET incolor

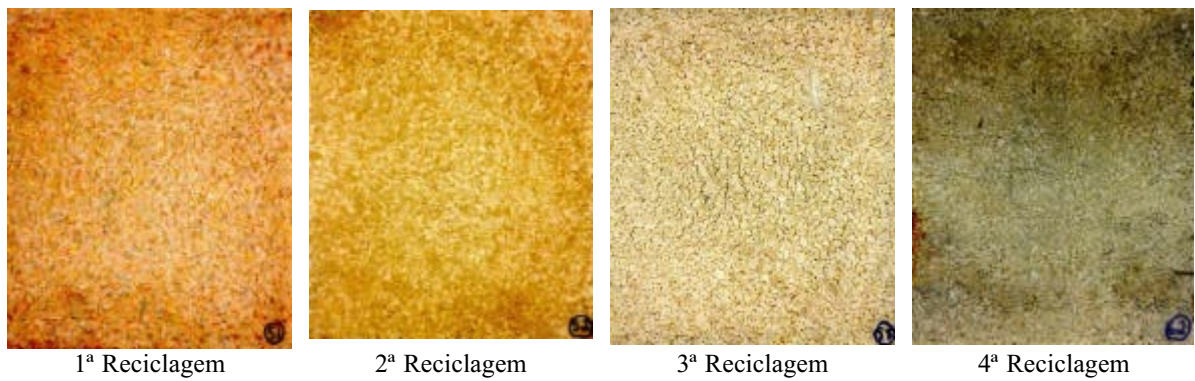


Figura 9 - Placas sem Umidade – PET incolor

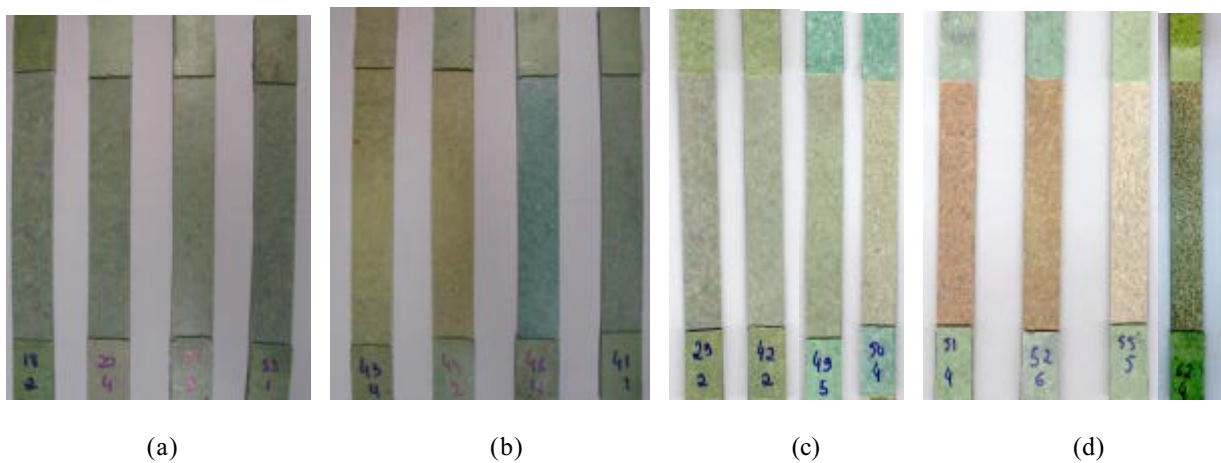


Fig. 10 – Foto dos corpos de prova de tração (a) PET verde com umidade (b) PET verde sem umidade (c) PET incolor com umidade (d) PET incolor sem umidade. 1ª, 2ª, 3ª e 4ª reciclagens respectivamente

Visualmente percebe-se uma variação nas tonalidades de cor e textura macroscópica entre os conjuntos de placas com umidade e sem umidade.(veja Figs. (6) a (9)). Estas variações podem ser atribuídas tanto ao processo de reciclagem quanto a absorção de umidade da atmosfera. É importante observar que as variações causadas pelo processo de reciclagem estão ligadas a mudanças na cristalinidade do PET como demonstrado por Mancini et al. (1998). Os corpos de prova utilizados nos ensaios de tração são mostrados na Fig. (10). A mesma variação de tonalidade de cor e textura está presente nos conjuntos de corpos de prova. Desta forma, seria possível avaliar a influência de tais variações na rigidez dos compósitos. As Tabs. (4) e (5) mostram os resultados dos ensaios de tração para os dois tipos de compósitos estudados.

Tabela 4: Propriedades mecânicas versus Número de reciclagens para o PET verde/PEAD

PET verde/PEAD								
Resultado com umidade					Resultado sem umidade			
Reciclagem	E (GPa)	K (GPa)	G (GPa)	v	E (GPa)	K (GPa)	G (GPa)	v
1 <sup>a</sup>	0.58	0.64	0.21	0.35	0.34	0.38	0.13	0.35
2 <sup>a</sup>	0.24	0.27	0.09	0.35	0.30	0.33	0.11	0.35
3 <sup>a</sup>	0.22	0.24	0.08	0.35	0.25	0.28	0.09	0.35
4 <sup>a</sup>	0.18	0.20	0.07	0.35	0.29	0.32	0.11	0.35

Tabela 5: Propriedades mecânicas versus Número de reciclagens para o PET incolor/PEAD

PET incolor/PEAD								
Resultado com umidade					Resultado sem umidade			
Reciclagem	E (GPa)	K (GPa)	G (GPa)	v	E (GPa)	K (GPa)	G (GPa)	v
1 <sup>a</sup>	0.22	0.24	0.08	0.35	0.22	0.24	0.08	0.35
2 <sup>a</sup>	0.29	0.32	0.11	0.35	0.23	0.26	0.09	0.35
3 <sup>a</sup>	0.21	0.23	0.08	0.35	0.22	0.24	0.08	0.35
4 <sup>a</sup>	0.22	0.24	0.08	0.35	0.60	0.67	0.22	0.35

Observando a Tab. (4) nota-se que o compósito PET/PEAD com umidade controlada apresenta maior rigidez a partir da segunda reciclagem. Tal fato, agora demonstrado experimentalmente para o compósito PET/PEAD, já tinha sido comprovado para o PET por Pacheco (1998). Outro fato interessante é o aumento da rigidez (maior módulo de elasticidade) da 3<sup>a</sup> para a 4<sup>a</sup> reciclagem para o compósito sem umidade. Mancini et al (1998) já havia chamado a atenção para este fenômeno para o PET, que foi também previsto por Ávila (2000) para o compósito de PET/PEAD. O alto módulo de elasticidade da 4<sup>a</sup> reciclagem para o PET incolor sem umidade (Tab. (5)), pode ser explicado devido ao curto tempo entre a confecção das placas e posteriormente dos corpos de prova e os testes de tração, em relação às outras reciclagens desta forma, evitando a absorção de umidade da atmosfera.

Segundo Ávila (2001), o aumento da rigidez do compósito PET/PEAD com o número de reciclagens pode estar associado a dois fatores, ou seja, o aumento da cristalinidade do PET, a quebra das cadeias moleculares e o seu rearranjo em cadeias menores.

Comparando os resultados do compósito PET verde/PEAD com os do PET incolor/PEAD, ambos com umidade, observa-se que a rigidez no caso do PET verde/PEAD é sempre decrescente com o aumento do número de reciclagens. Este padrão é oposto ao do compósito PET incolor/PEAD onde há um aumento da rigidez. Uma hipótese que poderia explicar este comportamento é a adição do corante, que poderia inibir o aumento da cristalinidade e o rearranjo das cadeias moleculares.

Analisando as Figs. (11), (12), (13) e (14), pode-se concluir que a carga máxima é sempre maior para os corpos de prova sem umidade. O que leva a conclusão de que a umidade é prejudicial à rigidez e a resistência do compósito. Em relação ao PET incolor a carga máxima acompanha o mesmo padrão do módulo de elasticidade.

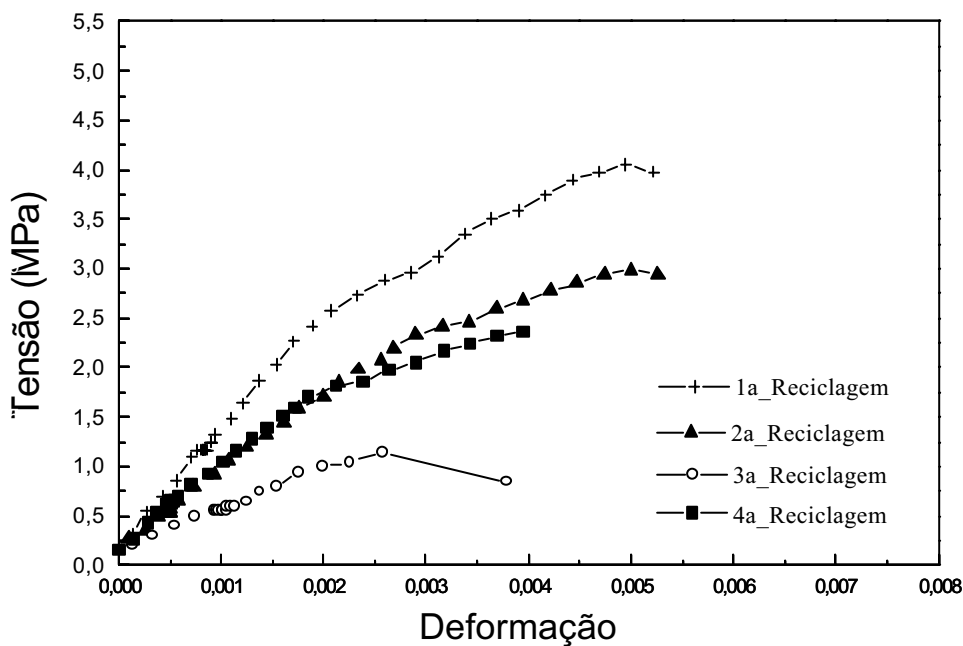


Figura 11 - Gráficos Tensão (MPa) x Deformação com umidade -PET Verde

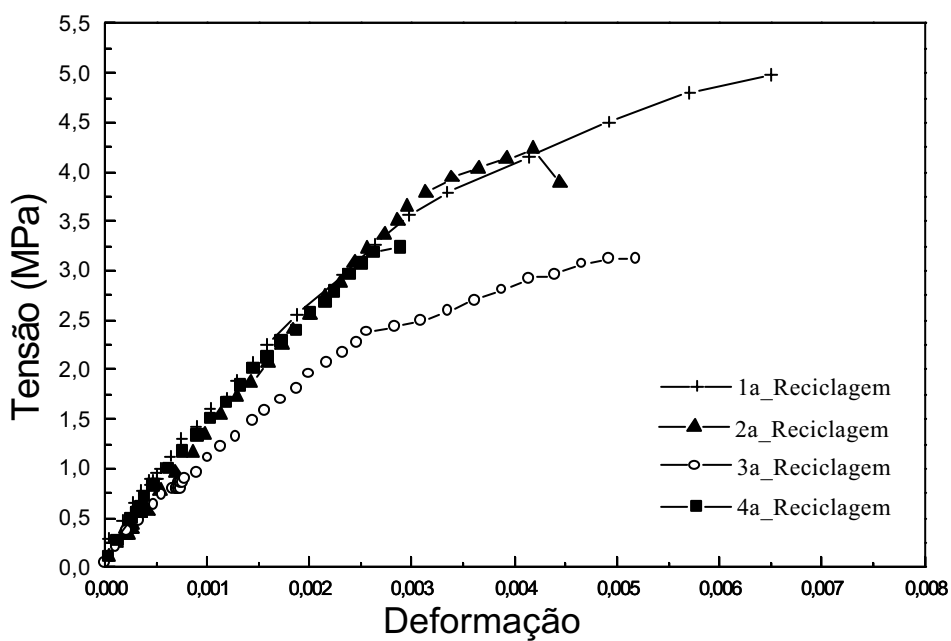


Figura 12 - Gráficos Tensão (MPa) x Deformação sem umidade -PET Verde

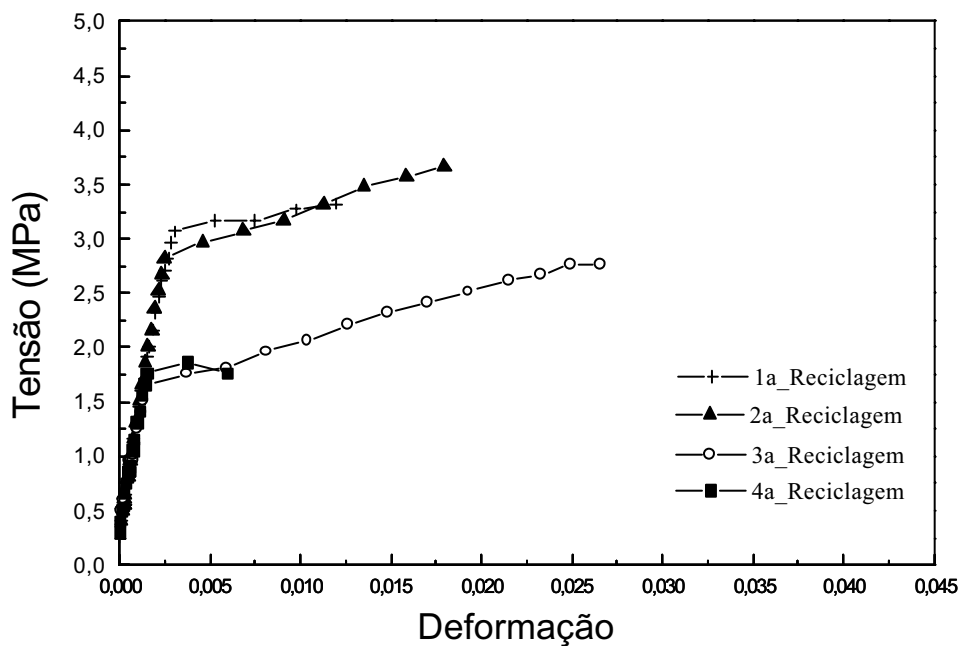


Figura 13 - Gráficos Tensão (MPa) x Deformação com umidade - o PET incolor

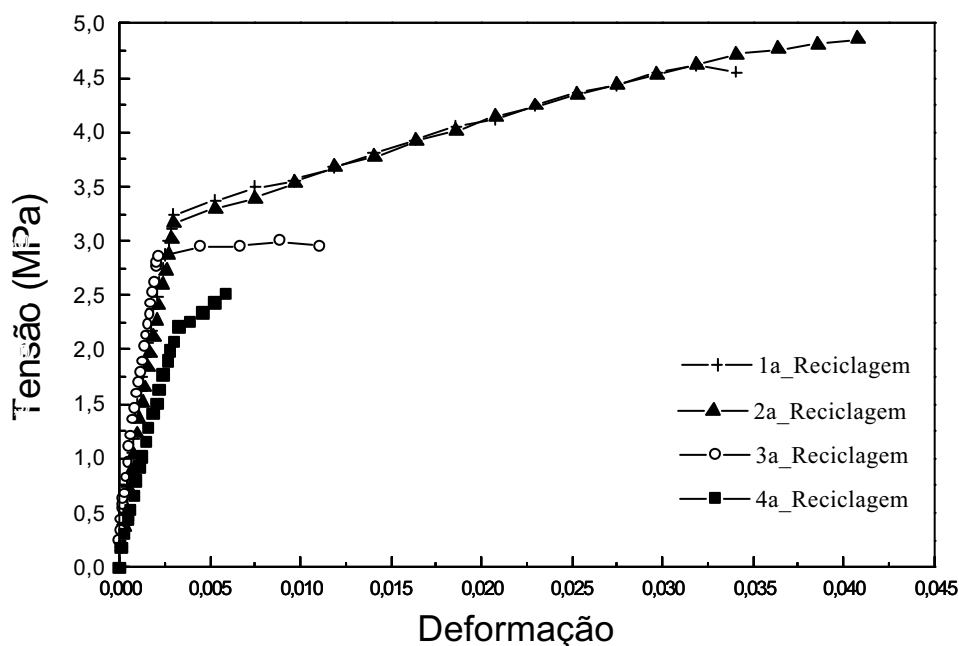


Figura 14 - Gráficos Tensão (MPa) x Deformação sem umidade - o PET incolor

**4. Conclusões:**

A carga máxima foi sempre maior nos corpos de prova sem umidade. Este fato, comprova a influência negativa da umidade sobre as propriedades mecânicas do compósito. Outro fato interessante observado foi um repentino aumento da rigidez após a 3ª reciclagem. Isto pode ser explicado pelo aumento da cristalinidade do PET. A adição do corante pode ser um dos fatores que levaram a redução da rigidez do compósito PET verde/PEAD.

## 5. Agradecimentos:

Os autores agradecem à FAPEMIG pela concessão da bolsa de mestrado, ao Professor Paulo Roberto Cetlin que gentilmente cedeu as instalações do Laboratório de Ensaios do DEMET – UFMG.

## 6. Referências:

- Ávila, A. F., 2000 “Mechanics of recycled polymeric composites”, Anais da 45<sup>th</sup> International Sample Symposium and Exhibition, Vol.45, pp.1840-1851,
- Ávila, A. F., 2001 “Modeling recycled polymeric matrix composites: A social-environmental solution” Polymer-Plastics Technology and Engineering, Vol. 40,n. 4, pp. 407-421.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1995 Filadélfia. D3039-95; Standard Test Method for Tensile Properties of Fiber-Resin Components. Filadélfia, Vol. 08.02,. pp. 117-125.
- Acierno, D., Di Maio, L., 1995 “The processability of waste thermoplastics: An experimental approach with a simple two-component system. Journal Polymer Engineering, Vol. 14, pp. 127-134.
- Faria, A. C. A., Ávila, A. F., 2001 “Influência da umidade e da reciclagem nas propriedades mecânicas do compósito PET/PEAD”, Anais do 56º Congresso Anual da ABM Internacional Belo Horizonte. CDROM.
- Burgiell, J., Butcher, W., Halpen, R., Oliver, D., Tangora, P., Tangora R., W. and Kirk, D. R., 1994 “Cost evaluation of automated and manual post consumer plastic bottle sorting systems”, EPA, Report EPA/600/-94/165.
- Lyngrae-Jorgensen J., e Utracki, L. A., 1991 “Dual phase continuity in polymer blends”, Macromol. Chem., Macromol. Symp., Vol. 48/49, pp. 189 – 192.
- Resende, R. J. P., 1998 *Estudo da Reciclagem Mecânica de Garrafas Carbonatadas de Politereftalato de Etileno (PET)*. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 98p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Química).
- Mancini, S. D., Zanini, M., Bezerra, M. N., 1998 Estudo comprova viabilidade da injeção direta de PET reciclado. *Plástico Industrial*, São Paulo, Ano1, n.1, pp.64-70, set..

### **Influence of the humidity, PET pigment and the recycling on the PET/HDPE composite mechanical properties**

#### **Ana Cristina Amador de Faria,**

Graduate student. Universidade Federal de Minas Gerais - Department of Mechanical Engineering - 6672 Antonio Carlos Avenue 30270-901 Belo Horizonte – Minas Gerais - Brazil.  
cristinaamador@ig.com.br

#### **Antônio Ferreira Ávila, Ph.D.**

Professor Adjunto. Universidade Federal de Minas Gerais - Department of Mechanical Engineering - 6672 Antonio Carlos Avenue 30270-901 Belo Horizonte – Minas Gerais - Brazil.  
aavila@dedalus.lcc.ufmg.br

*The objective of this work is to investigate the influence of humidity, the PET pigment and the number of recyclings on the mechanical properties, such as Young's modulus, shear modulus, and bulk modulus of the PET/HDPE composite material. The PET bottles are selected and separated by color, triturated and stored. The HDPE caps are separated and triturated green and incolor. The triturated materials, PET and HDPE, are the weighted and mixed. In this work, the PET/HDPE ratio analyzed is 60/40. To analyze the influence of humidity, the PET/ HDPE composite was split in two parts. The humidity withdrawal consists in taking the composite to an oven at 100°C for 24 hours. The dried material is extruded, triturated, and pressed. Specimens are made according to ASTM 3039 standard. The Young's moduli are determined for each group of PET/HDPE. The process is repeated for second, third and fourth recyclings for both, green and incolor PET. The results are compared and correlations are traced. The correlations show that there is a stiffness variation due to the variation due to the number os recycling..*

*Keywords: recycling, PET, HDPE, composite material.*

## PRODUCTION OF DENSE COMPOSITES BY COMBUSTION SYNTHESIS

### Ricardo Diego Torres

Pontifical Catholic University of Paraná  
Mechanical Engineering Depto.  
Rua Imaculada Conceição, 1155  
Prado Velho – Curitiba  
80215-901  
[rdtorres@tecpar.br](mailto:rdtorres@tecpar.br)

### Karin Soldatelli Borsato

Pontifical Catholic University of Paraná  
Mechanical Engineering Depto.  
Rua Imaculada Conceição, 1155  
Prado Velho – Curitiba  
80215-901  
[karin@rla01.pucpr.br](mailto:karin@rla01.pucpr.br)

### John J. Moore

Colorado School of Mines  
Metallurgical and Materials Engineering Department  
Golden – CO 80401 – USA  
[jjmoore@mines.edu](mailto:jjmoore@mines.edu)

### Ivar E. Reimanis

Colorado School of Mines  
Metallurgical and Materials Engineering Department  
Golden – CO 80401 – USA  
[reimanis@mines.edu](mailto:reimanis@mines.edu)

**Abstract.** *The combustion synthesis process or self-propagating high temperature synthesis (SHS) has been widely studied in the past fifteen years. The SHS process offers many advantages over the conventional processing routes such as infiltration, powder metallurgy and mechanical alloying. The main advantage of the combustion synthesis process with respect to the fabrication of dense structures relies on the fact that part of the energy required to achieve the desired product phases and densification is generated by an exothermic chemical reaction. On the other hand, the main disadvantage of the SHS process is that the inherently violent nature of the reaction typically results in porous microstructures; full densification may be achieved by simultaneous SHS process and hot pressing. In this work NiAl/TiB<sub>2</sub> composites were produced in a differential thermal analysis facility. These experiments were performed in order to understand the reaction mechanisms of the final phase's synthesis. The major findings are: first, the more TiB<sub>2</sub> is formed the more complex is the synthesis of the final composite. Second, the formation of pure NiAl phase takes place 100°C below the melting point of NiAl.*

*In a second part NiAl/TiB<sub>2</sub> composites have been produced varying the volume fraction of TiB<sub>2</sub> phase in the composite. The synthesis of the composites was conducted in a hot press facility allowing synthesis and densification to take place simultaneously. It was found that the composites relative density was around 96%. fracture toughness, room temperature and hot hardness for the composites were determined as well.*

**Key Words:** *Combustion Synthesis, Processing, Mechanical Properties*

### 1-Introduction

The combustion synthesis process, also known as self propagating high temperature synthesis or simply SHS process<sup>[1,2,3]</sup>, has been widely used to produce a variety of materials. Single compounds such as NiAl, TiC, TiB<sub>2</sub>, and MoSi<sub>2</sub> are currently being produced, as well as composites such as NiAl/TiC<sup>[4]</sup>, TiC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sup>[5]</sup> and TiB<sub>2</sub>/SiC<sup>[6]</sup>. These materials are used in applications that involve high temperature and/ or require high wear resistance; they may be used as cutting or as target for physical vapor deposition.

The main advantage of the combustion synthesis process over processes such as powder metallurgy, infiltration, and other conventional routes relies on the fact that part of the energy required to achieve the desired product phases and densification is generated by exothermic chemical reaction. The main disadvantage with respect to the fabrication of dense structural composites is that the inherently violent nature of the reaction typically results in porous microstructure; full densification may be achieved by simultaneous combustion synthesis and hot pressing.

There are basic differences on the combustion synthesis process when the reaction is conducted in a SHS chamber and in a hot press equipment. The first main difference is in the heating rate that one can apply in the SHS chamber, it can be as high as 500°C/min. While in the hot press facility the maximum heating rate that can be applied due to the

thermal inertia is 60°C/min. The difference in the maximum heating rate leads to differences in the kinetics of final phase formation.

In this project the focus is to explore the reaction steps in the combustion synthesis of NiAl/TiB<sub>2</sub> composites simulating the heating rate of a hot press equipment in a Differential Thermal Analysis facility. In a second part of the work composites with 0.25, 0.50 e 0.75 volume fraction of TiB<sub>2</sub> were produced and mechanical properties determined.

## 2-Experimental Procedure and Materials

### First Experimental Set

To determine the reaction steps in formation of NiAl/TiB<sub>2</sub> composites the reaction below was conducted in DTA facility.



Where  $x$  and  $y$  are the number of molecules taking part in the reaction. The reaction coefficient  $x$  and  $y$  are adjusted to obtain materials with the following composition: NiAl, NiAl/0,25 TiB<sub>2</sub>, NiAl/0,50 TiB<sub>2</sub>, NiAl/0,75 TiB<sub>2</sub> and TiB<sub>2</sub>. The composition of the composites are given in volume fraction. The Ni, Al, Ti and B powders were mixed to give the composites described by the equation 1 with varying amounts of TiB<sub>2</sub>. A Netzch STA 409C DTA unit was used to follow the reaction sequence (phase change) as a function of temperature. These experiments consisted of heating a 60 mg pellet to 1500°C at 40°C/min. and holding the samples at this temperature for 1 hour. The reaction were conducted under argon atmosphere. In table I the reactants characteristics are been presented.

Table 1- Reactants characteristics.

Powder	Supplier	Purity (%)	Size (µm)	Melting Point (°C)
Nickel (Ni)	Cerac	99.9	< 44	1455
Aluminum (Al)	Cerac	99.9	< 44	660
Titanium (Ti)	Cerac	99.5	< 44	1670
Boron (B)	Cerac	99	< 44	2092

### Second Experimental Set

In the second experimental set the same conditions used in the DTA unit were reproduced in the hot press facility. The green pellet (25 mm in diameter and 6 mm in height) containing a mixture of the four powders were loaded in the hot press. When the reaction started taking place, which was around 600°C, a load of 42 MP a was applied. The samples were heated to 1500°C. The purpose of producing these samples was to have large specimens where we could do mechanical and microstructure characterization.

### Characterization Techniques

The surface of the composites ere prepared using a silicon carbide paper of 240, 320, 400, and 600 girt. Final polishing was performed using a 1µm diamond emulsion. The specimen were examined under optical microscope. The mechanical properties and crack propagation were probed by Vickers Hardness Equipment.

Hardness was performed in the high temperature microhardness tester model QM-2 made by Nikon Using a Vickers At Los Alamos National Laboratories – New Mexico. These experiments consist of preparing the surface of the 3.5x3x2 mm<sup>3</sup> specimens with SIC carbide paper 1 µm diamond emulsion. The samples was then placed in the sample holder and the holder was mounted in the chamber of the microhardness tester. After placing the holder with the sample the chamber was closed and evacuated to 10<sup>-6</sup> Torr. The sample was heated to 500°C at 10°C/min. and three indents per sample were made using 500 g with indentation time of 5 s. The samples was then ramped to 1000°C using the applying the same heating rate. At the temperature a load of 200 g was applied with a indentation time of 5 s. The diamond tip was kept at 80% of the sample temperature to minimize graphitization.

Fracture toughness was evaluated using a chevron notch specimen tested in a four point bend fixture. The experiments were conducted on a mechanically driven Instron tensile testing machine with a cross head speed of 0.05 mm/min.

## 3- Results and Analysis

DTA (Differential Thermal Analysis) can provide fundamental information about synthesis of the product phases, such as the heat of reaction, phase change (for instance, solid-liquid transformation), and onset of exothermic and



endothermic chemical reactions. In our earlier work<sup>[7]</sup> was determined the reaction sequence on the formation of NiAl/0.5 volume fraction of TiB<sub>2</sub> composite. It was found out that before the equilibrium phases, NiAl and TB<sub>2</sub>, a number of metastable phases are formed, such as Ni<sub>3</sub>Al, TiAl and others. In this work the goal are to determined the ignition temperatures and the reaction sequence for the formation of NiAl/TiB<sub>2</sub> composites with increasing amount of TiB<sub>2</sub> produced by combustion synthesis.

Calibration of DTA signal vs temperature data was achieved by individually heating pure Ni and Al (99.95 pct) in the Netzch STA 409 DTA beyond their melting point. The ignition temperature for the reaction between Ni and Al which produces NiAl has previously been determined to be around 600°C<sup>[8]</sup>. Figure 1 shows the aspect of the DTA signal vs temperature for the powders mixtures that produced NiAl, NiAl/0.25 TiB<sub>2</sub>, NiAl/0.50 TiB<sub>2</sub>, NiAl/0.75 TiB<sub>2</sub> (TiB<sub>2</sub> is given in volume fraction) and pure TiB<sub>2</sub>. In this Figure wherever a spike is seen there is a exothermic event talking place. As can be seen the more TiB<sub>2</sub> is been formed in the composite the more complex the reaction becomes (more spikes in the DTA vs temperature curve). In the formation of pure NiAl one spike is identified. On the other hand for the formation of pure TiB<sub>2</sub> no spike can be identified. But there a continuing increasing in the DTA signal indicating an exothermic event talking place that could be the oxidation of Ti.

The ignition temperature for the pure NiAl formation is around 600°C according to the first derivative of the DTA signal in Figure 2. For this composition the formation of the intermetallic phase, NiAl, occurs in one step. The number of steps, in the formation of aluminides, is a function of the heating rate and reactants particle size.

In the case where NiAl/0.25 volume fraction of TiB<sub>2</sub> is been formed two spikes can be identified in the first derivative of the DTA signal in figure 2b. In this case the reaction could be considered to be one step. In this specific composition the reaction between Ni and Al forming NiAl is triggering the reaction between Ti and B forming TiB<sub>2</sub>.

In the formation of NiAl/0.50 and 0.75 volume fraction of TiB<sub>2</sub> two and four spikes can be identified in the first derivative of the DTA signal respectively. The first and the last spikes correpond to the formation of NiAl and TiB<sub>2</sub> respectively. This conclusion is based on the heat of formation of NiAl and TiB<sub>2</sub> that is higher than the other compounds as can be seen in table II.

Tabela 2- Thermodynamic Properties, at 1000 K, of the phases.

Reaction	$\Delta H(\text{kcal/mol})$	$T\Delta S(\text{kcal/mol})$	$\Delta G(\text{kcal/mol})$
Ni+Al=NiAl	-19,80	27.37	-47.17
3Ni+Al=Ni <sub>3</sub> Al	-18.25	58.20	-76.45
Ti+Al=TiAl	-8.41	28.77	-37.18
2Ti+Ni=Ti <sub>2</sub> Ni	-5.24	43.64	-48.88
Ti+B=TiB	-30.48	21.3	-51.78
Ti+2B=TiB <sub>2</sub>	-66.42	24.97	-91.39

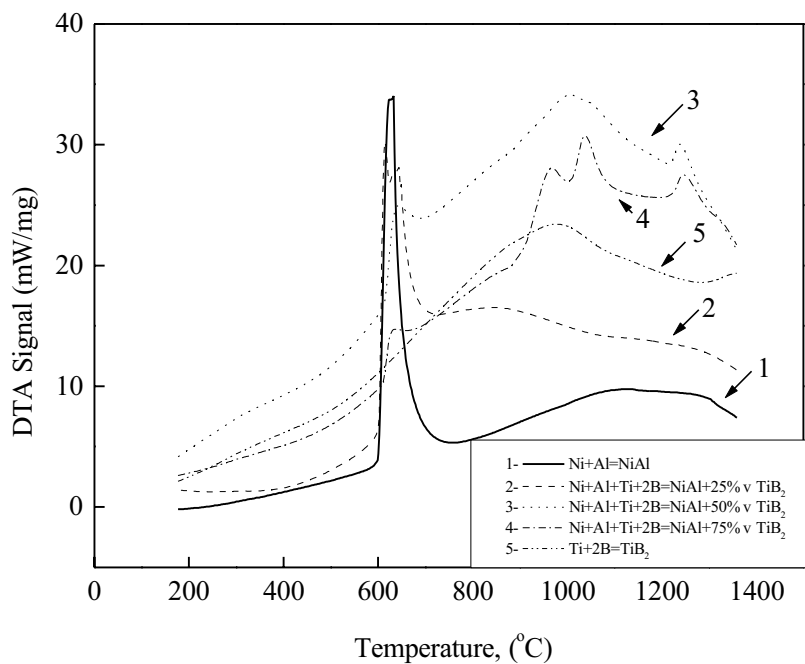


Figure 1- DTA signal vs temperature for the formation of the NiAl/TiB<sub>2</sub> composites.

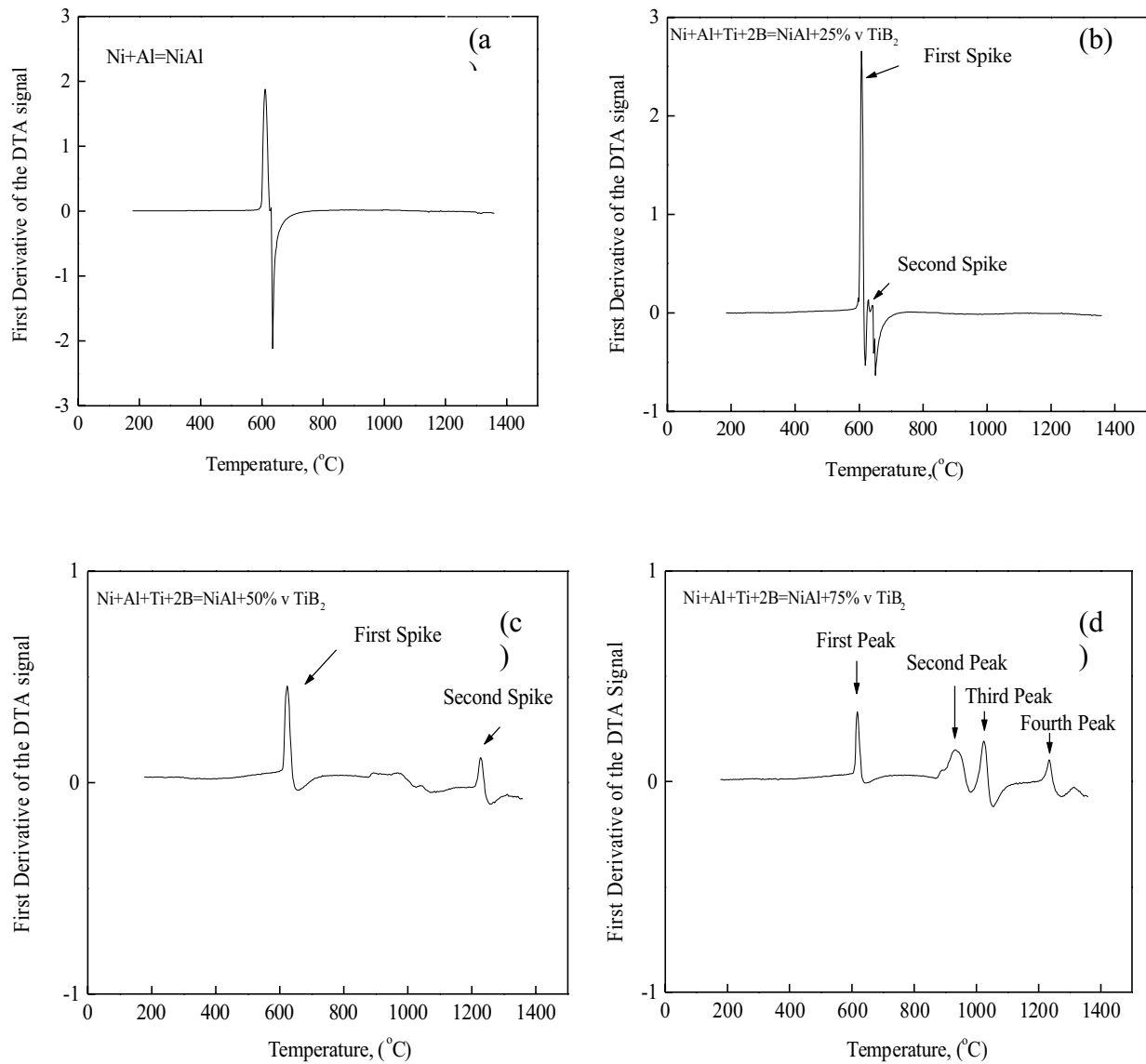


Figure 2- First derivative of the DTA signal. a)  $\text{Ni+Al=NiAl}$ , b)  $\text{Ni+Al+Ti+2B=NiAl+0.25 TiB}_2$ , c)  $\text{Ni+Al+Ti+2B=NiAl+0.50TiB}_2$  and d)  $\text{Ni+Al+Ti+2B=NiAl+0.75TiB}_2$ .

A logarithmic plot, such as Figure 3 shows the behavior of the hardness as function of NiAl homologous temperature (test temperature over the melting temperature),  $T_h$ , can provide information about the deformation mechanism acting at low and high temperature. The hardness plots for four composition of the NiAl/TiB<sub>2</sub> system show two regions: the cold working region at low temperature where the material plastically deform due to dislocation activity such as gliding and climbing. At high temperature, on the other hand, the materials deform by creep mechanism. Usually dislocation-creep transition temperature for FCC metals such as copper and aluminum occurs at  $T_h=0.55 T_m$ . Another observation to be made examining Figure 3 is that the composite with higher TiB<sub>2</sub> content (0.50 and 0.75 volume fraction) are stronger in the creep regime that the composites with lower TiB<sub>2</sub> volume fraction. Moreover, the composite with 0.25 volume fraction of TiB<sub>2</sub> shows lower hardness than pure NiAl at 1000°C indicating that the interface between the two phases in the composite may be acting as a defect lowering the overall creep behavior.

The  $K_{Ic}$  results are been summarized in Figure 4. The plot shows that the fracture toughness of the composites increases with TiB<sub>2</sub> volume fraction and reaches a maximum at 0.5 volume fraction of TiB<sub>2</sub> and decreases again at 0.75 volume fraction of TiB<sub>2</sub>. This behavior could rationalized by looking the fact that at 0.5 volume fraction of TiB<sub>2</sub> the crack deflection increases with TiB<sub>2</sub> volume fraction and propagates mainly in the NiAl matrix. On the other hand at

0.75 the cracks propagates mainly in the  $TiB_2$  phase. In Figure 5 the aspect the cracks obtained by a indentation are shown.

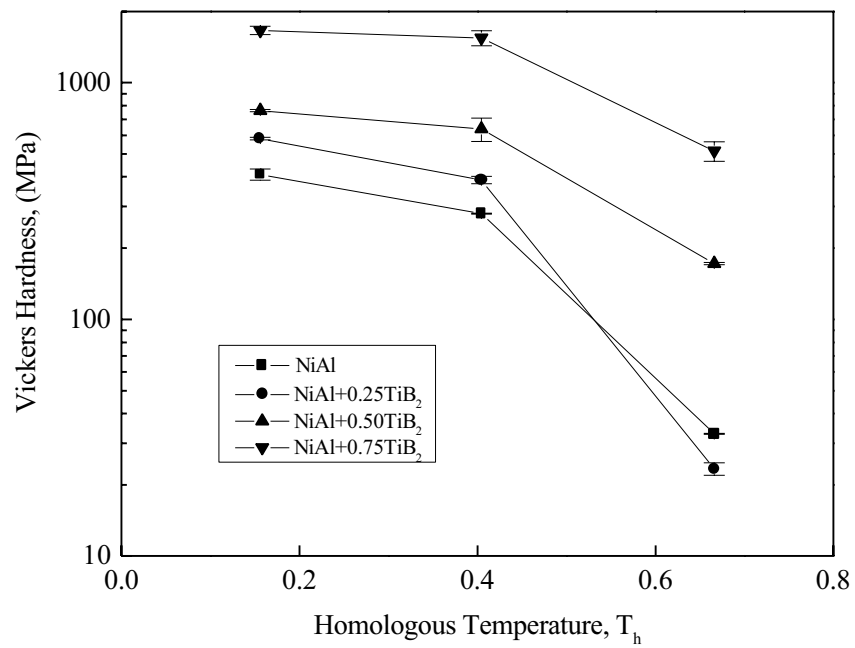


Figure 3- Composites hardness behavior as a function of the homologous temperature.

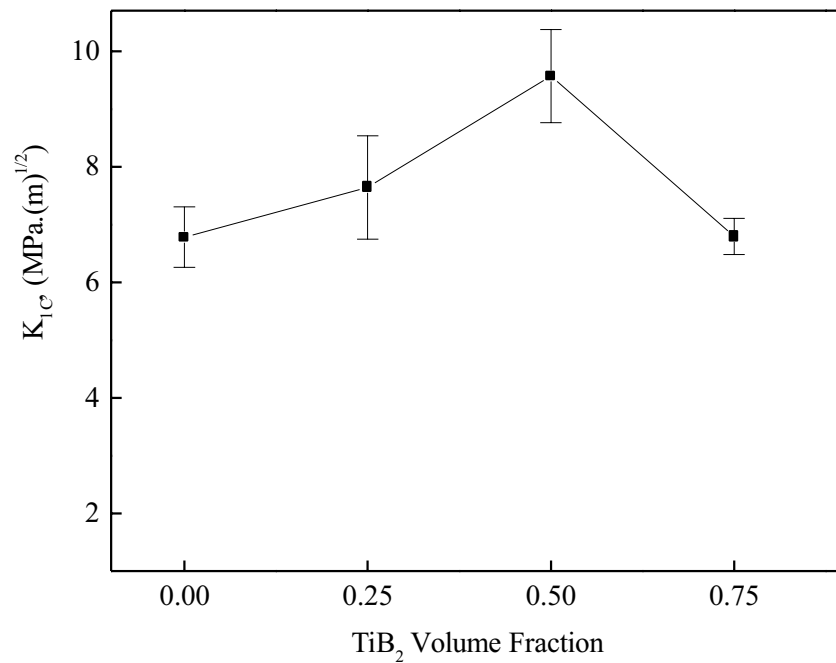


Figure 4- Composites fracture toughness behavior as a function of  $TiB_2$  volume fraction.

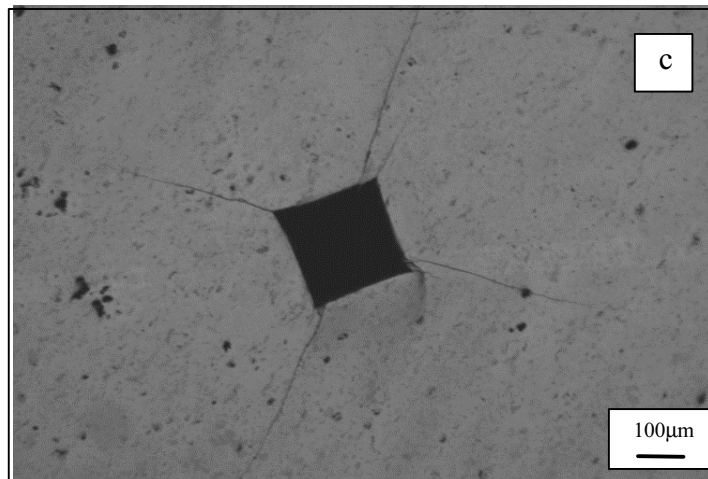
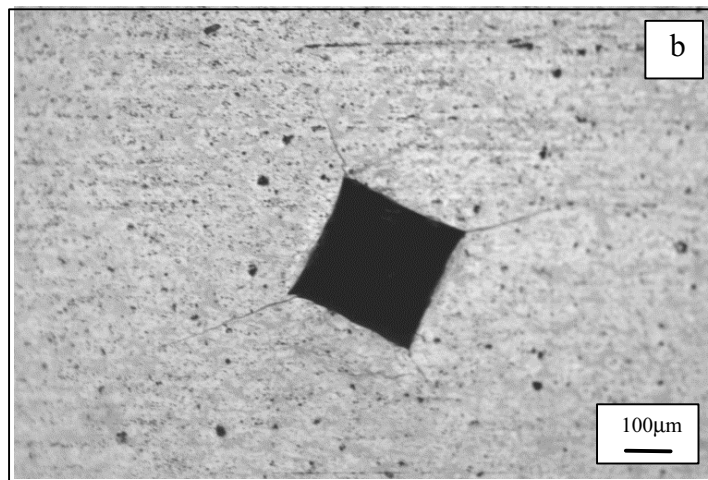
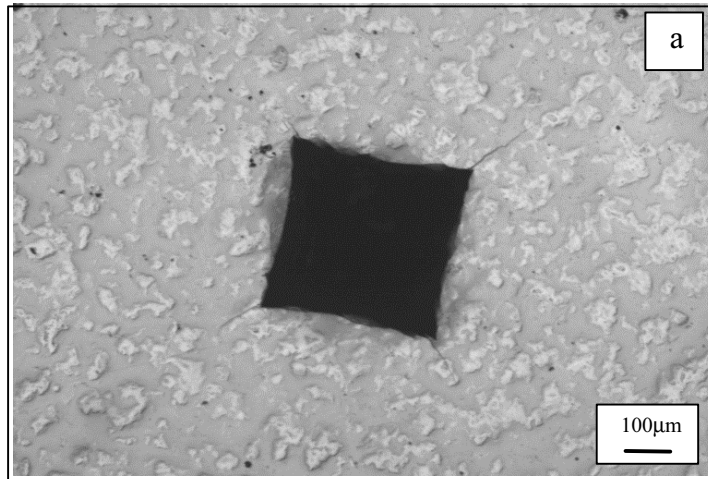


Figure 5 – Composites indentation aspects: a) NiAl/0.25 % TiB<sub>2</sub>, b) NiAl/0.50 % TiB<sub>2</sub> e c)NiAl/0.75 % de TiB<sub>2</sub>.

#### 4- Conclusions

The number of the reactions steps in the combustion synthesis of NiAl/TiB<sub>2</sub> composites increases as more TiB<sub>2</sub> is been formed. The formation of pure NiAl is one step reaction with na ignition temperature at around 600°C. The formation of the composites containing 0.25 and 0.50 volume fraction of TiB<sub>2</sub> is a two step reaction while the formation of 0.75 volume fraction of TiB<sub>2</sub> is four step reaction.

Hardness measurement performed at room temperature, 500 and 1000°C reveals two kinds of deformation mechanism. At lower temperatures, up to 500°C, plastic deformation is caused by dislocation activity while at 1000°C creep is the main dislocation mechanism. Finally the fracture toughness for the composites reveals na increase in this property as the TiB<sub>2</sub> volume fraction is increased.

#### 5- Referências

- Moore, J.J., Feng, H.J., 1995, Progr. Mater. Sci., Vol. 39, pp.243-273.  
Moore, J.J., Feng, H.J., 1995, Progr. Mater. Sci., Vol. 39, pp.275-316.  
Munir, Z.A., Tamburini-Anselmi, U., 1989, Materials Science Report, Vol. 3.  
Dunmead, S.D., Munir, Z.A., Holt, J.B., Kingman, D.D., 1991, J. Mater. Sci., Vol. 26, pp. 2410-2416.  
Feng, H.J., Moore, J.J., 1995, Metall. Mater: Trans. B, Vol. 26B, pp. 265274.  
Hoke, D. A., Kim, D.K., Lasalvia, J.C., Meyers, M.A., 1996, J. Ame. Caram. Soc., Vol. 79, pp.177-82.  
Torres, R.D., Reimanis, I.E., Moore, J.J., Mustoe, G.G.W., 2000, Metallurgical and Materials Transaction B, Vol. 31B, pp. 433-438.  
Torres, R.D., Strohaecker, T.R., Moore, J.J., Edwards, G.R., 1994, Scripta Metall. Mater., Vol 30, pp. 463-468.

## DETERMINATION OF THE TENSILE AND SHEAR STRENGTH IN SYNTHETIC GRAPHITE BY USING THE IOSIPESCU SHEAR TEST

**Luiz Guilherme Borzani Manhani**

Centro Técnico Aeroespacial - Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) - Depto de Física – 12228-900 - São José dos Campos - SP

**Luiz Claudio Pardini**

Centro Técnico Aeroespacial - Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) - Divisão de Materiais/AMR - 12228-904 - São José dos Campos – SP  
lpardini@directnet.com.br

*Abstract : Polycrystalline graphites are widely used in the metallurgical, nuclear and aerospace industry. Graphites are particulated composites manufactured with a mixture of coke and pitch, and changes in relative proportions of these materials cause changes in its mechanical properties. Uniaxial tension tests must be avoided in this kind of material due to difficulties in making the specimens and premature damages caused during testing set-up. On other types of tests, e.g. bending tests, the specimens are submitted to combined stress states (normal and shear stresses). The Iosipescu shear test, performed in a beam with two 90° opposite notches machined at the mid-length of the specimens, by applying two forces couples a pure and uniform shear stress state is generated between the two notches. When a material is isotropic and exhibit low plastic deformation, a failure at 45° in relation to the beam long axis, i.e., normal stress acts parallel to the lateral surface of the notches, and the result for shear strength is equivalent to tensile strength. This work has evaluated a graphite of the type used in rocket nozzles by the Iosipescu test and the resulted shear stress, ~12 MPa, was found to be equal to the tensile strength. Thus, shear strength and tensile strength can be evaluated just by a single and simple experiment, thus avoiding complicated machining of specimen and testing set-up.*

*Key words: Synthetic Graphites, Iosipescu shear test, particulated composites, mechanical properties, weibull modulus.*

### 1. Introduction

Synthetic graphites are particulated composites manufactured with a mixture of coke and pitch. By modifying the relative proportions of these raw materials, and also heat treatment temperature, a change in its mechanical properties will be observed. Graphites are widely used in the metallurgical, nuclear and aerospace industry. Due to their excellent thermo-mechanical properties and low density ( $\sim 2\text{g/cm}^3$ ), graphites are also being used in rockets nozzles throats of large rockets since the late fifties (Blackman, 1970).

Mechanical properties, such as tensile strength, flexural strength, shear strength, among others are commonly used to characterize materials which will give their finger-printing. These test methods are acceptable for determining design allowables, for comparative purposes and also for quality control. The test data depends on the test method, specimen design, fabrication method, and microstructure (Munjal, 1989).

Among all the mechanical tests that are used to characterize materials the uniaxial tension test should be avoided, particularly for brittle materials, due to difficulties in making the specimens (they are prone to fail during machining) and possible damages caused during testing set-up. In some other types of tests, e.g. bending tests, the specimens are submitted to combined stress states, normal and shear stress, and the results for strength and modulus can misleading. These difficulties must be overcome by materials scientists involved in the development and characterization of materials.

In the early sixties, Iosipescu (1967) developed a simple test for determining shear strength and shear modulus of metals. Since then, the new in-plane shear test procedure was known as Iosipescu shear testing. The use of Iosipescu for composite materials was first reported in the early seventies and a lot of research has been accumulated in this particular testing procedure because it is simple to perform, requires small and easily fabricated specimens, and enable measuring very reproducible values of shear modulus and shear strength at simple data processing procedure (Tarnopol'skii, 1999). Validation of the Iosipescu test for isotropic materials was done by Pierron (1995).

During loading of the Iosipescu specimen a pure and uniform shear stress state is generated. According to Mohr circle diagram corresponding to this resulting stress state, that acts in the specimen, the principal normal stresses act parallel to the lateral surface of the notches. If the failure occurs perpendicular to this direction, which is caused by a pure normal stress state the value of peak stress can be regarded to evaluate tensile strength.

Cracks and pores are common features that are found in graphite microstructure. These microstructural features and their known brittleness gives rise to an appreciable scatter in the results of mechanical properties. Weibull distribution statistics is currently the best statistical tool to evaluate the variability of the mechanical test results.

## 2. Experimental

### 2.1. Material

The graphite used in the work was provided by SGL Carbon-USA, trade name HLM 85. It is extruded in 8”cilinder blocks. All the sample specimens were taken parallel to extrusion direction. Polarized optical microscopy was done in a Leica DM RxP optical microscope. The amount of porosity was analysed by mercury intrusion porosimetry in a Autoscan-33 Quantachrome Porosimeter. Surface of the fractured specimens were analysed by a Oxford Leo 435 Vpi scanning electron microscope. The HLM 85 graphite is suitable for use as rocket nozzle throats. To prevent nonperpendicularity of fixture-sample contacts, all specimens were machined with 13 mm thickness (Pierron, 1995).

### 2.2. The Iosipescu test set-up

Twenty seven Iosipescu shear specimens were prepared for testing. The test were conduced according to ASTM D 5379M standard, and they were performed in an Instron 4301. The cross head speed was 0.5 mm/min. The maximum shear stress is calculated by the equation (Iosipescu, 1967):

$$\hat{\sigma}_{xy} = P / d.t \tag{1}$$

where  $P$  is the load,  $d$  is the width between notches and  $t$  is the thickness of the specimen.

The sketch of the Iosipescu specimen is show in Figure 1A. The Iosipescu shear specimens consist of a beam with two 45° opposite notches machined at the mid-length of the specimen. By applying two forces couples that generate two opposite moments, a pure and uniform shear stress state is generated between two notches of the beam, as shown by the force, shear and moment diagrams of Figure 1A. A pure shear loading is generated in the zero-moment section of the beam. The shear stress has its maximum value at the plane  $ac$ . Figure 1B shows a picture of the rig design. Twenty seven samples were tested.

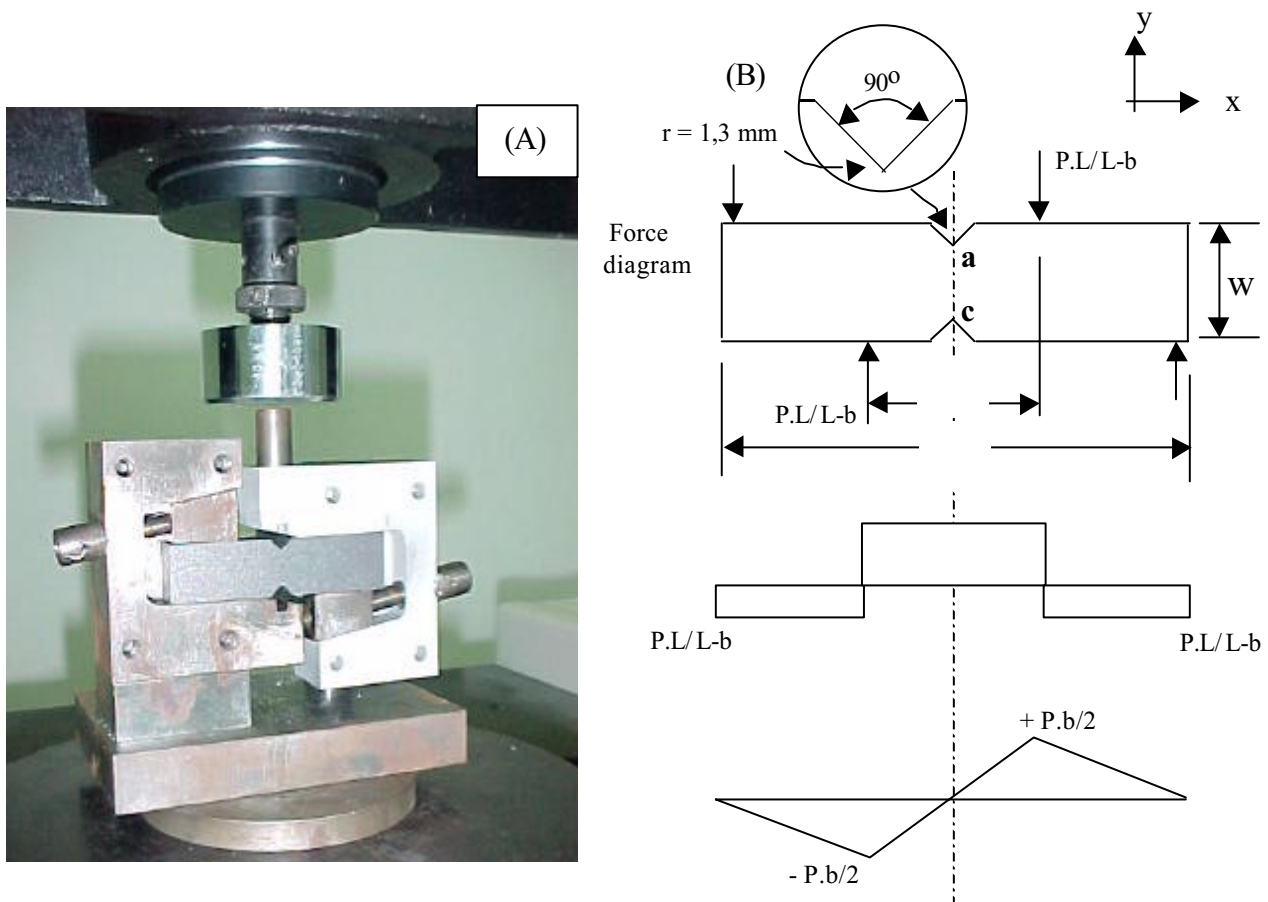


Figure 1 – (A) Loading configuration; (b) Dimensions of the Iosipescu specimen showing shear, and moment diagram. (specimen dimension /  $L = 75\text{mm}$ ,  $d$  is the distant between the notches =  $12\text{mm}$ ).

The Mohr circle for bidimensional pure shear stress state is showed in Figure 2A. Components of normal and shear stress are present and, as a function of the specimen geometry. The normal stresses are located on the plane between *ac* region and they acts parallel to the specimen notch lateral surface. In fact, between *ac* section there is a pure normal stress state and, a failure occurring perpendicular to this direction, therefore the stress values obtained from equation (1), is used to evaluate the tensile strength.

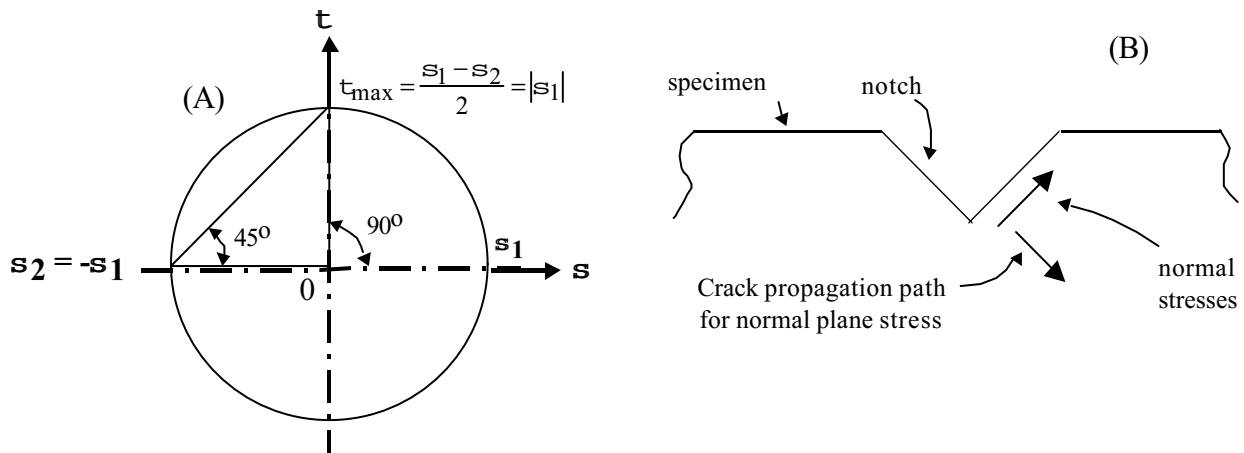


Figure 2 – (A) Mohr circle for pure shear stress state (Iosipescu, 1967), (B) Representation of the Iosipescu shear specimen showing direction normal stress and increase to the failure

### 3. Results and Discussion

A typical polarized optical micrograph of a polished surface of the HLM graphite is shown in Figure 3A. It shows common features for an anisotropic graphite. The reflection interference colors are a result of the orientation of the graphitic lamellae at the polished surface which is called optical texture. The apparent size of the filler particles so observed is taken as the technological “grain size” which can vary from ~1 μm to over 500 μm (Forest, 1977). Finer grains leads to higher mechanical properties. Figure 1B shows a graph of open pore distribution.

Dark areas in Figure 3A represents pores. There is a broad variation in size and shape of the anisotropic components. The appearance of colors, purple, yellow and blue, depends on the orientation of the graphitic lamellae in relation to the polarized light plane. Purple coloration is found when basal planes are parallel to the polished surface, whereas yellow and blue are seen when prismatic edge is presented at the surface (Forest, 1977).

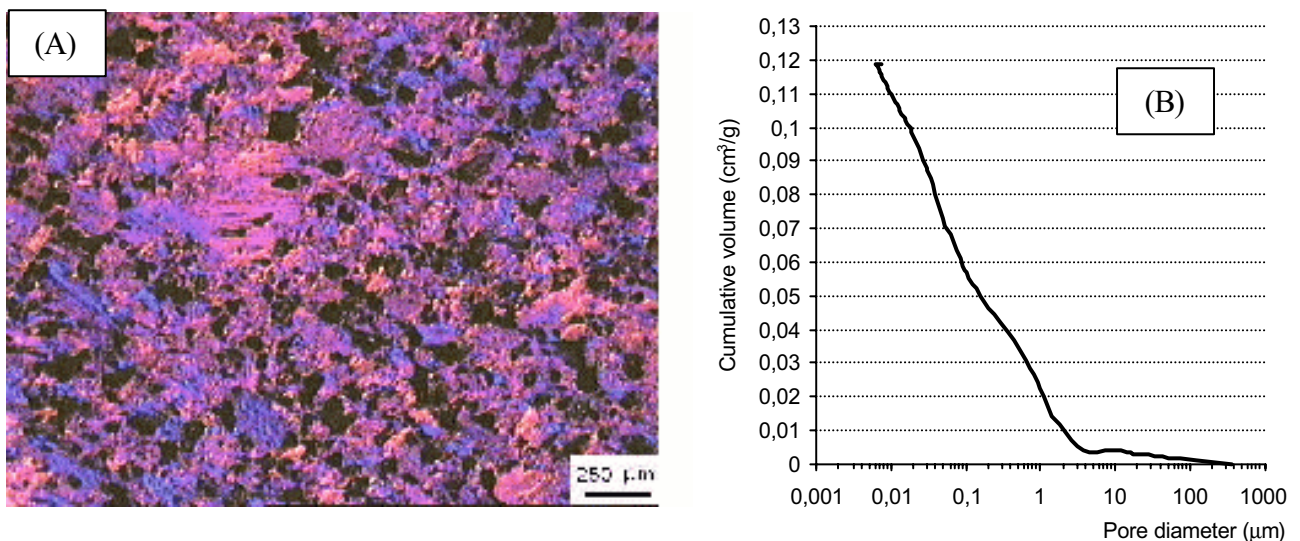


Figure 3. (A) Optical polarized microscopy of the HLM graphite, (B) pore analysis obtained by mercury intrusion porosimetry.

Figure 3B shows pore analysis by mercury intrusion porosimetry. The plot shows that a 12% open pore volume is present in the HLM graphite. The IUPAC boundary of mesopores and macropores is at pore radius = 25 μm. The cumulative pore volume shows that a higher amount of mesopores is present in relation to macropores, which is also confirmed by the micrograph, Figure 3A.



Figure 4 shows a shear stress as a function of displacement diagram for the Iosipescu shear testing. Stress grows monotonically up to maximum shear stress when an abrupt decrease in strength related to brittle failure occurs. The measured shear strength of the HLM graphite was  $12,2 \pm 1,6$  MPa and displacement up to failure stress was  $0,75 \pm 0,09$  mm. Figure 5 shows a characteristic failure mode for the Iosipescu specimen.

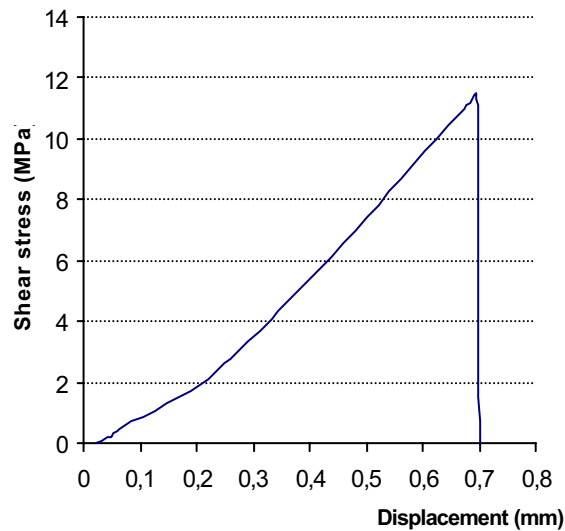


Figure 4 - Shear stress as a function of displacement for the Iosipescu shear test of HLM graphite.

The failure mode of the specimen, brittle failure making  $45^\circ$  (Figure 5) to the *ac* section (Figure 1A), indicates pure tension failure. Thus, if the failure is perpendicular to the main normal stresses the value of shear strength, determined by equation (1) is equal to the tensile strength. Although they has not been determined yet for the graphite used in this work, the static tensile tests of HLM graphites reported in the literature are in the range of 8-12 MPa (Mantel, 1967). Almeida (1999) found for composite materials made of glass microspheres and epoxy resin similar fracture pattern for the failure mode and the equivalence between values for Iosipescu shear strength and tensile strength. This material also exhibited a characteristic brittle failure under shear testing.

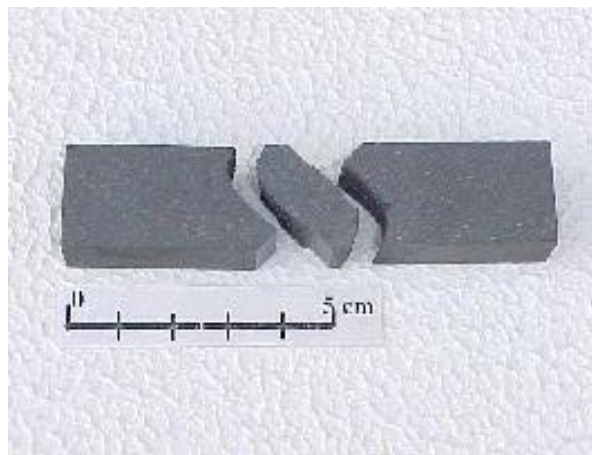


Figure 5 – Fracture specimen of HLM graphite showing the characteristic failure mode at  $45^\circ$  in relation to the applied stress.

Unlike metals and plastics, graphites exhibit the presence of a large number of inhomogeneities, such as cracks and voids, due to their manufactured process. These features causes an appreciable scatter in the maximum failure strength values which is a consequence of the probability to find the critical defect. This critical defect is the one that is the most favourable to crack propagation, and cause failure, as a function of its position in relation to load direction. Defects in materials are randomly distributed and it is necessary to use statistical tools to cope with the variability in properties of these class of materials. The Weibull distribution is one of the most used statistical tools for materials that exhibit brittle failure and a probabilistic distribution of defects. Moreover, because it provides a probabilistic description the theory recognises the inherent variability in graphite strength due to the complexities of its microstructure.

The determination of Weibull modulus ( $m$ ) considers the assumption of a constant volume for all samples tested, and the results in a straight line equation, when plotting experimental failure stress values ( $\tau$ ) as a function of cumulative probability of failure, according to equation (2) :

$$\ln \ln (1/1-P) = m \cdot \ln \tau - m \cdot \ln \tau_0 \tag{2}$$

Weibull modulus is obtained by plotting  $\ln \ln (1/(1-P))$  as function of  $\ln \tau$ . The probability from medium position corresponding to the  $i$ -th observation is given by  $P_i = i/(N+1)$ , where  $N$  is number of samples. The Weibull modulus ( $m$ ) is obtained by linear regression. In resume, the Weibull modulus is a parameter that can indicate how homogeneous the defects are distributed in a material, if they exist.

The Weibull plot for HLM graphite is shown in Figure 6. Sample batches over twenty five the Weibull modulus gives a constant value (Zwaag, 1989). The Weibull modulus ( $m$ ) found for maximum shear stress of twenty seven samples is 8,5.

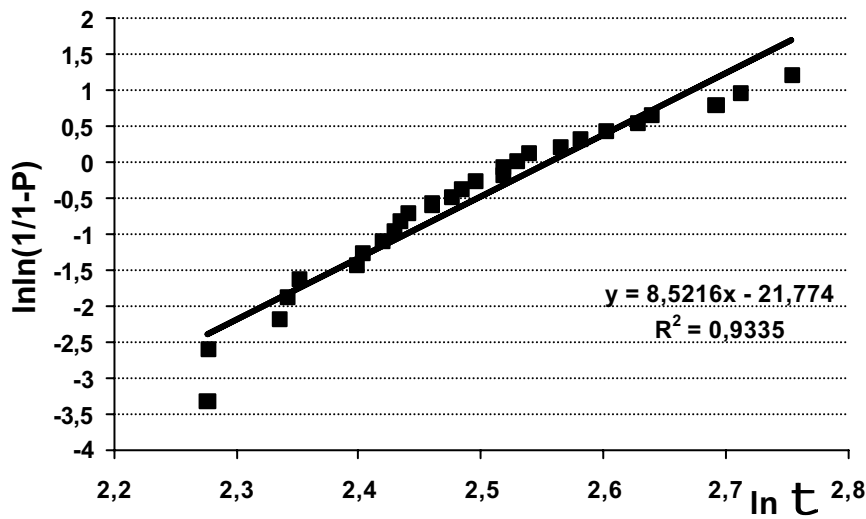


Figure 6 - Weibull plot for HLM 85 graphite. Number of samples tested : 27.

By testing over a hundred samples of HLM graphite having various cross-sections and from different batches under flexure loading, Muller (1994) found a similar value for the Weibull modulus ( $m=9$ ) which is a very close to the result that was found in this work. It is worth to mention that the present work used several samples from the same graphite block whereas in Muller's work the samples were taken from regular block production of a certain size over a time of one year.

All failure models for graphites recognize the key role of pores, in the coke particle or as crack-like porosity which is embedded in binder material, and grain size in the initiation of fracture when graphite is stressed. The cracks tend to lie either in regions of well-orientated binder phase material or along the interfaces between the filler particles and the binder. Similarly to other particulate composites, graphite fracture mechanisms and crack development can mainly take part in the matrix or breaking through the particle themselves, or even splitting the interfaces between binder and particles (Tucker, 1986). It is not easy to determine at each stress level one specific mechanism is more likely to occur than the other. Moreover, shear stresses can also lead to deformation of pores during testing. In any case fractured graphites develop a coarse microstructure, as seen in Figure 7. According to Tucker (1986), the main source for crack development is from pre-existing defects such as pores, which propagates by means of crystallite cleavage, which can be seen in the central region of Figure 7, linking with pores and other cracks and by splitting the interfaces between binder and particles, seen as round-like structures in Figure 7, or by breaking through the particles themselves. As a result subcritical defects form randomly throughout the material, increasing in size and density as the load is applied until failure occurs. Shear stresses can also induce sliding of basal planes within well-oriented structures developing fracture cleavage of crystallites. Cleavage are more likely to occur in pore-free regions.

#### 4. Conclusion

This work reported an easy shear test used for graphites. The calculated shear strength of HLM graphite was ~12,2 MPa. The graphite failure mode showed a 45° crack in relation to the notch section. Graphite is macroscopically isotropic and exhibit low strain. Mohr's cycle shows that principal normal stress are lay perpendicular to the fracture surface and, as a consequence, act parallel to the lateral surface of the notches. This situation is caused by a pure normal

stress state, and the resulting shear failure stress could be used to evaluate the tensile strength as well. In resume, Iosipescu shear testing is a useful tool to estimate with a good accuracy both the shear and tensile strength of graphites. Shear fracture surface is coarse and rather jagged because the crack propagation has to penetrate into the coarse structure of graphite. Weibull modulus for HLM graphite taken from maximum shear strength values is 8,5, which is typical for common ceramic materials.

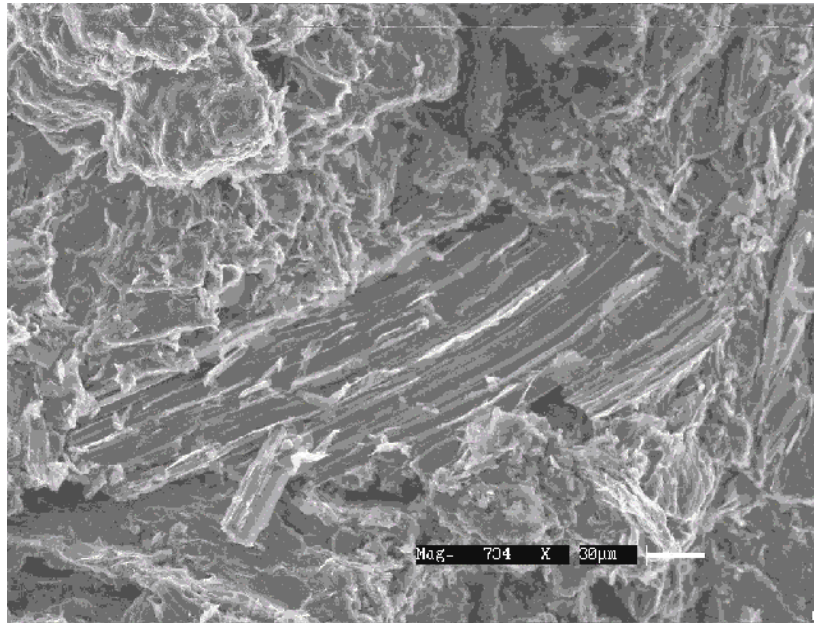


Figure 7 – Fracture surface of a specimen of HLM graphite tested in shear, adjacent to the normal tensile stress surface.

## 5. Acknowledgements

The authors thanks to FAPESP, Proc. Nº 00/04359-3, and to Dr. José Augusto J. Rodrigues, from INPE/LCP, for his help in the mercury porosimetry analysis.

## 6. References

- d'Almeida, J. R. M. and Monteiro, S. N., 1999, "The Iosipescu test method as a method to evaluate the tensile strength of brittle materials", *Polymer Testing*, Vol. 18, pp. 407-408.
- ASTM D5379M-98 – Standard Test Method for Shear Properties of Composite Materials by the V-Notched Beam Method, American Society for Testing of Materials.
- Blackman, C.F, 1968, "Manufacturing Technology of Baked and Graphitized Carbon Bodies", Chap. 2, In: *Modern Aspects of Graphite Technology*, Academic Press, New York-USA, 320 p.
- Forest, R.A and Marsh, H., 1977, "Reflection Interference Colours in Optical Microscopy of Carbon", *Carbon*, Vol. 15, pp. 349-350.
- Iosipescu, N., 1967, "New Accurate Procedure for Single Shear Testing of Metals", *Journal of Materials*, Vol. 2, No. 3, pp. 537-566.
- Mantel, C.L, 1968, "Carbon and Graphite Handbook", Interscience Publisher, New York-USA.
- Muller, R., 1994, Flexural strength statistics of fine grain graphite, *Carbon Conference '94*, p. 804-805.
- Munjal, A. K., 1989, "Test Methods for Determining Design Allowables for Fiber Reinforced Composites," in: *Test Methods for Design Allowables for fiber Composites. ASTM STP 1003*, C. C. Chamis and K. L. Reifsnider, Ed. American Society for Testing and Materials, Philadelphia-USA, pp.93-110.
- Pina, S. R. O., Pardini, L. C. Piorino-Neto, F., 1997, "Weibull Modulus of Bi-directional Carbon Fibre Reinforced Carbon Composites", 23th Biennial Conference on Carbon, USA.
- Pierron, F., Vautrin, A , B. Harris, 1995, "The Iosipescu In-plane Shear Test: Validation on na Isotropic Material", *Experimental Mechanics*, Vol. 35, No. 2, pp. 130-136.
- Tarnopol'skii, Y. M.; Arnautov A. K.; Kulakov, V. L., 1999, "Methods of determination of shear properties of textile composites", *Composites-Part A*, Vol. 30, p. 879-885.
- Tucker, M. O. , Rose, A. P. G. and Burchell, T. D., 1986, "The Fracture of Polygranular Graphites", *Carbon*, Vol. 24, No. 5, pp. 581-602.
- Zwaag, S. van der , 1989, "The Concept of Filament Strength and the Weibull Modulus", *J. Testing Evaluation*, Vol. 17, No. 5, pp. 292-298.

# ÁÇOS ELÉTRICOS: EFEITO DOS PARÂMETROS DE TRATAMENTO TÉRMICO SOBRE O RENDIMENTO DE MOTORES

## Sérgio Roberto Gebler

EMBRACO - Empresa Brasileira de Compressores  
Joinville, SC - Brazil  
[Sergio\\_R\\_Gebler@embraco.com.br](mailto:Sergio_R_Gebler@embraco.com.br)

## Ingeborg Kühn

Dept<sup>o</sup> de Eng. Mecânica - UFSC  
Caixa Postal 476 - 88040-900 Florianópolis, SC - Brazil  
[ingeborg@emc.ufsc.br](mailto:ingeborg@emc.ufsc.br)

## Carlos Augusto Silva de Oliveira

Dept<sup>o</sup> de Eng. Mecânica - UFSC  
Caixa Postal 476 - 88040-900 Florianópolis, SC - Brazil  
[carlosa@emc.ufsc.br](mailto:carlosa@emc.ufsc.br)

Resumo. A busca mundial pela redução do consumo de energia tem incitado os fabricantes de motores elétricos a procurar alternativas para aumentar o rendimento de seus produtos. Dentre as variáveis envolvidas no processo produtivo, merece destaque o ciclo de tratamento térmico a que são submetidos os aços utilizados na fabricação de rotores e estatores: a definição de parâmetros apropriados implica na adequação correta de recursos, na conseqüente redução de custos, no aprimoramento da qualidade e, inclusive, na inferência positiva sobre os tempos de fabricação. Este trabalho estuda um aço elétrico totalmente processado, revestido com fosfato, sob as condições de como fabricado e após tratamento térmico em duas diferentes condições: 480° C e atmosfera oxidante e 760° C e atmosfera descarbonetante. Foram realizadas análises microestruturais, caracterizado o revestimento e determinadas as propriedades de perdas magnéticas e resistência de isolamento. Foi ainda determinado o rendimento de motores elétricos fabricados em linha normal de produção com as lâminas de estatores produzidas neste estudo. Os resultados indicam que o efeito do encruamento decorrente da conformação dos estatores é o fator determinante sobre o rendimento do produto final, uma vez que os melhores resultados foram encontrados para as condições que levaram a ocorrência de recristalização.

Palavras chave: aços elétricos, recozimento, propriedades magnéticas.

## 1. Introdução

Os motores elétricos consomem uma quantidade significativa da energia elétrica produzida na sociedade industrial moderna. Devido a sua simplicidade e robustez, os motores de indução são os principais impulsores da indústria atual. A eficiência de um motor elétrico está diretamente relacionada com o consumo de energia e assim a pesquisa nesta área é estratégica.

Os motores de alta eficiência vêm sendo crescentemente utilizados em bombas, compressores, ventiladores, máquinas ferramenta e equipamentos de condicionamento de ar, tanto na indústria como no comércio. Estima-se que 30% do consumo global de energia elétrica no Brasil destina-se ao acionamento de motores elétricos (Eletrobrás, 1999).

A eficiência de um motor pode ser aumentada de diversas formas. Dentre elas, merece destaque a qualidade dos materiais empregados na sua confecção, em especial, dos aços utilizados na fabricação de estatores e de rotores. Atualmente os estatores e os rotores de motores de alta eficiência já vêm sendo fabricados com aços da classe de grão não orientado, dadas suas superiores propriedades elétricas e magnéticas.

Os estatores tradicionalmente são feitos a partir da justaposição de lâminas de aço estampadas, devidamente isoladas (Fig. 1). Esta tradição naturalmente é decorrente de fatores técnicos (Nikulín, 1987). O processo de estampagem leva a deformação plástica que, por sua vez, deteriora as propriedades elétricas e magnéticas (Landgraf et al, 2000 e Moses et al, 2000) justamente nas regiões onde a densidade do fluxo magnético é mais significativa. Para recuperar pelo menos parcialmente estas perdas, os fabricantes de motores elétricos recorrem ao tratamento térmico de recozimento de recristalização.

Contudo, as empresas que produzem diversos tipos de motores com especificidades próprias, adquirem uma gama variada de aços elétricos. As restrições de manufaturabilidade do motor são dependentes do volume de produção e se tornam críticas em grandes volumes. Um elevado grau de padronização é indispensável às empresas que produzem milhões de unidades/ano em função dos custos dos equipamentos envolvidos na fabricação. Desta forma, componentes como as lâminas de estatores têm desenho fixo para uma grande gama de motores, bem como o tratamento térmico a que estas lâminas são submetidas após a sua conformação por estampagem, que também é padrão independentemente do tipo de aço usado na sua confecção (Gebler e Kühn, 1997 e Kühn e Gebler, 1998).

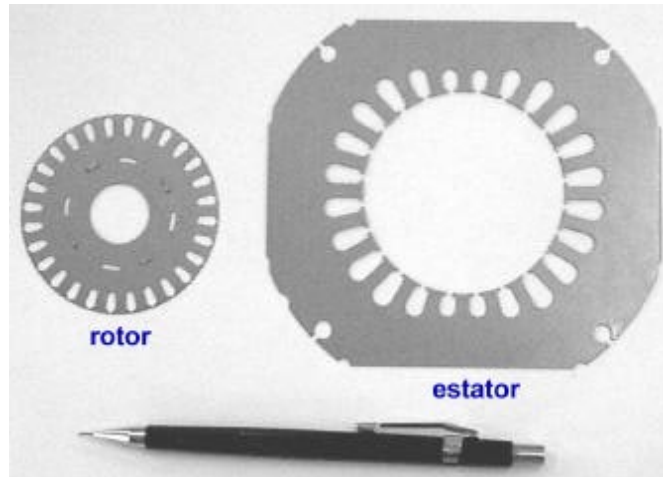


Figura 1 - Conjunto de lâminas de um motor para compressor: rotor (esquerda) e estator (direita).

Dentre os fatores que influenciam as propriedades elétricas e magnéticas do aço e que podem ser alterados durante o tratamento térmico estão a *composição química* e a *microestrutura* (tamanho de grão, textura, grau de deformação e grau de envelhecimento magnético) *do aço*, bem como o *tipo* e as *características do isolante* (espessura, resistência ao isolamento, dureza) (Kühn e Gebler, 1998; Gunther et all, 1998; Hou e Wang, 1990 e Lyudkovsky et all, 1996).

Este trabalho objetiva quantificar o efeito dos parâmetros de tratamento térmico sobre as propriedades elétricas e magnéticas de um aço de grão não orientado do tipo totalmente processado, revestido com fosfato. Objetiva ainda caracterizar o fator metalúrgico de maior influência sobre a eficiência de um motor elétrico. Para tal, são comparadas as condições de (i) após estampagem e (ii) com posterior tratamento térmico em duas diferentes condições: 480° C e atmosfera oxidante e 760° C e atmosfera descarbonetante.

## 2. Materiais e Métodos

Como matéria-prima foram utilizadas chapas de 0,5 mm de espessura do aço Acesita E 230 C4, cuja composição química encontra-se especificada na Tab. (1). O revestimento isolante deste aço (C4) é fosfato.

Tabela 1- Composição química do aço utilizado

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Al	Cu	Ti	Sn	Zr
0,002	0,140	2,0	0,009	0,009	0,093	0,038	0,250	0,023	0,002	0,004	0,002

Para efeito de comparação, os experimentos foram realizados em três condições distintas:

Grupo 1 - Amostras estampadas (sem tratamento térmico);

Grupo 2 - Amostras estampadas e então submetidas ao tratamento térmico de descarbonetação & recozimento (760°C / exo-gás com ponto de orvalho de ≈ 25°C / 3,5 h) e oxidação (540°C / exo-gás com ponto de orvalho de ≈ 75°C / 2,5 h);

Grupo 3 - Amostras estampadas e posteriormente submetidas ao tratamento térmico de recozimento & oxidação (480°C / nitrogênio com ponto de orvalho de ≈ 71°C / 2 h).

Os tratamentos térmicos foram realizados em fornos e condições industriais.

As propriedades estudadas foram:

*perdas magnéticas* – em corpos de prova padrão, no Quadro Epstein Yokogawa - Modelo 3265 (2Kg-50/60Hz);

*resistência de isolamento* – através de um Medidor Frankling Modelo Embraco, utilizando-se amostras com geometria de uma lâmina de estator típica, confeccionada pelo processo produtivo normal de uma empresa;

*desempenho* – foi avaliado o desempenho de motores elétricos fabricados com os estatores deste estudo através da bancada mostrada na Fig. (2). Esta bancada permite determinar o torque em regime de operação (Mk) e o rendimento de motores elétricos, simulando o funcionamento do motor em um sistema da refrigeração. Embora não seja padronizado, este ensaio é aceito sem restrições por todos os institutos internacionais que aprovam os produtos da empresa na qual foi realizado.

Para as análises metalográficas, foram utilizados um microscópio ótico Olympus Modelo Vanox e um microscópio eletrônico de varredura Philips Modelo XL 30 (MEV) que tinha acoplado um analisador de energia dispersiva de Raios-X (EDAX). A determinação do tamanho de grão foi realizada pelo método planimétrico segundo a norma ASTM E112-96.



Figura 2 - Bancada para avaliação do desempenho de motores elétricos.

### 3. Resultados e discussão

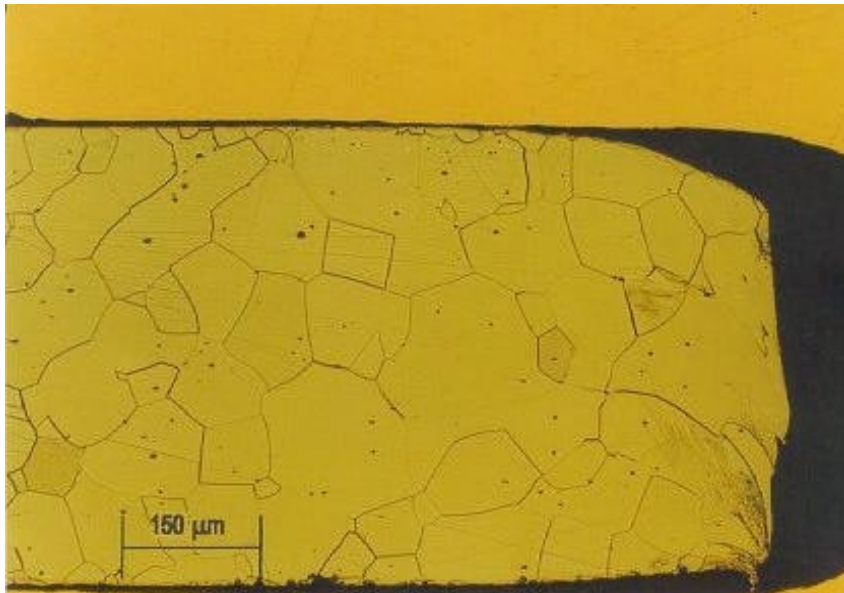
A Figura (3) apresenta a micrografia da região do dente de uma das ranhuras das lâminas de estator. Note-se que a estampagem ocasionou deformação plástica na zona de corte e suas adjacências (Fig. 3a). O tratamento térmico realizado a  $760^{\circ}\text{C}$  possibilitou a recristalização das regiões deformadas, conforme pode ser visto na Fig. 3b. Já o tratamento efetuado a  $540^{\circ}\text{C}$  não mostrou-se efetivo para promover a recristalização (Fig. 3b).

A Figura (4) mostra os resultados obtidos do ensaio de perdas magnéticas. Note-se que as perdas aumentaram com o aumento da indução. Em relação as três condições de estudo, verifica-se que, de uma forma geral, os menores valores de perdas foram para as amostras do Grupo 2 (recozidas a  $760^{\circ}\text{C}$  e posteriormente oxidadas a  $540^{\circ}\text{C}$ ), seguidas pelas amostras do Grupo 3 (recozidas e oxidadas a  $480^{\circ}\text{C}$ ), ficando as amostras do Grupo 1 (sem tratamento térmico) com os piores resultados. Para indução de 10 KGauss, pode-se observar que os resultados médios são de 1,82 W/Kg para o Grupo 2, 1,98 W/Kg para o Grupo 3 e 2,08 W/Kg para o Grupo 1.

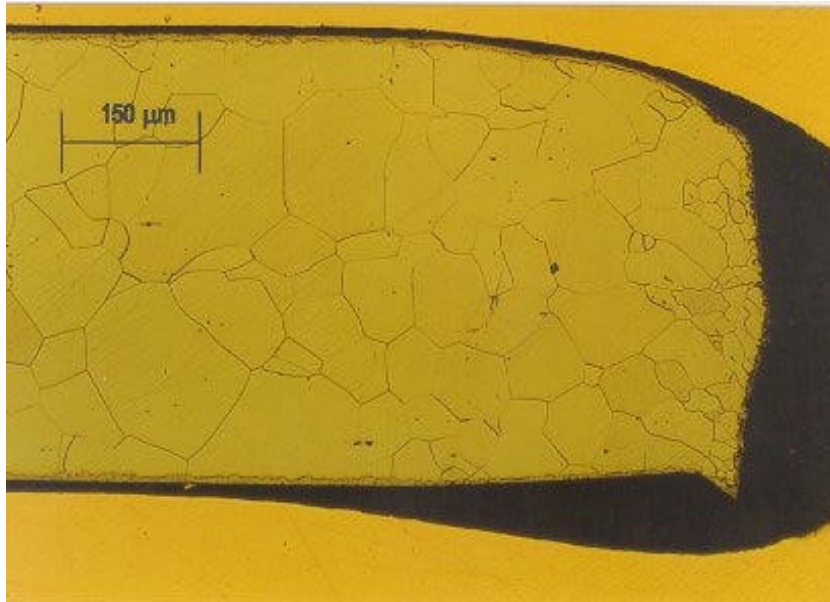
Estes valores indicam que, embora o tratamento térmico realizado a  $540^{\circ}\text{C}$  não tenha promovido a recristalização, o mesmo foi suficiente para causar alívio de tensões por recuperação. Indicam ainda a significativa influência da deformação plástica sobre a deterioração das propriedades magnéticas.

Analisando os resultados da Fig. 5, pode-se verificar que o melhor isolamento é o obtido no Grupo 3 – recozidas e oxidadas a  $480^{\circ}\text{C}$  (resistência de isolamento média de  $0,66\ \Omega\cdot\text{cm}^2$ ), seguido pelas amostras do Grupo 1 – sem tratamento ( $0,35\ \Omega\cdot\text{cm}^2$ ). O pior resultado ficou com as amostras do Grupo 2 - recozidas a  $760^{\circ}\text{C}$  e posteriormente oxidadas a  $540^{\circ}\text{C}$  ( $0,17\ \Omega\cdot\text{cm}^2$ ).

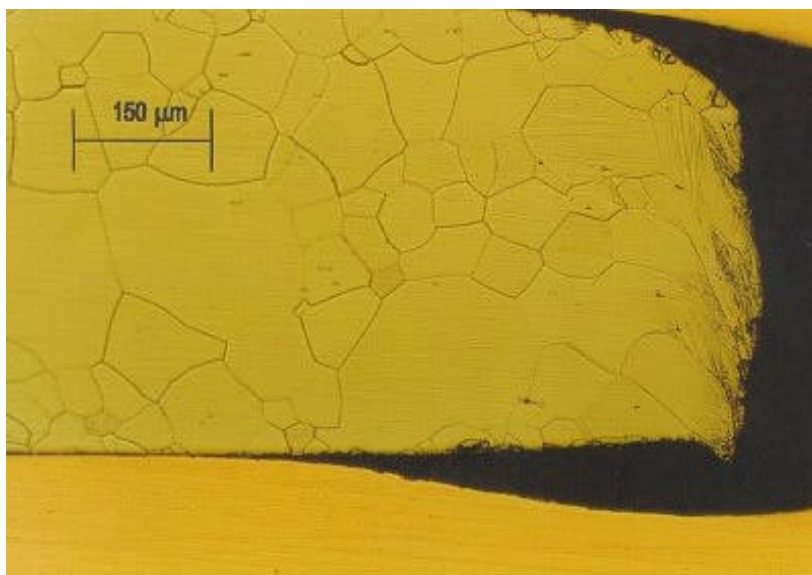
Estes resultados podem ser melhor compreendidos analisando-se as micrografias da Fig. (6). Note-se que as amostras do Grupo 1 – sem tratamento térmico (Fig. 6a) tem sua resistência de isolamento fortemente influenciada pelas características da capa de revestimento fosfático do aço. O tratamento térmico realizado a  $480^{\circ}\text{C}$  por 2h em uma atmosfera de nitrogênio com um ponto de orvalho  $\approx 71^{\circ}\text{C}$  propiciou a formação de uma camada óxida sobre o revestimento (Fig. 6b), contribuindo com isso para melhorar a resistência de isolamento. Contudo o tratamento realizado nas amostras do Grupo 2 levou a parcial deterioração da camada de revestimento quando da etapa a  $760^{\circ}\text{C}$ , sendo que a oxidação a  $540^{\circ}\text{C}$  por 2,5 h em uma atmosfera de exo-gás com ponto de orvalho de  $\approx 75^{\circ}\text{C}$  não foi efetiva para formar uma camada de óxido com boa resistência de isolamento sobre a superfície (Fig. 6c). Conforme Shapiro (1975), nesta faixa de temperaturas e sob este tipo de atmosfera é necessário que o ponto de orvalho seja de  $80^{\circ}\text{C}$ .



(a)



(b)



(c)

Figura 3. Microestrutura do dente da lâmina de estator para as três condições de estudo: (a) sem tratamento térmico, (b) recozido a 760° C e posteriormente oxidado a 540° C e (c) recozido e oxidado a 480° C.

Pode-se concluir que o controle dos parâmetros de processo como temperatura e ponto de orvalho na zona de formação do óxido são de extrema importância para redução das correntes parasíticas, necessitando a formação de uma camada de óxido com boas características de isolamento superficiais (Stratton e Stanescu, 1999 e Lindenmo et all, 2000).

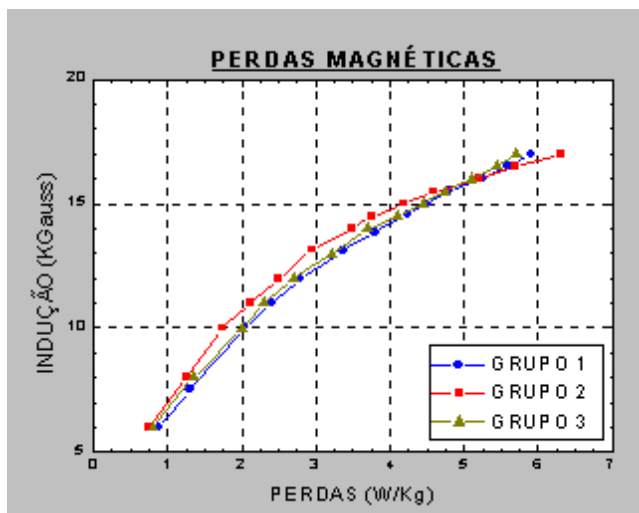


Figura 4 – Perdas magnéticas das amostras sem tratamento térmico (Grupo 1), recozidas a 760° C e posteriormente oxidadas a 540° C (Grupo 2) e recozidas e oxidadas a 480° C (Grupo 3).

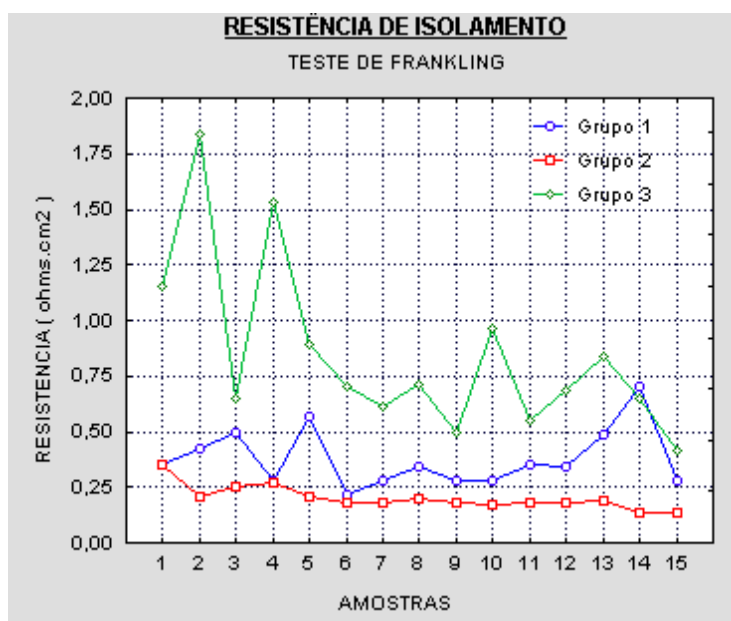
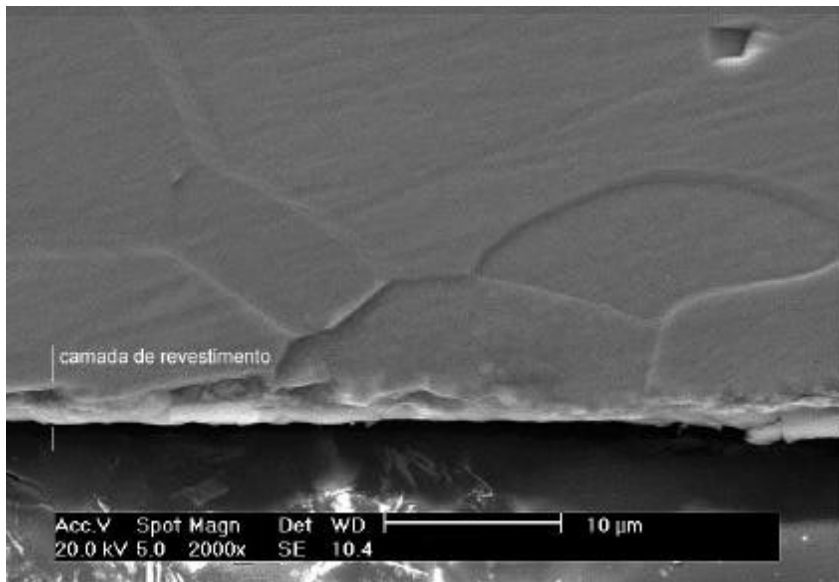


Figura 5. Resistência de isolamento para as três condições de estudo: sem tratamento térmico (Grupo 1), recozidas a 760° C e posteriormente oxidadas a 540° C (Grupo 2) e recozidas e oxidadas a 480° C (Grupo 3).

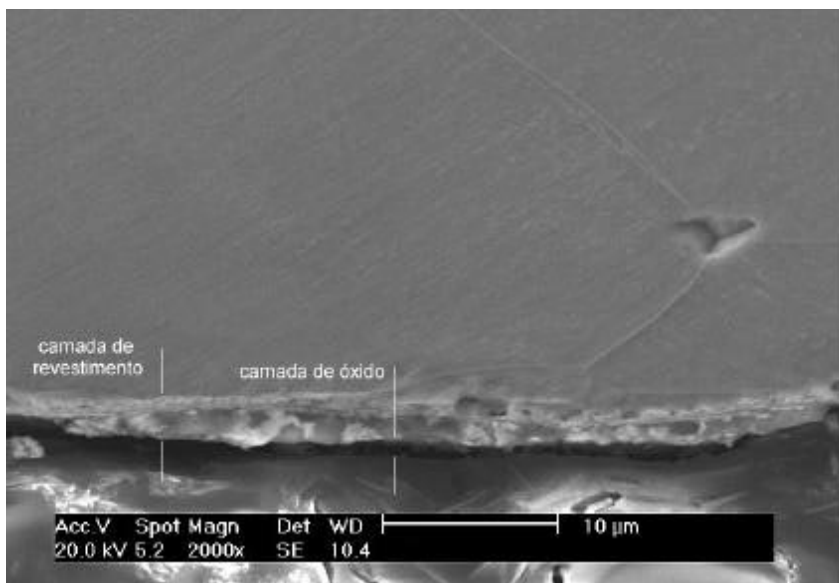
Na Figura (6) pode-se observar o rendimento de motores confeccionados com lâminas de estatores produzidas neste estudo. O melhor rendimento foi obtido com os estatores do Grupo 2 - recozidos a 760° C e posteriormente oxidados a 540° C (86,11% em média), seguidos pelas amostras do Grupo 3 - recozidos e oxidados a 480° C (85,04%) e, com desempenho inferior, os motores com estatores do Grupo 1 - sem tratamento térmico (84,74%).

O desempenho dos motores do Grupo 2 foi inclusive melhor que o especificado para este tipo motor (+0,21% de eficiência). O Grupo 1 e o Grupo 3 apresentaram valores médios inferiores ao especificado, com eficiência de -1,16% para o Grupo 1 e de - 0,86% para o Grupo 3. Estes resultados indicam que o fator de maior influência sobre o rendimento é a deformação plástica induzida quando da estampagem, uma vez que somente na condição onde houve recristalização (Grupo 2) é que se obtiveram resultados acima dos especificados. Embora a resistência de isolamento tenha sido a de pior resultado para as amostras do Grupo 2, seu efeito ficou encoberto pelo ganho advindo da eliminação do excesso de discordâncias. O alívio de tensões (Grupo 3) juntamente com o aumento na resistência de isolamento levaram a um ganho de rendimento se comparado ao uso das lâminas do Grupo 1.

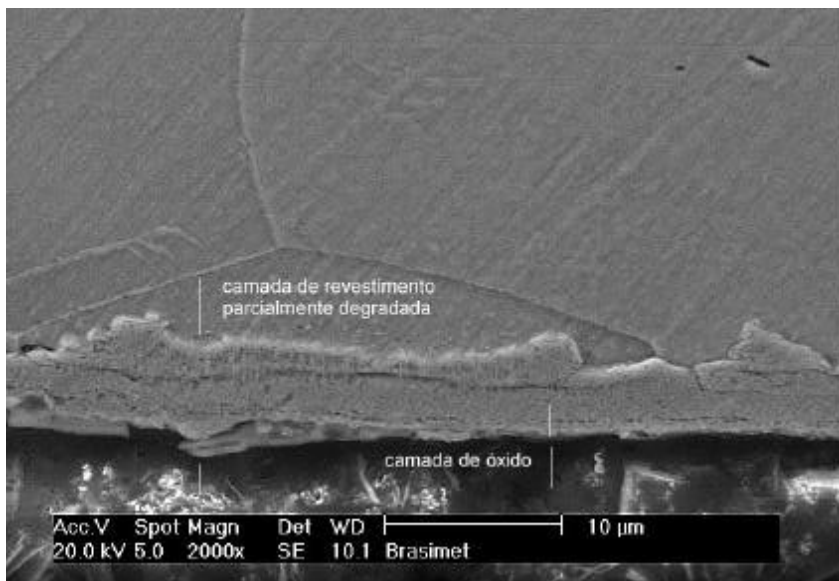




(a)



(b)



(c)

Figura 6. Aspecto da região superficial das amostras (a) sem tratamento térmico, (b) após recozimento a 760° C e posterior oxidação a 540° C e (c) após recozimento e oxidação a 480° C.

Note-se que os resultados das perdas magnéticas e os valores de rendimento dos motores mostram que as perdas mantêm o mesmo comportamento encontrado no rendimento, ou seja, menores perdas no material indicam maior rendimento nos motores. Estes resultados mostram que o ensaio Epstein é um bom indicativo da correlação com o desempenho dos motores, apesar de não avaliar o efeito da geometria da lâmina e também das deformações geradas na estampagem.

Os valores do torque  $M_k$  representam o torque máximo quando somente a bobina principal está em funcionamento. Esta condição de torque dimensiona o esforço máximo que o motor de um compressor deve superar para vencer os diferenciais máximos de pressão entre a sucção e a descarga (tombamento), quando em operação em um sistema de refrigeração. O valor especificado para este tipo de motor é um torque  $M_k$  de 11 Kgf.cm.

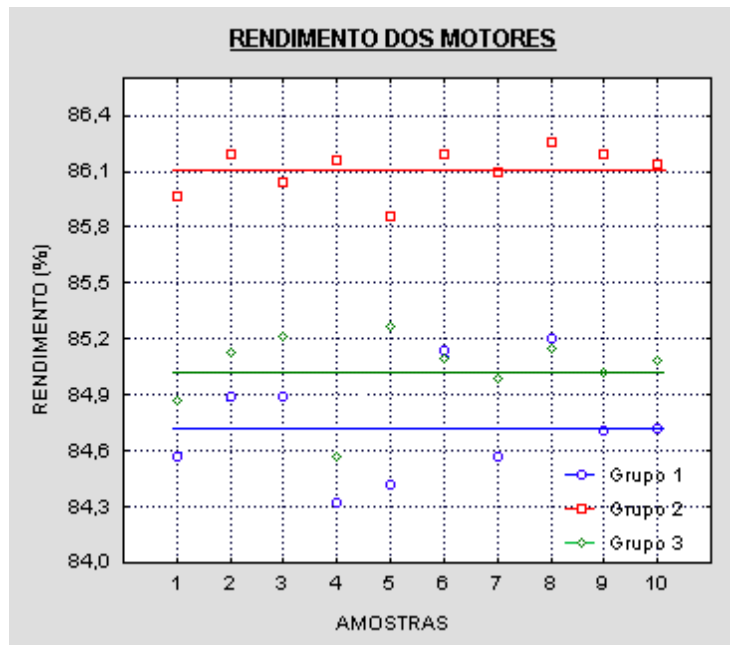


Figura 7. Comparativo dos resultados de rendimento dos motores para cada grupo de amostras.

Os ensaios mostraram que os valores médios das amostras ficaram bastante próximos, visto que o torque é influenciado pela variação da tensão de alimentação, diâmetro de fio, número de espiras e comprimento da bobina (Veinott e Martin, 1986). No experimento realizado estes parâmetros foram mantidos constantes. Estes resultados indicam que o torque máximo não foi influenciado pelo tratamento térmico do estator.

#### 4. Conclusões

Com base nos resultados experimentais obtidos é possível concluir o seguinte:

- a estampagem introduz uma grande deformação plástica no dente da ranhura de estatores típicos, que alcança uma profundidade de aproximadamente 0,1 mm no interior do material;
- a temperatura de 760°C é suficiente para a recristalização da microestrutura do dente da ranhura, sendo este o efeito preponderante sobre o aumento do rendimento dos motores;
- a temperatura de 460°C não é suficiente para formação de novos grãos na estrutura, mas é suficiente para promover o processo de recuperação, reduzindo as tensões internas provocadas pela estampagem e com isto melhorando o rendimento dos estatores se comparado às amostras sem tratamento;
- a aplicação do ciclo térmico (760°C / exo-gás com ponto de orvalho de  $\approx 25^\circ\text{C}$  / 3,5 h) + (540°C / exo-gás com ponto de orvalho de  $\approx 75^\circ\text{C}$  / 2,5 h) em lâminas de estator com material totalmente processado melhora o rendimento médio dos estatores em 1,37% em relação a estatores fabricados sem tratamento;
- a aplicação do ciclo térmico (540°C / exo-gás com ponto de orvalho de  $\approx 75^\circ\text{C}$  / 2,5 h) em lâminas de estator com material totalmente processado melhora o rendimento médio dos estatores em 0,3% em relação a estatores fabricados sem tratamento;
- a temperatura de 760°C levou a degradação da camada de fosfato e a posterior oxidação a 540°C promoveu uma camada de óxido sobre a superfície de baixa resistência de isolamento e comparativamente pior que a condição de fornecimento;
- o ensaio Epstein é um bom indicativo da correlação com o desempenho dos motores.

## 5. Referências

- Eletrobrás - Centrais Elétricas do Brasil S. A., 1999, "PROCEL – Programa Nacional de Combate ao Desperdício de Energia Elétrica – Uso Final", <http://www.eletronbras.gov.br/procel/cons.htm>.
- Gebler, S. R. & Kühn A., I., 1997, "Efeito dos parâmetros do ciclo de recozimento sobre as propriedades magnéticas de aços para a fabricação de motores", 2º Cong. Int. de Tecnol. Metalúrgica e de Materiais da ABM, Vol. 3, São Paulo, Brazil, pp. 356-365.
- Gunther, K., Bolling, F. e Huneus, H., 1998, "Detrimental effect of oxidation on magnetic properties of nonoriented electrical steel sheet", J. Applied Physics, Vol. 64, nº 10, pp. 5347-5349.
- Hou, C. K. e Wang, P. C., 1990, "Effects of composition and process variables on core loss and hardness of low carbon electrical steels", J. Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 92, pp. 109-115.
- Kühn A., I. & Gebler, S. R., 1998, "Aços para a fabricação de motores elétricos: parâmetros de processamento x propriedades magnéticas", V Cong. de Eng. Mecânica Norte Nordeste - CEM-NNE98, Fortaleza/CE, CD-Rom.
- Landgraf, F. J. G., M. Emura, M., Ito, K., Carvalho, P. S. G., 2000, "Effect of plastic deformation on the magnetic properties of non-oriented electrical steels", J. of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 215-216, pp. 94-96.
- Lindenmo, M., A. Coombs, A., Snell, D., 2000, "Advantages, properties and types of coatings on non-oriented electrical steels", J. of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 215-216, pp. 79-82.
- Lyudkovsky, G., Rastogi, P. K. & Baia, M., 1996, "Effect of composition on the magnetic properties of nonoriented electrical steels", J. Metals, pp. 19-26.
- Moses, A. J., Derebasi, N., Loisos, G., Schoppa, A., 2000, "Aspects of the cut-edge effect stress on the power loss and flux density distribution in electrical steel sheets", J. of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 215-216, pp. 690-692.
- Nikulín, N., 1987, "Materiais de montagem elétrica", Ed. Mir, Moscou, 112p.
- Shapiro, J.M., 1975, "Optimizing the Decarburization of Punched Electrical Steel Lamination", Inland Steel Research Laboratories, Internal Report, pp. 57-71.
- Stratton, P.F., Staneuscu, M.S., 1999, "Atmospheres for Annealing Electrical Steels", Advanced Material and Process, nº 10, pp. 224-227.
- Veinott, C.G., Martin, J.E., 1986, "Fractional and Subfractional Horsepower Electric Motors". Mc Graw-Hill, New York, USA, 428 p.

## ELECTRICAL STEELS: INFLUENCE OF HEAT TREATMENT PARAMETERS ON THE ELECTRIC MOTORS PERFORMANCE

### **Sérgio Roberto Gebler**

EMBRACO – Brazilian Company of Compressors  
Joinville, SC - Brazil  
[Sergio\\_R\\_Gebler@embraco.com.br](mailto:Sergio_R_Gebler@embraco.com.br)

### **Ingeborg Kühn**

Mechanical Engineering Department – Federal University of Santa Catarina  
P. O. Box 476 - 88040-900 Florianópolis, SC - Brazil  
[ingeborg@emc.ufsc.br](mailto:ingeborg@emc.ufsc.br)

### **Carlos Augusto Silva de Oliveira**

Mechanical Engineering Department – Federal University of Santa Catarina  
P. O. Box 476 - 88040-900 Florianópolis, SC - Brazil  
[carlosa@emc.ufsc.br](mailto:carlosa@emc.ufsc.br)

***Abstract.** The world-wide search for the reduction of the energy consumption has encouraged the electric motors manufacturers to look alternatives to magnify the performance of its products. Amongst variables that are involved in the productive process, it deserves prominence the heat treatment cycle that are submitted steel used in the fabrication of rotors and stators: the definition of appropriate parameters implies in the correct adequacy of features, the consequent reduction of costs, the improvement of the quality and, also, in the positive inference on the manufacture times. This work is carried out in a non-oriented phosphate coated electric steel under the conditions of as manufactured and after heat treatment in two different conditions: 480° C in oxidant atmosphere and 760° C in decarburizing atmosphere. Microstructure had been analyzed, phosphate coat had been characterized, and the properties of core loss and resistance to the isolation had been determined. The performance of electric motors, manufactured in normal assembly line using the stators produced in this study, was also determined. The results indicate that the effect of the strain hardening induced during the stators conformation is the determinative factor on the electric motor performance, once the best results had been found for the conditions in which occurred recrystallization, despite the results of the other analyzed properties.*

***Keywords.** electrical steels, annealing, magnetic properties.*

## Desenvolvimento de Material Compósito para Reparos de Dutos

### Silvia Maria N. Alves Loureiro

PEMM-COPPE/UFRJ - Caixa Postal 68505, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 21945-970  
silviamarian@hotmail.com

### Alexandre Nascimento de Sousa

PEMM-COPPE/UFRJ - Caixa Postal 68505, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 21945-970  
ansousa@metalmat.ufjf.br

### Roberto Tetsuo Fujiyama

PEMM-COPPE/UFRJ - Caixa Postal 68505, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 21945-970  
fujiyama@metalmat.ufjf.br

### Fernando Luiz Bastian

PEMM-COPPE/UFRJ - Caixa Postal 68505, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 21945-970  
fbsatian@metalmat.ufjf.br

**Resumo.** Foi feito o desenvolvimento de um material compósito alternativo como substituto dos materiais metálicos convencionais utilizados em reparos de dutos com a presença de danos ocasionado por corrosão externa e interna. O material compósito desenvolvido foi obtido a partir da seleção de uma matriz polimérica constituída de resina epóxi e, posteriormente, reforçada por camadas de fibra de vidro na forma de tecido. O desenvolvimento da matriz foi realizado através do estudo da otimização de propriedades mecânicas de diferentes tipos de resina, agentes modificadores e endurecedores disponíveis comercialmente. Para a confecção do material compósito, a matriz polimérica selecionada foi reforçada através da adição de camadas de fibra de vidro tipo E na forma de tecido através do processo de fabricação por laminação por empilhamento manual ("Hand Lay-up"). Para a obtenção das propriedades mecânicas da matriz e do material compósito foram realizados ensaios destrutivos normalizados.

**Palavras chaves:** Reparo de Dutos; Materiais Compósitos; Propriedades Mecânicas.

## 1. Introdução

### 1.1. Materiais Compósitos

Os materiais compósitos de matriz polimérica são formados por dois materiais distintos, a matriz polimérica e o reforço, na maioria das vezes, na forma de fibras. Cada um destes componentes possui propriedades próprias, por exemplo rigidez e resistência à tração. Quando os dois materiais são combinados, as propriedades do material compósito resultante dependem das propriedades mecânicas dos componentes individuais, da quantidade relativa de cada componente na mistura, assim como das dimensões e da orientação das fibras de reforço. Quando os componentes são combinados, aparece também como uma variável que influi nas propriedades finais do material a resistência da interface fibra-matriz. O presente trabalho apresenta a caracterização mecânica e microestrutural de um compósito de matriz polimérica, epóxi, reforçada por fibras de vidro a ser usada como alternativa no reparo de dutos.

### 1.2. Reparos de Dutos

Na sua vida útil, dutos de aço são susceptíveis à ocorrência de danos internos como, por exemplo, aqueles causados por corrosão. Como decorrência, há um aumento no risco de vazamentos com o tempo de operação do duto, o que pode causar sérios prejuízos devido a falhas catastróficas do duto, dano ambiental e, além disso, lucros cessantes até o reparo da linha. Para sanar esses danos, reparos metálicos tem sido tradicionalmente utilizados.

Recentemente, tem havido um grande esforço no desenvolvimento de materiais não-metálicos para o reparo de dutos de aço apresentando defeitos internos ou externos. Esses reparos, na forma de materiais compósitos de matriz polimérica reforçada por fibras, são aplicados à superfície externa do duto danificado, com uma espessura suficiente para promover um reforço efetivo da área danificada, permitindo que o duto possa ser utilizado por um período de tempo prolongado, até seu reparo definitivo.

Devido ao seu desenvolvimento recente, o comportamento desses reparos ainda não é completamente conhecido. Dessa forma, em função da responsabilidade envolvida na utilização dos mesmos, diversos e extensivos estudos sobre as diferentes formulações das matrizes, do teor de fibras, características microestruturais e o comportamento mecânico dos reparos e dutos reparados devem ser realizados.

## 2. Materiais e Métodos

### 2.1. Materiais

### 2.1.1. Matriz

Foi escolhida uma resina epóxi líquida, modificada com diluentes reativos, de baixa viscosidade, à base de Bisfenol A, especificada pelo fabricante (Ciba) como Araldite XGY-1109, indicada para laminação/impregnação. Possui, segundo o fabricante, boas propriedades mecânicas e resistência química, conforme a escolha do endurecedor e dos materiais auxiliares, que são variáveis dentro de amplos limites. Devido a baixa viscosidade, proporciona excelentes propriedades de trabalho e deve ser armazenada em local seco entre 18 e 25 °C, por um tempo de, aproximadamente, até um ano.

Os endurecedores utilizados, especificados como HY 830/HY850, são à base de aduto de poliamina aromática para formulação de revestimentos anti-corrosivos e possuem excelente resistência a ácidos orgânicos, boas propriedades mecânicas, notável resistência à abrasão, produzindo superfícies de filme lisas, tipo verniz, não pegajosa, mesmo que os revestimentos sejam curados à sua baixa temperatura (Ciba, 1997). Igualmente à resina, devem ser armazenados em local seco entre 18 e 25 °C (Ciba, 1997). O armazenamento prolongado poderá resultar em cristalização do material e suas propriedades e estado original podem ser restabelecidos aquecendo-os até 70-80 °C e agitando-os. O tempo de armazenamento máximo é de 1 ano (Ciba, 1997). Na Tabela (1) temos listadas algumas características da resina epóxi e agentes de cura utilizados na produção do material compósito (Ciba, 1997).

Tabela 1. Características da resina epóxi 1109 e dos agentes de cura 830 e 850 utilizados na fabricação do material compósito (Ciba, 1997).

Sistema	Composto	Aspecto e cor (Gardner)	Viscosidade à 25° C (mPas)	Peso Específico (g/m <sup>3</sup> )	Aplicações
GY1109	Bisfenol A Modificada	Líquido Claro < 3	1200/1600	1,11	Revestimentos isentos de solventes.
HY 830	Amina aromática	Fluido Castanho <10	3800/5800	1,12	Formulação de revestimentos e pisos de alta resistência química.
HY 850	Amina aromática	Fluido Castanho <12	1500/21000	1,13	Diferentes tempos de gel. Revestimento anti-corrosivo.

### 2.1.2. Fibras

A fibra de vidro utilizada na fabricação do material compósito foi a do tipo E, confeccionada na forma de tecido bidimensional, com gramatura 180 g/m<sup>2</sup>. O tecido foi cortado nas dimensões de 15 x 30 mm x mm para serem laminadas e produzir placas para serem posteriormente cortadas e extraídas os corpos de prova para o ensaio de tração.

A Tabela (2) ilustra propriedades físicas e mecânicas de fibra de vidro tipo E usada como reforço no material compósito (Chawla, 1987).

Tabela 2. Propriedades de diferentes fibras usadas como reforço em materiais compósitos.

Propriedades	Fibra de Vidro tipo E
Peso específico, $\rho$	2,62
Módulo, E (GPa)	70
Resistência à tração, $\sigma$ (MPa)	1750
Alongamento, %	4,9

### 2.1.3. Compósito

O material compósito foi produzido através da laminação de camadas de fibra de vidro impregnadas de resina e sobrepostas uma sobre a outra até atingir a espessura de 3,0 mm, sendo necessário a laminação de 18 camadas de fibra de vidro. Após a laminação, o produto final sofreu cura em condições ambientais.

## 2.2. Métodos

### 2.2.1. Análise Química

A fração volumétrica dos constituintes de um material compósito podem ser determinados pela dissolução química da matriz ou por técnicas fotomicrográficas. Na dissolução química, a matriz é dissolvida e as fibras são

pesadas. A fração volumétrica de cada componente é calculada a partir dos seus respectivos valores de peso e densidade. A técnica de dissolução ácida assume como zero a quantidade de vazios, porém esta não fornece a distribuição de fibras no compósito. Deste modo, é requerido um ácido que ataque a matriz e não ataque as fibras, onde é normalmente utilizado ácido nítrico no estudo de compósitos poliméricos com matriz de resina epóxi.

Para a determinação da fração de fibras em volume foi realizada a dissolução da matriz através do ataque químico do compósito, de acordo com a norma ASTM D3171-76 (1990), e posterior pesagem das fibras e respectivos cálculos com equações obtidas a partir da regra das misturas.

### 2.2.2. Caracterização Microestrutural

Amostras com dimensões de 10 x 20 mm e com 3,0 mm de espessura, retiradas das direções longitudinal e transversal das placas laminadas foram embutidas com resina epóxi em moldes de borracha de silicone e posteriormente lixadas utilizando a sequência granulométrica: 120, 220, 320, 400 e 600. Em seguida, as amostras foram polidas com pasta de alumina de 0,25  $\mu\text{m}$  e refrigeradas com álcool etílico. O processo lixamento e o polimento das amostras foi realizado em politriz metalográfica da marca Struers e Prazis, modelo APL – 4D.

As macrografias estereoscópicas foram realizadas através de imagens estereoscópicas obtidas no microscópio estereoscópio da marca Zeiss, modelo Stemi SV6. As imagens macrográficas foram obtidas com aumentos de 0,8 a 1,6X e posteriormente transformadas em imagens digitais através de câmera digital Kodak DC 280 Zoom.

Na caracterização microestrutural foram utilizadas as mesmas amostras anteriores preparadas para a estereoscopia ótica. As micrografias foram obtidas através do microscópio ótico da marca Olympus, modelo BX60M. As imagens microscópicas foram capturadas através de uma câmara digital conectada ao microscópio e digitalizadas com um programa de análise de imagens. Os aumentos utilizados variaram de 50 a 1000X.

### 2.3.4. Ensaios Mecânicos

Os ensaios mecânicos de tração foram efetuados em uma máquina de ensaios Instron modelo TTDML com capacidade de 10 toneladas. Os corpos de prova foram produzidos e ensaiados de acordo com a normas ASTM D3039M-95 e D897-95, com velocidades de carregamento de 0,5 e 1 mm/min para a resina e o compósito, respectivamente.

Para a medição da deformação nos corpos de prova foram utilizados extensômetros com comprimento de referência de 25 e 50 mm para a resina e o compósito, respectivamente. Os dados eletrônicos obtidos através dos extensômetros foram processados computacionalmente e originaram gráficos tensão-deformação mais precisos.

Os gráficos obtidos com estes procedimentos de ensaio possibilitaram a determinação do módulo de elasticidade, energia absorvida no processo de fratura e também a análise do comportamento da curva tensão-deformação da resina epóxi e do material compósito produzido.

## 3. Resultados e Discussões

### 3.1. Análise Química

A determinação da fração de fibras em volume,  $V_f$ , foi realizada pela dissolução da matriz através do ataque químico do compósito segundo a norma ASTM D3171-76 (1990). Foram analisadas cinco amostras com 3 mm de espessura e 50 mm<sup>2</sup> retiradas a partir de corpos de provas de tração não-usinados. Para o cálculo da fração de fibras em volume,  $V_f$ , foi utilizada a equação (1) obtida a partir da regra das misturas.

$$V_f = \frac{\rho_m \cdot W_f}{\rho_f \cdot W_m + \rho_m \cdot W_f} \cdot 100 \quad (1)$$

Onde:

$V_f$  = Fração de fibra em volume [%];  $\rho_m$  = Densidade da matriz [ $\text{g}/\text{m}^3$ ];  $W_f$  = Peso de fibra na amostra [g];  $\rho_f$  = Densidade da fibra [ $\text{g}/\text{m}^3$ ];  $W_m$  = Peso da matriz na amostra [g].

A Tabela (3) apresenta os valores calculados da fração de fibra em volume,  $V_f$ , a partir da regra das misturas, e das propriedades mecânicas da fibra de vidro tipo E e da resina epóxi 1109 utilizada, obtida comercialmente.

Os valores muito próximos das quantidades de fração de fibra mostram a homogeneidade da distribuição do reforço ao longo da matriz em toda a amostra e com isso a predisposição de pequeno gradientes nas propriedades físicas e mecânicas no material compósito produzido devido ao fator distribuição de fibras.

Tabela 3. Propriedades físicas da fibra de vidro tipo E e da resina epóxi 1109 comerciais utilizadas na fabricação do material compósito.

Amostras	Densidade Fibra - $\rho_f$ (g/m <sup>3</sup> )	Densidade Matriz - $\rho_m$ (g/m <sup>3</sup> )	Peso Fibra - $W_f$ (g)	Peso Matriz - $W_m$ (g)	Fração de Fibra em Volume - $V_f$ (%)
1	2,62	1,135	0,1549	0,0854	44,00
2	2,62	1,135	0,1389	0,0780	43,55
3	2,62	1,135	0,1467	0,0931	40,57
4	2,62	1,135	0,1554	0,0874	43,51
5	2,62	1,135	0,1566	0,0890	43,25
$V_f$ médio					<b>42,97</b>

### 3.2. Caracterização Microestrutural

#### 3.2.1. Seção Transversal

As Figuras (1) e (2) mostram as micrografias óticas, com aumentos crescentes, obtidas a partir de amostras retidas da seção transversal de corpos de prova de tração não-ensaiados.

A Figura (1a) apresenta a microestrutura do compósito onde pode ser observada a disposição regular das camadas de fibras ao longo da espessura da amostra. Podem ser vistas fibras cilíndricas horizontais, de diâmetros maiores, alternadas com grupamentos fibras com diâmetros menores. Na verdade, estas fibras cilíndricas horizontais são conjuntos de pequenas microfibrilas que são formadoras de um único fio macroscópico. A morfologia ondulatória das fibras horizontais é devida à configuração do tecido durante sua fabricação, onde as fibras são trançadas alternadamente. Medições realizadas nos diâmetros das fibras e microfibrilas forneceram valores respectivos 50 e 10  $\mu$ m como mostrado na Fig. (1b).

Uma grande homogeneidade foi observada na microestrutura do compósito produzido onde porosidades com pequenos diâmetros foram encontradas apenas em algumas regiões da matriz ao longo de todo o comprimento do compósito, em particular nas bordas das amostras. Também pode ser observada uma boa impregnação das microfibrilas pela matriz onde na superfície de cada microfibrila há a presença de uma camada de resina, observada ao longo de todo o volume analisado da amostra. Medições realizadas nos diâmetros das porosidades forneceram valores variando de 50 a 90  $\mu$ m como mostrada na Fig (2a).

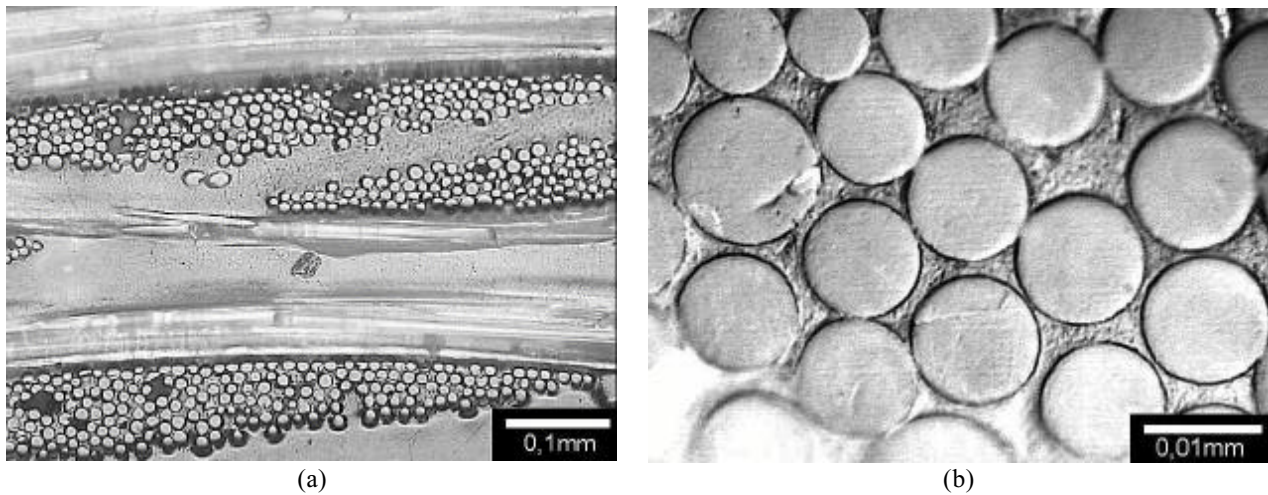


Figura 1. (a) Micrografia ótica da seção transversal do compósito Fibra de Vidro/Epóxi. (b) Micrografia ótica da seção transversal do compósito Fibra de Vidro/Epóxi, com maior aumento. Impregnação das Microfibrilas pela matriz.

Pelas análises micrográficas foi claramente possível visualizar as 18 camadas de tecido constituintes do compósito ao longo de sua espessura. Medições dos valores das espessuras das camadas da matriz, alternadas entre as camadas de tecido, forneceram valores constantes em torno de 50  $\mu$ m, como mostrada na Fig. (2b).



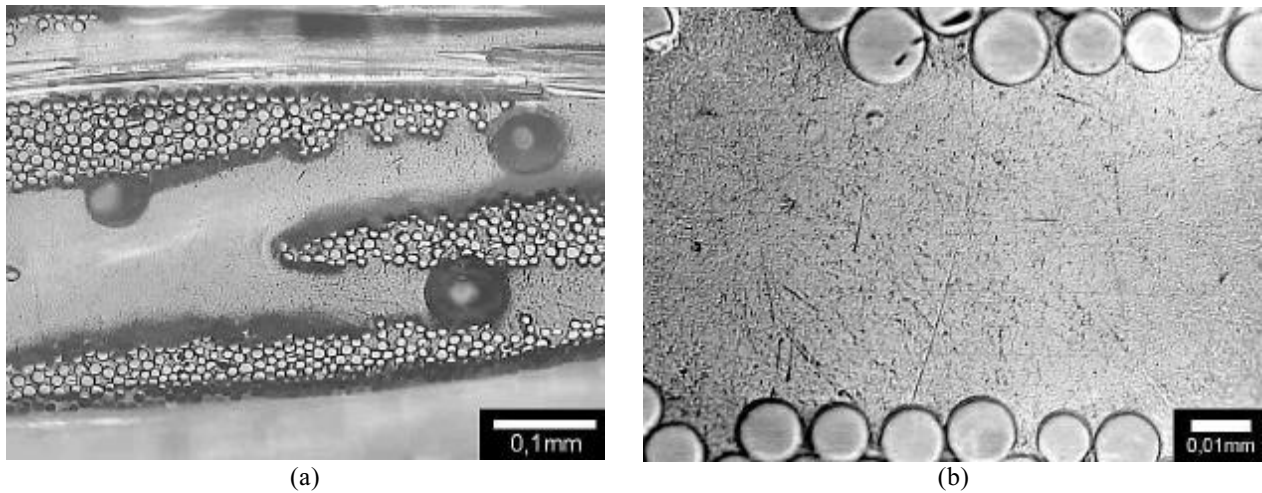


Figura 2. (a). Micrografia ótica da seção transversal do compósito Fibra de Vidro/Epóxi. Variação do diâmetro das porosidades microfibrilas. (b) Micrografia ótica da seção transversal do compósito Fibra de Vidro/Epóxi. Espessura das camadas da matriz alternadas às de tecido.

**3.2.2. Seção Longitudinal**

A Figura (3) mostra a micrografia ótica, com aumento de 100 vezes, obtida a partir de amostras retiradas da seção longitudinal de corpos de prova de tração não-ensaiados.



Figura 3. Micrografia ótica da seção longitudinal do compósito Fibra de Vidro/Epóxi. Homogeneidade microestrutural.

Análises micrográficas realizadas na seção longitudinal apresentaram as mesmas características de homogeneidade presente na microestrutura do compósito, como mostrado na Fig. (3). Esta homogeneidade microestrutural, tanto em relação à disposição das camadas de tecido, quanto à ausência de um grande número de porosidades ao longo da matriz do compósito, comprova que o processo de fabricação, por laminação manual, empregado na confecção do compósito, produziu uma boa qualidade ao longo de todo o seu volume.

**3.3. Ensaio Mecânicos**

**3.3.1. Resina:**

**a) Propriedades Mecânicas**

A Figura (4) apresentada um gráfico da curva tensão-deformação da matriz de resina epóxi 1109, obtido após o processamento computacional dos dados obtidos através da extensometria dos ensaios de tração, e utilizada na fabricação do material compósito.

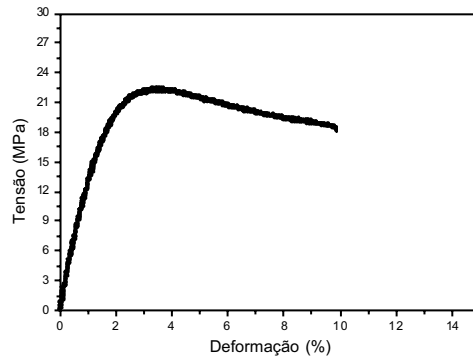


Figura 4. Curva tensão-deformação da resina epóxi 1109 submetida ao ensaio de tração e utilizada como matriz na fabricação do material compósito.

Pode ser mostrado o comportamento dúctil da resina epóxi, onde a curva tensão-deformação apresenta claramente o valor da tensão de escoamento. Este valor é marcado pelo início da presença de uma queda no valor da tensão e a presença de uma deformação plástica na fratura. Também pode ser observado que a tensão de escoamento ocorreu próxima ao valor esperado de deformação plástica de 2% pelo método de determinação da tensão de escoamento para materiais poliméricos que não apresentam nitidamente a distinção entre deformação elástica e plástica (Ward e Handley, 1993).

A Tabela (4) apresenta os valores das propriedades mecânicas da matriz epóxi também obtidos através da extensometria e posterior processamento computacional dos dados obtidos durante os ensaios de tração.

Tabela 4. Valores obtidos das propriedades mecânicas de tração da matriz de resina epóxi 1109.

Amostras	Limite de Escoamento (MPa)	Deformação no Escoamento (%)	Tensão de Ruptura (MPa)	Deformação na Fratura (%)	Módulo Elasticidade (GPa)
Média	22,82	3,58	18,01	10,16	1,20
Desvio Padrão	0,49	0,14	0,84	0,48	0,06

Pelas as análises macroscópicas dos corpos de prova de resina durante os ensaios de tração não foi notada a formação do pescoço, assim como a presença das bandas de deformação tais como “slip bands”, ou bandas de deslizamento, e “kink bands”, ou bandas de sobreposição, que são manifestações do escoamento. Assim, as deformações plásticas estavam concentradas em uma pequena região da amostra.

A curva de tensão-deformação da resina epóxi ensaiada foi relacionada ao modelo de formação da estrição e do estiramento a frio atuantes em polímeros dúcteis (Nadai, 1950). Assim, pode ser concluído que, para a resina epóxi, sob o carregamento de tração, atuou uma pequena parcela do mecanismo de amolecimento por deformação, causado durante o escoamento, assim como uma pequena parcela do mecanismo endurecimento por deformação posterior ao término do escoamento e continuado até a fratura da amostra a uma tensão de fratura inferior ao limite de escoamento.

**b) Fratografia**

**Fratura Dúctil-frágil**

A distinção entre fratura frágil-dúctil é manifestada em dois modos: na energia dissipada na fratura, e na natureza da superfície de fratura. A Tabela (5) apresenta os valores da energia necessária para escoamento, determinada através da integração da área sob a curva de superfície para a resina epóxi 1109, e da energia de superfície no processo de tração, como sendo energia absorvida por unidade de área necessária para produzir uma área de 1 m<sup>2</sup>.

Tabela 5. Valores das propriedades mecânicas da resina epóxi 1109 submetida ao ensaio de tração e utilizada como matriz na fabricação do material compósito.

	Energia na Carga de Fratura (J)	Energia de Superfície na Fratura (J/m <sup>2</sup> )
Média	1,72	47,1
Desvio Padrão	0,04	1,39

Benbow e Roesler (1957) descreveram, para o PMMA (Polimetil Metacrilato) comercial, um método de fratura baseado no alto valor de energia de superfície, tendo determinado que esta energia ( $J/m^2$ ) é independente da dimensão da amostra, sugerindo que esta seja uma propriedade básica do material [8]. Assim, um limite superior teórico para energia de superfície é obtido se for assumido que a energia requerida para formar uma nova superfície é originada somente na ruptura simultânea das ligações químicas. Deste modo, para o PMMA, o valor da energia de superfície para formar  $1 m^2$  de nova superfície no ensaio de tração requer cerca de  $250 J/m^2$ . Berry (1961) obteve para o Poliestireno nas mesmas condições, valores de cerca de  $1700 J/m^2$ .

Comparando os valores de energia de superfície obtidos para a resina epóxi, cerca de  $47,1 J/m^2$ , com os valores de energia de superfície de fratura para o PMMA (Polimetil Metacrilato) e do Poliestireno, respectivamente  $210$  e  $1700 J/m^2$ . Observa-se um valor próximo de 5 e 40 vezes menor que os existentes para o PMMA e o Poliestireno, respectivamente. Assim, para a resina epóxi, observa-se um valor de energia necessário para a formar  $1 m^2$  relativamente próximo ao do PMMA e mais distante ao do Poliestireno.

O baixo valor da energia de superfície para a resina epóxi, quando comparado ao alto valor do Poliestireno, concorda com as análises macroscópicas realizadas durante os ensaios de tração, onde foi observado uma pequena região de estrição e a quase inexistência da região de estiramento a frio. Isto comprova o comportamento dúctil-frágil deste material, com a nítida presença do limite de escoamento aliado ao baixo valor de energia de superfície na fratura, quando comparado ao PMMA e o Poliestireno.

### Natureza da superfície de fratura

Uma outra forma de distinção entre a fratura dúctil e frágil é feita através da natureza da superfície de fratura. Foram realizadas análises na superfície de fratura na resina epóxi ensaiada. As figuras (5a) e (5b), com aumentos de 1,6 e 3,2 vezes, mostram as características da superfície de fratura obtidas através de macrografias estereoscópicas das amostras de matriz após os ensaios de tração.

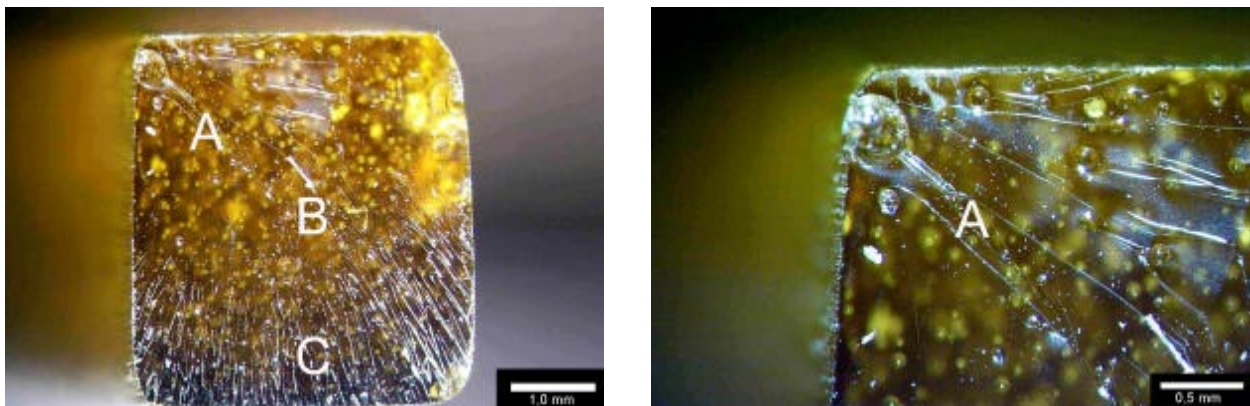


Figura 5 (a). Macrografia da superfície de fratura da resina epóxi 1109. Regiões A, B, C da fratura frágil. Figura 5 (b). Macrografia da superfície de fratura da resina epóxi 1109. Detalhe da Região A.

Na Fig. (5a), com 1,6 X de aumento, pode ser observada a superfície de fratura frágil da resina epóxi ensaiada. Nesta superfície, podem ser observadas claramente três regiões distintas, denominadas A, B e C.

A região A é o sítio de iniciação da fratura. Esta região pode ser localizada no interior da amostra ou na superfície externa da amostra onde, provavelmente, existe um defeito macroestrutural. Em todas as amostras ensaiadas, foi verificado que a região A sempre era originada a partir de um defeito macroestrutural superficial.

A região B apresenta uma aparência de espelho “suave”. Este aspecto é devido ao fato que as trincas anteriormente iniciadas na região A tornam-se instáveis e começam a ser aceleradas. Estas trincas propagam-se no interior da amostra com velocidades ainda baixas. Pequenos distúrbios na tensão normal levam a reconhecidos traços na frente da fratura, delineando sua posição em vários estágios.

A região C, apresentando “feather structures” ou estrutura de nervura, é onde as trincas se movem com suas velocidades de estado sólido. Conforme as trincas alcançam a alta velocidade, a distorção no campo de tensão faz com que porções das frentes das trincas desviem aleatoriamente acima e abaixo da extensão do plano da trinca (McClintock e Argon, 1966). As estruturas de nervura são devidas ao estiramento a frio por cisalhamento da resina, de acordo com Bascom et al., 1975 e devido à nucleação de microtrincas secundárias à frente onde existem concentrações de tensões (Roulin et al., 1987 e Kinloch et al., 1986).

A Figura (5b) apresenta a mesma superfície de fratura com um aumento de 3,2 X. Pode ser observado com mais detalhe o sítio de iniciação da trinca, região A. Nesta figura, na parte superior esquerda da amostra, observa-se claramente o defeito macroestrutural superficial na forma de vazio de onde são originadas as trincas. Este defeito apresenta-se na forma de vazio causado pela liberação de gases durante o processo de cura exotérmica da resina que são dirigidos para a superfície da amostra e não conseguem ser totalmente eliminado antes da cura total da resina.

### 3.3.2. Material Compósito

#### a) Propriedades Mecânicas

O comportamento tensão x deformação do material compósito pode ser observado através do gráfico característico ilustrado na Fig. (6). Como esperado, o gráfico ilustra uma curva com comportamento linear com limite de resistência bem definido. Foram ensaiados um total de seis corpos de prova de material compósito e na Tab. (6) tem-se listados os valores médios de tensão e deformação na fratura, obtidos diretamente do gráfico.

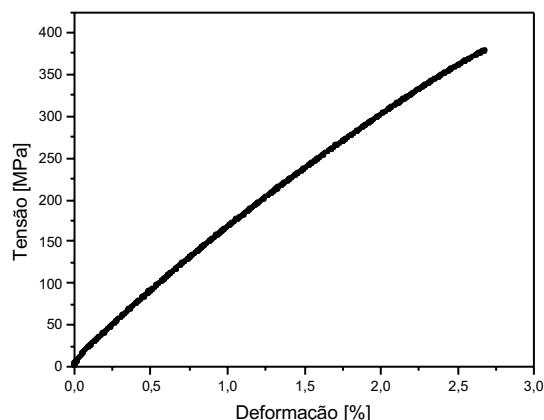


Figura 6. Gráfico tensão-deformação típico do material compósito ensaiado.

Na Tabela (7) tem-se listados os resultados obtidos para o módulo de elasticidade e para a energia absorvida no processo de falha por unidade de área da seção do corpo de prova ensaiado, que são parâmetros importantes na caracterização do material compósito.

Tabela 6. Valores de tensão e deformação na fratura do material compósito, obtidos no ensaio de tração.

Amostra	Tensão na Fratura (MPa)	Deformação na Fratura (%)
Média	372,80	2,62
Desvio Padrão	14,86	0,07

Tabela 7. Valores de energia de fratura, energia absorvida no processo de falha por unidade de área e módulo de elasticidade do compósito obtidos a partir do gráfico tensão-deformação do ensaio de tração.

Amostra	Energia na Carga de Fratura (J)	Energia de Superfície na Fratura ( $J/m^2$ )	Módulo Elasticidade (GPa)
Média	19,20	262,31	15,94
Desvio Padrão	1,40	21,41	0,29

Na Tabela (8) tem-se os resultados de tensão na fratura, deformação na fratura, módulo de elasticidade e energia superficial na fratura para a resina e para o compósito. Os resultados listados indicam um aumento na resistência à fratura e no módulo de elasticidade do compósito com a adição das fibras à resina.

Analisando o laminado de compósito no microscópio óptico foi observado que as fibras tiveram boa impregnação que, associada à fração volumétrica de fibras, aumentam a energia de fratura do material compósito.

Tabela 8. Comparação das propriedades da resina e do material compósito.

Material	Propriedades			
	Tensão na Fratura (MPa)	Deformação na Fratura (%)	Módulo Elasticidade (GPa)	Energia de Superfície na Fratura (J/m <sup>2</sup> )
Resina				
Média	18,01	10,16	1,20	47,10
Desvio Padrão	0,84	0,48	0,06	1,39
Compósito				
Média	372,80	2,62	15,94	262,31
Desvio Padrão	14,86	0,07	0,29	21,41

Para a iniciação e crescimento de trincas, principalmente as do tipo interlaminar, Huston et all (1987) estudaram, para compósito fabricado com diversos tipos de fibras e matriz polimérica, os fatores que influenciam na energia superficial e o aspecto de fratura de compósito sob modo I de carregamento, tendo verificado que a fração volumétrica de fibra, tipo de matriz e principalmente a distribuição da resina no compósito exercem influência nas propriedades finais do material compósito. Isso confirma que para maiores frações volumétricas de fibras e para uma mesma matriz teremos uma maior energia superficial associada e maior resistência do material.

#### b) Fratografia

A fratura dos materiais compósitos de matriz polimérica é tratada na norma ASTM D 3039 / D 3039M e estabelece uma descrição padrão para o aspecto da fratura. Essa descrição usa um código de três algarismo que descreve os modos típicos de fratura destes materiais. Na Figura (7a) , tem-se ilustrado, de acordo com a norma, o modo de fratura classificado como XGM (eXplosive, Gage, Middle), que se assemelha mais com o obtido nos ensaios de tração realizados neste trabalho. Nesta norma, são citados alguns fatores que exercem influência significativa sobre a fratura dos compósitos tais como alinhamento, material e adesivo usado no “tab” (material de reforço na região da garra), tipo de garra, pressão da garra e alinhamento da garra.

Na Figura (7b) tem-se ilustrada a fotografia de um corpo de prova que sofreu fratura semelhante ao descrito na norma ASTM D 3039 / D 3039M. Na ruptura do compósito, uma nuvem de pó composta de fibra de vidro e resina foi observada como resultado do processo de fratura, associada provavelmente ao alto módulo de elasticidade do material e a energia de deformação absorvida durante o carregamento. Deste modo, a característica explosiva do material está associada à liberação de energia elástica acumulada nas fibras durante o seu processo de deformação. Após a ruptura da fibra, e devido a alta energia acumulada, a matriz é pulverizada durante o processo de liberação da energia acumulada, juntamente com a explosão das microfibrilas constituintes da fibra macroscópica. Desta forma, a superfície de fratura apresenta fibras e microfibrilas expostas e isentas de matriz.



Figura 7. (a) Ilustração, de acordo com a norma ASTM D 3039 / D 3039M, do modo de fratura classificado como XGM (eXplosive, Gage, Middle) para o material compósito. (b) fotografia de um corpo de prova que sofreu fratura no ensaio de tração.

#### 4. Conclusões

Através da curva tensão-deformação característica do material compósito obtida pela extensometria e processamento computacional dos dados obtidos no ensaio de tração foi possível caracterizar mecanicamente o material produzido, obtendo as propriedades mecânicas importantes como o módulo de elasticidade, limite de resistência e absorção de energia no processo de fratura. Essas propriedades mostram que esse material apresenta as características mecânicas necessárias para a sua utilização em reparos de dutos.

Foi feita uma caracterização microestrutural do compósito que apresenta as fibras de vidro na forma de tecido.

A fração volumétrica de fibras do compósito determinado através de cálculo teórico é satisfatória quando comparada com o valor experimental.

A fratura apresentada pelo compósito produzido é do tipo XGM, de acordo com a norma ASTM D 3039 / D 3039M.

## 5. Agradecimentos

A CAPES e ao CNPq, por bolsas de estudo e ao CNPq pelo apoio financeiro.  
Aos alunos de iniciação científica e estagiários do Laboratório de Materiais Compósitos do PEMM.

## 6. Referências

- Benbow, J. J., Roesler, F. C., Roesler, 1957, Proceedings Physical Society, vol. B70, pp. 201.
- Berry, J. P., 1961, Journal of Polymers Science, Vol. 50, pp. 313.
- Bascom R. L., Cottington, R. L., 1975, Journal of Polymers Science, vol. 19, pp.2545.
- Chawla, K. K., 1987, "Composites Materials", Ed. Springer-Verlag, Berlin, German, 292 p.
- Ciba Performance Polymers, 1997, - Catálogo do fabricante, São Paulo.
- Cottrell, B., 1966, International Journal of Fracture Mechanic, vol. 2, pp. 526.
- Composite Materials Design, 1996, <http://www.callisto.my.mtu.edu/MY472/mat/class12.html>
- Department of Defense Handbook- Polymer Matrix Composites, 1997, Vol. 3, Materials Usage, Design and Analysis, v. 3/3, MIL-HDBK-17-3E.
- Eduljee. R.F., McCullough, R.L., 1993, "Elastic Properties of Composites: Continuous Fiber, Particulate, and Discontinuous Fiber", University of Delaware Center for Composite Materials, <http://www.ccm.udel.edu/Pubs/93-07.html>.
- Roulin-Moloney, A. C., 1987, Cudré-Maurou, N., Kaush. H. H., Polymers Composites, vol. 8, pp. 324.
- Kinloch A. J., Maxwell, D. A., Toung R. J., 1986, Journal of Materials Science letters, vol. 4, pp. 1276.
- Lee, Stuart M., 1993, "Handbook of Composite Structures", VHC Publishers.
- Mallick, P. K., 1993, "Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing and Design", 2nd ed., Marcel Dekker, Inc.
- McClintock, F. A., Argon, 1966, "Mechanical Behavior of Materials", Ed. Addison-Wesley, Massachusetts, United States.
- Nadai A., 1950, "Theory of Flow and Fracture of Solids", Ed. McGraw-Hill, New York, United States.
- Step polymerizations-Epoxy systems - Michigan State University, <http://www.isl.cps.msu.edu/trp/back/>
- Ward, I. M., Handley, D. W., 1993, "An Introduction to the Mechanical Properties of Solids Polymers", Ed. Journal of Polymers Science Wiley & Sons, Chinchester, England.

## Development of Composite Material for Application in Pipes Repair

### Silvia Maria N. Alves Loureiro

PEMM-COPPE/UFRJ - Caixa Postal 68505, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 21945-970  
silviamarian@hotmail.com

### Alexandre Nascimento Sousa

PEMM-COPPE/UFRJ - Caixa Postal 68505, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 21945-970  
ansousa@metalmat.ufrj.br

### Roberto Tetsuo Fujiyama

PEMM-COPPE/UFRJ - Caixa Postal 68505, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 21945-970  
fujiyama@metalmat.ufrj.br

### Fernando Luiz Bastian

PEMM-COPPE/UFRJ - Caixa Postal 68505, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 21945-970  
fbsatian@metalmat.ufrj.br

**Abstract:** *This work reports the development of an alternative composite material designed to be used as a substitute for the conventional metallic materials applied to repair pipes damaged by external or internal corrosion. The composite material was obtained from a selected polymeric matrix made of epoxy resin and reinforced by layers of fiber glass in the woven form. The polymeric matrix was obtained from a study of the optimization of mechanical properties of different resin compositions and modifier agents. The composite material was produced through reinforcing the selected polymeric matrix with layers of type E fiber glass by the Hand Lay-up production process. The mechanical properties of both, the polymeric matrix and the developed composite material, were obtained from destructive standard tensile tests.*

**Keywords.** *Pipes Repair; Composite Material; Mechanical Properties.*

# DETERMINAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA DINÂMICA APARENTE DA LIGA DE ALUMÍNIO A17050 POR MEIO DO ENSAIO CHARPY INSTRUMENTADO UTILIZANDO DIFERENTES TRANSDUTORES

## Alessandro Roger Rodrigues

Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira  
Av. Brasil, 56 - Ilha Solteira-SP - Brasil  
CEP: 15.385-000  
[roger@dem.feis.unesp.br](mailto:roger@dem.feis.unesp.br)

## Ruís Camargo Tokimatsu

Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira  
Av. Brasil, 56 - Ilha Solteira-SP - Brasil  
CEP: 15.385-000  
[ruis@dem.feis.unesp.br](mailto:ruis@dem.feis.unesp.br)

**Resumo.** O ensaio Charpy Instrumentado vem sendo extensivamente estudado desde a década de 60, persistindo ainda interrogações quanto à sua normalização e necessitando de melhores comprovações de ordem prática. O elemento sensível mais utilizado para a aquisição do sinal força vs tempo é o extensômetro elétrico de resistência. Ele geralmente é fixado no martelo pendular da máquina de ensaio Charpy. Diversos tipos, quantidades e disposições de extensômetros vem sendo propostos. Com o surgimento de sensores apropriados para carregamentos de impacto, uma outra possibilidade de instrumentação apareceu como forma promissora. Discute-se neste trabalho a tenacidade à fratura dinâmica da liga de alumínio A17050 obtida pelo ensaio Charpy Instrumentado. Duas técnicas de instrumentação foram implementadas e comparadas: a) utilizando extensômetros elétricos de resistência posicionados no martelo pendular e b) utilizando transdutores piezoelétricos, específicos para carregamentos dinâmicos, devidamente alojados na base de apoio dos corpos de prova. Foi possível verificar que os melhores resultados foram alcançados através dos transdutores piezoelétricos.

**Palavras chave:** tenacidade à fratura dinâmica, ensaio charpy instrumentado, transdutores de força.

## 1. Introdução

Utilizando uma instrumentação adequada aplicada à máquina de ensaio Charpy, é possível acompanhar a resposta do corpo de prova frente ao carregamento de impacto, na forma de um sinal caracteristicamente dinâmico representativo do processo de deformação e fratura do material ensaiado. As principais vantagens residem, em grande parte, nas próprias vantagens do ensaio Charpy convencional: baixo custo, usinagem relativamente trivial dos corpos de prova e manuseio simples da máquina. Todavia, com a inserção da instrumentação, qualquer que seja sua forma, alguns problemas podem surgir durante as etapas do processo, isto é, desde a escolha do tipo de transdutor, sua localização na máquina de ensaio, até obtenção dos sinais força vs tempo, sua interpretação e validação.

A forma de instrumentação mais comumente implementada por aqueles que investigam o ensaio é por meio de extensômetros elétricos de resistência posicionados no martelo pendular. Existe uma infinidade de combinações de tipos e localizações, objetivando sempre a busca por confiabilidade dos resultados. No âmbito mundial, Ireland (1977), dos Estados Unidos, firmou-se como um ícone no estudo aprofundado da instrumentação aplicada ao ensaio Charpy convencional, sobretudo durante a década de 70. Análises minuciosas sob sua ótica geraram diversas implicações e condições necessárias que norteiam e validam até hoje a adequada instrumentação. Publicou diversos trabalhos e participou de inúmeras conferências científicas, tal como a *International Conference of Dynamic Fracture Toughness*, promovida pela ASM em 1977.

Estudos mais recentes, porém em menor número, têm trazido valiosas contribuições, pois uma das grandes aplicações do ensaio Charpy Instrumentado refere-se ao estudo de vasos de pressão e reatores nucleares, onde a microestrutura e as propriedades dos componentes sofrem fortemente com a variação da temperatura e irradiação oriunda do processo térmico envolvido. Um monitoramento contínuo dessas peças torna-se necessário para preservar a integridade estrutural dos componentes. Neste contexto, o ensaio Charpy Instrumentado apresenta um papel essencial, na medida em que fornece uma quantidade maior de informações quando comparado ao ensaio Charpy convencional.

Yamamoto e Kobayashi (1993), da Universidade Tecnológica de Toyohashi - Japão, desenvolveram um sistema de avaliação da tenacidade à fratura dinâmica auxiliada por computador, associando-o à máquina de ensaio Charpy convencional. Por meio desse sistema denominado *Computer Aided Instrumented Charpy Impact Testing*, é possível determinar a tenacidade à fratura dinâmica, representada pelos parâmetros  $K_d$  e  $J_d$ , além das energias obtidas das curvas força vs deflexão de corpos de prova Charpy-V pré-trincados.

Uma pesquisa sobre a tenacidade à fratura dinâmica de materiais soldados utilizados em vasos de pressão de reatores nucleares foi publicada por Schmitt et al. (1994) no *International Journal of Pressure Vessels & Piping*. Nesse estudo, avaliou-se a propriedade utilizando corpos de prova com lados entalhados e validou os resultados por meio da simulação numérica. A instrumentação fundamentou-se na colagem de extensômetros no topo do martelo pendular e nos corpos de prova, próximos ao ponto de apoio na máquina de ensaio.

Um outro trabalho, realizado por Aggag e Takahashi (1996), do Instituto de Pesquisa de Mecânica Aplicada - Japão, estudou a influência de filtros elétricos e mecânicos aplicados ao ensaio Charpy instrumentado no intuito de melhorar a qualidade dos sinais obtidos. Extensômetros foram devidamente colados tanto no martelo pendular como próximos à raiz do entalhe dos corpos de prova. Os filtros mecânicos foram implementados utilizando-se laminas de borracha de diferentes espessuras e comparou-se os sinais medidos para todos os casos considerados.

Perosanz et al. (1998), do Instituto de Tecnologia Nuclear de Madri - Espanha, apresenta resultados de tenacidade à fratura dinâmica utilizando o ensaio Charpy Instrumentado de dois aços: um estrutural e outro típico de aplicações em vasos de pressão de reatores nucleares. Uma forma de obtenção da velocidade e deslocamento do martelo durante o processo de fratura dos corpos de prova também foi apresentada. Ela baseia-se nas integrações da curva força vs tempo considerando a massa do martelo e a segunda Lei de Newton.

Böhme e colaboradores (1999), do Instituto de Materiais de Freiburg - Alemanha, publicou um trabalho de pesquisa no *Nuclear Engineering and Design* que avalia e compara a dispersão dos resultados de tenacidade à fratura dinâmica e monotônica medidos em diferentes temperaturas na região de transição de aços ferríticos utilizados em vasos de pressão de reatores nucleares. Os ensaios de tração monotônica, dinâmica e Charpy Instrumentado foram comparados.

O efeito da temperatura e da taxa de carregamento na tenacidade à fratura dinâmica de aços estruturais foi estudado por Cun-Jian (2000), do Departamento de Pesquisa em Soldagem - China. Seu trabalho, publicado no *Materials and Design*, utiliza uma máquina de ensaio Charpy instrumentada como ferramenta para determinar a tenacidade à fratura dinâmica e estudar a influências dessas variáveis.

No Brasil, segundo o levantamento realizado, poucas instituições de pesquisa têm se dedicado ao estudo do ensaio Charpy Instrumentado. O Centro de Pesquisas de Energia Elétrica, uma empresa do sistema Eletrobrás criada em 1974, vem utilizando uma máquina de ensaio Charpy Instrumentada há algumas décadas. Localizada na Ilha do Fundão, no Rio de Janeiro, este centro de pesquisa realiza, entre outras atividades, trabalhos em pesquisa e desenvolvimento, ensaios, certificações, perícias e consultorias. Em projetos conjuntos com a Universidade Federal do Rio de Janeiro gerou alguns trabalhos de mestrado, dentre os quais cita-se estudos do comportamento à fratura dinâmica de materiais poliméricos compostos.

Delforge (1994), do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual Paulista - Campus de Ilha Solteira, em conjunto com o Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade de Campinas, por meio de um trabalho de mestrado, promoveu a instrumentação do pêndulo de uma máquina de ensaio Charpy convencional. Utilizando extensômetros elétricos devidamente fixados no martelo pendular, determinou diversos valores de tenacidade à fratura dinâmica aparente de materiais metálicos, tais como aços ABNT 1020, 4140 e 300M, de qualidade aeronáutica, além da liga de alumínio Al7050 T76. Diversas taxas de carregamento e temperaturas de ensaio foram implementadas afim de avaliar o desempenho da instrumentação adotada.

Quinan (1996), no Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais, realizou uma análise do ensaio de impacto Charpy Instrumentado, também num trabalho de mestrado, recorrendo-se a extensômetros, como elementos transdutores, posicionados no martelo pendular. Um modelo numérico de distribuição de deformações foi desenvolvido utilizando o programa de elementos finitos ANSYS. O Objetivo foi determinar a localização mais adequada para a colagem dos extensômetros. Alguns materiais, tais como aços ABNT 1045, tratados termicamente por têmpera, revenido ou normalização a várias temperaturas, bem como a liga de alumínio X6221 ensaiada à temperatura ambiente, foram utilizados como corpos de prova para validar o estudo. Determinou-se, além das curvas força vs tempo típicas do ensaio Charpy Instrumentado, as respectivas energias calculadas por meio das próprias curvas e comparou com aquelas obtidas diretamente do mostrador da máquina, consideradas como valores de referência.

Nota-se, em princípio, que o interesse em estudar a instrumentação do ensaio Charpy vem decrescendo ao longo dos anos, salvo melhor juízo. As empresas prestadoras de serviços e as instituições de pesquisa estão cada vez mais na condição de usuários do equipamento do que empenhados na instrumentação, que traz consigo complexidades intrínsecas ao processo. Essas complexidades são originadas devido ao tipo de carregamento dinâmico aliado à própria estrutura da máquina de ensaio. Ao colidir com o corpo de prova, o martelo pendular, de aproximadamente 20 quilos de massa, vibra e transmite essas ondas de vibração ou choque para toda a estrutura da máquina.

## 1.1. Transdutores

Transdutores são dispositivos eletromecânicos que convertem uma dada energia de origem mecânica, tais como deslocamento ou força, em um sinal elétrico que pode ser monitorado pelo nível de tensão apresentado após seu condicionamento (Dally et al., 1993). Existem, no mercado, uma grande variedade de transdutores destinados à medidas das mais variadas quantidades mecânicas. As características dos transdutores, dentre as quais cita-se a faixa de operação, a linearidade, a sensibilidade e a temperatura de operação são determinadas primariamente pelos sensores, incorporados nos transdutores para produzirem o sinal de saída elétrico.



Por exemplo, o conjunto de extensômetros compõe um transdutor, que por sua vez produz uma variação na resistência elétrica de um valor relativo  $\Delta R/R$  proporcional ao carregamento aplicado. Cada extensômetro representa o elemento sensor neste transdutor de força e estabelece as características do transdutor. Os sensores utilizados no projeto de transdutores incluem potenciômetros, transformadores diferenciais, extensômetros, capacitores, cristais piezoelétricos, entre outros. Dois tipos de transdutores serão apresentados aqui por fazerem parte integrante deste trabalho: o extensômetro elétrico de resistência e o transdutor de força piezoelétrico.

## 1.2. Extensômetros como Elementos de Instrumentação

O extensômetro elétrico de resistência é um elemento sensível para o qual pequenas variações de dimensões correspondem a pequenas variações, diretamente proporcionais, de sua resistência elétrica. O aproveitamento dessa característica permite a avaliação da deformação sofrida pelo extensômetro mediante a medida da variação de sua resistência elétrica.

Se o extensômetro estiver submetido a uma Diferença de Potencial Elétrico, a sua deformação pode ser avaliada registrando-se a variação da DDP decorrente da variação de sua resistência elétrica. Em razão da grande facilidade e resolução conseguida na medida da DDP, os extensômetros elétricos passaram a ser largamente empregados para medir deformações em estruturas e em componentes especialmente projetados para atuarem como transdutores em medidas de pressão, força, tensão, deslocamento, temperatura e diversos outros instrumentos de medida. Tanto na análise das deformações, quanto no projeto de transdutores, a aplicação dos extensômetros abrange campos desde a construção civil até práticas médicas cirúrgicas.

Em qualquer tipo de aplicação, a base da extensometria consiste na medida da deformação local de uma peça ou componente. A técnica baseia-se na fixação do extensômetro no local a ser medido, de modo que ele se distenda e contraia solidariamente com o corpo em análise, pois a deformação do extensômetro é diretamente associada à deformação do corpo estudado. As características da aplicação de extensômetros elétricos de resistência na medição de deformações são resumidas abaixo:

- resolução de medida infinita;
- grande precisão na medida;
- excelente linearidade;
- excelente resposta a sinais dinâmicos;
- fácil de instalar;
- baixo custo;
- possibilita a tomada de sinais à distância;
- facilmente protegido contra meios agressivos.

Em virtude dessas vantagens, atualmente o domínio da técnica de utilização dos extensômetros elétricos de resistência é indispensável a qualquer equipe que se dedique ou esteja envolvida com trabalhos de medições. O extensômetro é basicamente uma resistência elétrica montada sobre uma base de material isolante, orientada segundo a sua direção de sensibilidade à deformação. A sua classificação pode ser feita com base no material de sua resistência, no material da base e na configuração de montagem.

Atualmente, existe no mercado uma gama muito grande de extensômetros elétricos de resistência, oferecendo praticamente um tipo para cada aplicação. De uma forma geral, os requisitos exigidos para a escolha adequada de um extensômetro relaciona-se à faixa de deformação, tipo de carregamento, tempo de ensaio, faixa de temperatura e corrente de excitação.

Os extensômetros podem ser utilizados para medidas estáticas ou dinâmicas. A medida é considerada estática quando o tempo de permanência de um dado estado de deformação for suficientemente longo, tal que fenômenos transientes não sejam relevantes. Caso fenômenos transientes exerçam influência, a medida é considerada dinâmica. No caso de medidas dinâmicas, é importante relevar o nível de resistência à fadiga e alta sensibilidade à deformação. Medidas de longo período exigem extensômetros de baixa sensibilidade à variação de temperatura e máxima estabilidade elétrica e dimensional.

Os fabricantes de extensômetros apresentam em seus sistemas de codificação praticamente todas as informações necessárias à escolha de um dado extensômetro. Utilizando letras e números seqüenciais é possível saber o material que compõe a base, o comprimento total do extensômetro, sua resistência elétrica, o coeficiente de expansão térmica, o comprimento do fio resistivo, entre outros dados.

Uma das informações mais importantes que se deve ter conhecimento no momento da escolha do extensômetro é sua sensibilidade à deformação, geralmente representado pelo símbolo  $K$ . O valor  $K$  para extensômetros elétricos de resistência mais empregados variam entre 2,0 e 2,6. Para platina chega a valores entre 4,0 e 6,0. Para o níquel, o valor de  $K$  é negativo, entre -12,0 e -20,0. Significa que uma sollicitação de tração no extensômetro causa uma diminuição em sua resistência elétrica, ao contrário do que ocorre com outros materiais.

### 1.3. Transdutores Piezoelétricos como Elementos de Instrumentação

Os materiais piezoelétricos produzem uma carga elétrica quando é sujeito a uma força ou pressão. Materiais piezoelétricos, tal como um cristal de quartzo ou uma liga policristalina de titânio-bário, contêm distribuições de cargas assimétricas. Quando uma pressão é aplicada, o cristal se deforma e ocorre um deslocamento relativo de cargas negativas e positivas dentro do próprio cristal (Holman e Gajada Jr, 1981). Este deslocamento de cargas internas produz cargas externas de sinal oposto na superfície do cristal que gera, por sua vez, uma tensão de saída nos terminais.

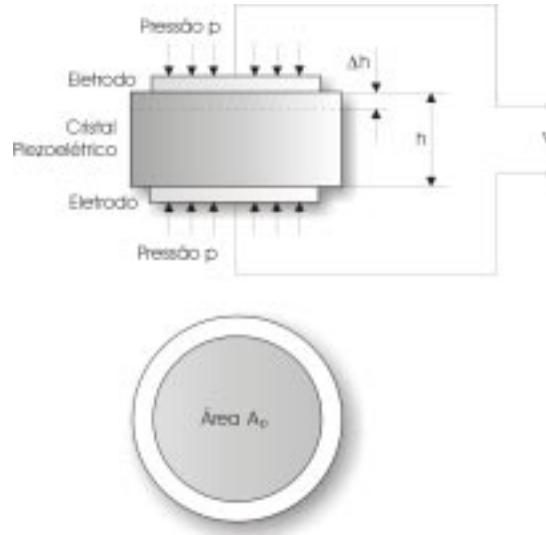


Figura 1. Deformação de um cristal piezoelétrico devido à pressão aplicada.

Muitos cristais piezoelétricos são fabricados considerando um único cristal de quartzo, porque é um dos materiais piezoelétricos mais estáveis. Suas propriedades são: módulo de elasticidade, 86GPa; resistividade,  $10^{12}\Omega\text{m}$  e constante dielétrica, 40,6pF/m. Os cristais piezoelétricos exibem excelentes propriedades a altas temperaturas e podem ser operados acima de 550°C. A sensibilidade de carga do quartzo é baixa quando comparada com a do titânio-bário, no entanto, com ganhos altos obtidos por amplificadores, sensibilidades mais baixas não tornam-se uma desvantagem séria.

A liga titânio-bário é um material policristalino que pode ser polarizado aplicando-se uma alta tensão nos eletrodos, enquanto o material se encontrar a uma temperatura acima do ponto de cura (125°C). O campo elétrico alinha os domínios ferroelétricos na liga tornando-a piezoelétrica. Se uma tensão elétrica é mantida enquanto o material é resfriado bem abaixo do ponto de cura, as características piezoelétricas tornam-se permanentes e estáveis.

A estabilidade mecânica do bário é excelente. Ele exhibe grandes alongamentos e tem um módulo de elasticidade elevado, da ordem de 120GPa. É mais econômico que o quartzo e pode ser fabricado em uma variedade considerável de tamanhos e formas. Embora sua aplicação em transdutores perde apenas para o quartzo, é freqüentemente usado em equipamentos ultra-sônicos. Para este tipo de aplicação, a tensão é aplicada nos eletrodos e a liga titânio-bário se deforma liberando energia para prover a medição.

Muitos transdutores exibem uma impedância de saída relativamente baixa, na faixa de 100 a 1000Ω. Quando os cristais piezoelétricos são usados como elementos sensores nos transdutores, a impedância de saída costuma ser alta. Claramente, as faixas de impedância são extremamente altas, podendo ser reduzidas, em casos de carregamento monotônico, para até cerca de 10kΩ, com aplicações em freqüências bastante elevadas. Com essa impedância excessivamente alta, um cuidado deve ser exercido no monitoramento do nível de tensão de saída, senão sérios erros poderão ocorrer.

Constantes de tempo de resposta dos transdutores piezoelétricos operando na faixa de 1000 a 100.000s podem ser obtidas com sensores de quartzo e amplificadores de carga. Estas constantes de tempo são suficientes para promover medições de quantidades que variam pouco com o tempo ou medidas de quantidades quase estáticas para curtos períodos de tempo.

A resposta dinâmica inerente ao sensor piezoelétrico também pode ser muito alta, pois a freqüência de ressonância do pequeno elemento cilíndrico piezoelétrico é muito grande. A freqüência de ressonância do transdutor depende do projeto mecânico do próprio transdutor, de sua massa e rigidez. Portanto, a vantagem mais significativa dos sensores piezoelétricos se baseia na sua alta freqüência de resposta.

## 2. Procedimento Experimental

Para efetuar a comparação entre os transdutores utilizados na determinação da tenacidade à fratura dinâmica aparente, escolheu-se a liga de alumínio Al7050 para compor os corpos de prova. Ensaiou-se 3 lotes de corpos de prova, constituídos cada um por 4 amostras usinadas segundo a direção L-T designada pela ASTM. Três sistemas de aquisição de sinais foram empregados no trabalho. No primeiro, utilizou-se extensômetros elétricos de resistência fixados no martelo pendular. O segundo empregou transdutores piezoelétricos posicionados na base de apoio dos corpos de prova. O terceiro sistema de medida, considerado como referência para comparação dos resultados, foi constituído de uma máquina Charpy instrumentada comercialmente, da marca Inston Wolpert. Os dois primeiros sistemas foram aplicados em uma máquina de ensaio Charpy convencional da marca Heckert. A metodologia empregada em cada caso foi dividida segundo o tipo de transdutor.

No primeiro sistema foram selecionados, como elementos sensitivos, 4 unidades de extensômetros elétricos de resistência Kiowa do tipo KFR-1-C1-11, axial de resistência elétrica igual a  $120,4\Omega \pm 0,3$ . Esse tipo de extensômetro apresenta algumas características desejáveis na instrumentação do pêndulo Charpy, tais como, baixa mudança do fator de calibração com a temperatura,  $-0,020\%/C^\circ$ , e bom fator de sensibilidade à deformação,  $2,06 \pm 1\%$ , quando utilizado em células de carga compostas por materiais de alta resistência mecânica.

A aquisição do sinal neste caso fundamentou-se na instrumentação apropriada do martelo pendular, utilizando os extensômetros descritos acima, como medidores da deformação, associando-a à força de impacto mediante calibração prévia. O ensaio de calibração estática foi efetuado em uma prensa mecânica munida de um anel dinamométrico, cuja capacidade de aplicação de carga era de até 50 kN. A principal proposta foi obter a curva de calibração estática da célula de carga, isto é, a função linear que descreve o comportamento entre a força aplicada e o nível de diferença de potencial medido na saída analógica do indicador de deformação, pois é exatamente nesta saída, localizada no painel traseiro do aparelho, que o osciloscópio digital foi conectado para capturar o sinal de força vs tempo medido no ensaio Charpy instrumentado. Assim, efetuou-se 3 ensaios, cada qual contendo 9 medidas de carregamento, para obter a curva de calibração da célula de carga. A Figura (2) mostra a curva de calibração.

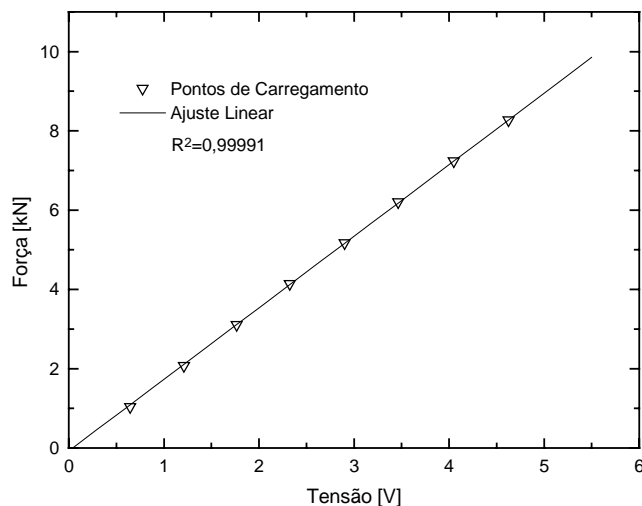


Figura 2. Curva média do ensaio de calibração estática da célula de carga.

Assim, conforme ilustra a Fig. (2), a função linear que relaciona o nível de tensão captado pelo osciloscópio digital de tempo real e a força aplicada é dada pela expressão abaixo, que se denomina equação de calibração estática da célula de carga.

$$F = 1,7824 \cdot V \quad (1)$$

onde  $F$  é a força em kN e  $V$  é o nível de tensão em V.

A definição do local de colagem dos extensômetros foi feita observando-se as recomendações e os procedimentos adotados por Delforge (1994). Dois aspectos foram decisivos para a escolha do local de colagem: segurança contra qualquer dano durante os impactos e boa sensibilidade na leitura do sinal. Para tanto, houve a necessidade de se confeccionar um outro martelo pendular e alterar sua configuração geométrica. Um furo foi usinado próximo à região do impacto, onde os quatro extensômetros foram devidamente colados na superfície interna, formando uma ponte de *Wheatstone* e simulando o princípio físico de um anel dinamométrico. A Figura (3) mostra em detalhe a alteração geométrica do martelo pendular e os extensômetros devidamente colados e protegidos.

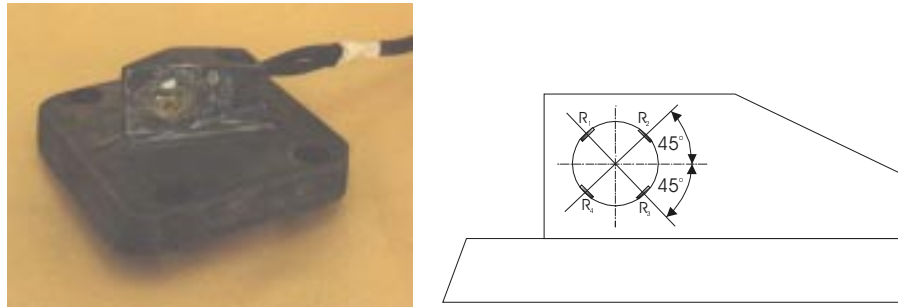


Figura 3. Fotografia do martelo pendular instrumentado e disposição dos extensômetros elétricos de resistência.

Os transdutores piezoelétricos constituintes do segundo sistema de medida, por sua vez, foram alojados na base de apoio dos corpos de prova por meio de parafusos. Todo o aparato experimental foi mantido, apenas acrescido do novo conjunto de transdutores piezoelétricos e condicionadores de alta frequência de resposta. Portanto, a máquina de ensaio Charpy da marca Heckert estava duplamente instrumentada, isto é, por extensômetros elétricos de resistência fixados no martelo pendular e por transdutores de força posicionados na base de apoio dos corpos de prova.

O sistema de medida, dessa forma, empregou de forma simultânea dois tipos distintos de células de carga, com princípios diferenciados de funcionamento e posições distintas na máquina. O transdutor composto de extensômetros elétricos de resistência foi conectado ao medidor de deformação com a frequência de resposta de 1000Hz. Os transdutores de impacto piezoelétricos foram conectados aos condicionadores de sinais estritamente especificados para esse tipo de transdutor, cuja frequência de resposta é da ordem de 100kHz. A Figura (4) mostra de maneira ilustrativa o sistema de medida aplicado no processo de aquisição de sinais e a Fig. (5) apresenta a montagem experimental.

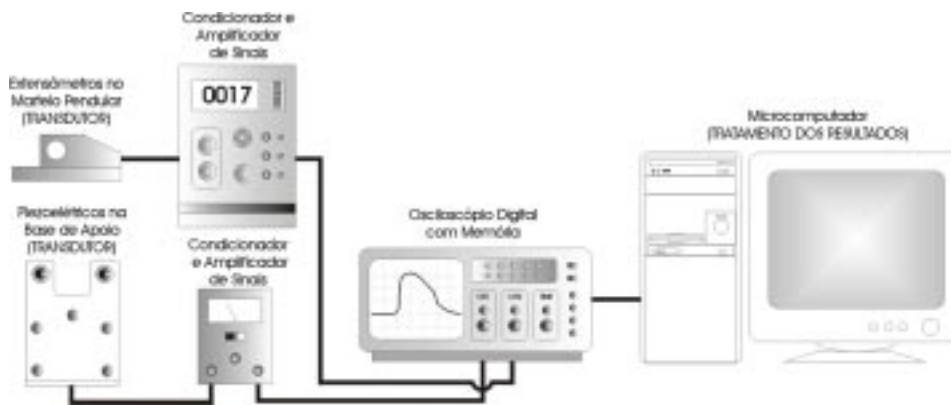


Figura 4. Representação esquemática dos sistemas de medição empregados na máquina Charpy Heckert.

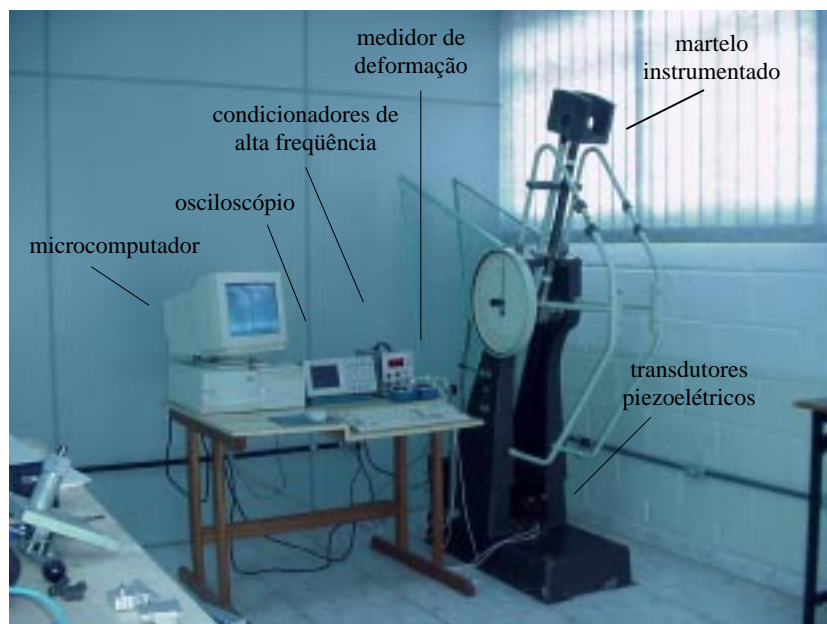


Figura 5. Montagem experimental empregada no trabalho.

### 3. Resultados

Os resultados de todos os testes e ensaios realizados simultaneamente com os transdutores piezoelétricos e com o martelo pendular instrumentado são apresentados a seguir, além dos obtidos na máquina Instron Wolpert. Assim, são mostradas as seguintes curvas força vs tempo e força vs deslocamento.

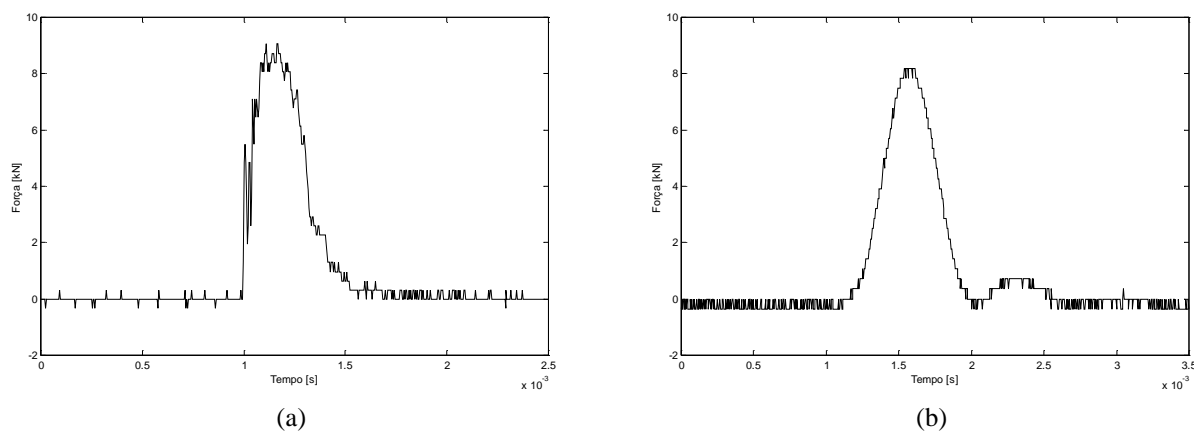


Figura 6. Curva força vs tempo para a liga de alumínio Al7050 obtida por (a) transdutores piezoelétricos e (b) extensômetros elétricos de resistência posicionados na máquina de ensaio Charpy Heckert.

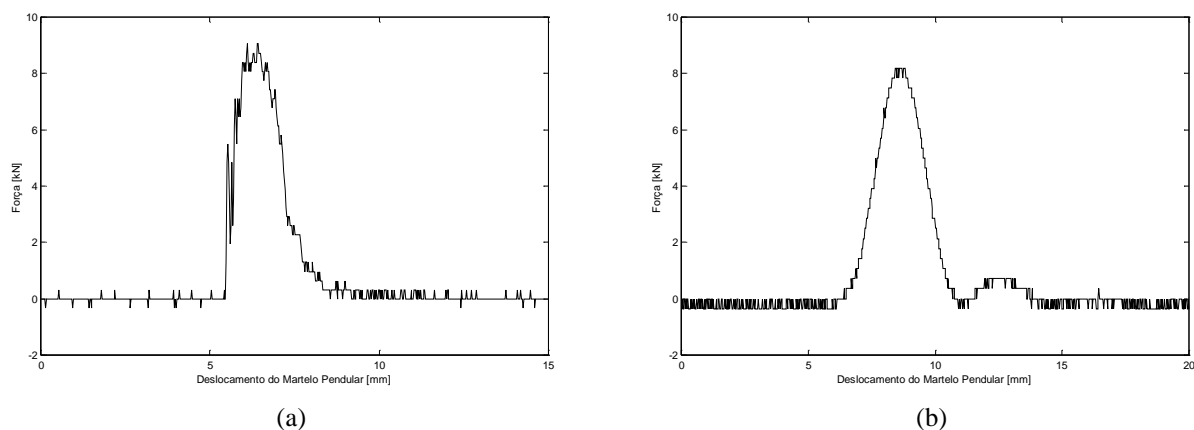


Figura 7. Curva força vs deslocamento para a liga de alumínio Al7050 obtida por (a) transdutores piezoelétricos e (b) extensômetros elétricos de resistência posicionados na máquina de ensaio Charpy Heckert.

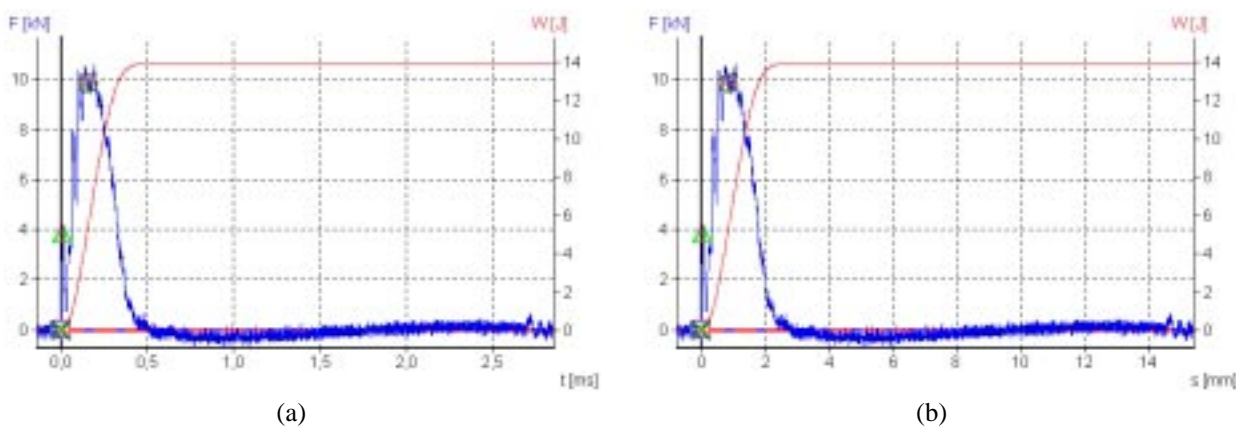


Figura 8. Curvas (a) força vs tempo e (b) força vs deslocamento para a liga de alumínio Al7050 obtidas pela máquina Charpy Instron Wolpert. Os sinais também apresentam o comportamento da energia W [J] ao longo do impacto.

As diversas informações que puderam ser extraídas das três configurações de instrumentação são resumidas na Tab. (1), tais como energia Charpy calculada com base na curva força vs tempo, força máxima medida dinamicamente e monotonicamente, e fator de intensidade de tensões em condições dinâmicas. Os ensaios foram conduzidos à temperatura ambiente de aproximadamente 27°C. As taxas de deformação aplicadas foram  $10^3\text{s}^{-1}$  e  $10^4\text{s}^{-1}$ , respectivamente, para a condição dinâmica e monotônica de carregamento.

Tabela 1. Resultados do ensaio Charpy Instrumentado para a liga de alumínio Al7050.

Grandeza Medida	Máquina Charpy Heckert		Valor de Referência* (Heckert)	Máquina Charpy Instron Wolpert	Valor de Referência* (Instron)
	Transdutor Piezoelétrico	Extensômetros Elétricos			
Energia [J]	15,3	19,1	16,0	13,9	15,0
Força Máxima [kN]	9,7	8,2	9,5	9,8	9,5
$K_{Ida}$ [MPa.m <sup>1/2</sup> ]	45,6	38,5	44,6	46,1	44,6

\*Os valores de energia foram medidos nas máquinas Charpy da forma convencional. A força máxima foi medida sob carregamento monotônico no ensaio de flexão em três pontos. Os valores do fator de intensidade de tensões dinâmico foram calculados considerando as respectivas forças máximas, norma ASTM E399-90.

Conforme já mencionado, os valores mostrados na Tab. (1) representam a média de 4 amostras. Um cálculo das dispersões dos resultados foi realizado, porém optou-se por não apresentá-los individualmente, pois eles não excederam 8,3% de incerteza relativa. A determinação das energias para os dois transdutores foi efetuada pela integração numérica da curva força vs tempo, multiplicada pela velocidade no momento do impacto. Abaixo é mostrado um exemplar do corpo de prova Charpy de alumínio Al7050 utilizado na medida da tenacidade à fratura dinâmica aparente. Cabe ressaltar aqui que a designação aparente refere-se ao fato de que os corpos de prova possuem entalhe arredondado, sem a presença da pré trinca de fadiga na raiz do entalhe.

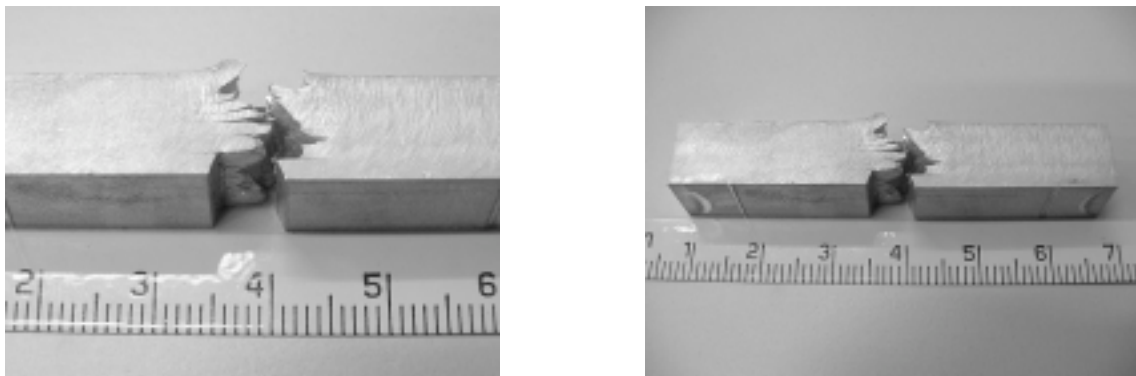


Figura 9. Exemplar de um corpo de prova da liga de alumínio Al7050 fraturado. Temperatura de 27°C e velocidade de impacto de 5,48m/s.

#### 4. Conclusões

A aplicação de extensômetros elétricos, utilizados neste trabalho, para medir a força de impacto proveniente da interação entre corpo de prova Charpy e martelo pendular apresenta algumas implicações. Extensômetros elétricos de resistência podem ser empregados na medida da força de impacto, desde que se enquadrem em duas premissas importantes, isto é, apresentem um alto fator de sensibilidade à deformação e se posicionem adequadamente nas partes envolvidas, para minimizar os efeitos vibratórios intrínsecos ao fenômeno, conforme cita a norma ISO.

O martelo pendular construído para compor o transdutor baseado em técnicas extensométricas, segundo as considerações acima, não apresentava estas características adequadamente desejáveis. A sensibilidade igual a 2,06 representa um valor comum que poderia ser maior para esta aplicação.

Embora o martelo tenha se mostrado altamente sensível, devido ao posicionamento dos extensômetros em ponte completa na superfície de um furo localizado no cutelo próximo à área de impacto, os níveis de oscilações para esta constituição podem ser potencializados, causando interferências no sinal medido. Mesmo nestas condições em que não houve uma preocupação inicial em isolar os efeitos inerciais, os sinais obtidos pelo martelo pendular não apresentaram níveis de oscilação acentuados, possivelmente devido à baixa frequência de resposta do condicionador de sinais.

A utilização de transdutores piezoelétricos como forma alternativa de medida da força de impacto no ensaio Charpy instrumentado apresentou, em geral, resposta dinâmica melhor que o martelo pendular instrumentado. As amplitudes e os perfis dos sinais força vs tempo sustentam esta diferença, haja visto que oscilações foram captadas e uma classificação clara dos sinais pode ser efetuada pela norma ISO 14.556.

Entretanto, é difícil distinguir a origem destas oscilações, se bem que a maioria das referências nesta área de estudo associa este comportamento dos sinais às oscilações inerciais. Em todo caso, essas oscilações, como mostram as Figuras (6) a (8), podem conter várias combinações, tais como efeitos do processo de deformação, avanço da trinca ou mesmo originado pelo impacto das partes envolvidas.

Apesar de os resultados alcançados pelos transdutores piezoelétricos serem mais animadores, a técnica adotada na fixação desses elementos deve ser reavaliada. Problemas envolvendo o tamanho relativamente grande da área de contato que recebe o impacto e desgastes foram identificados e observados durante a condução dos ensaios, especialmente quando da aplicação de corpos de prova dúcteis aplicados em testes iniciais, com tenacidade acima de 200J.

Existem transdutores de impacto no mercado de tamanhos reduzidos e de mesmo fundo de escala que os utilizados neste trabalho, além de apresentarem opções quanto ao tipo de material submetido ao impacto. Assim sendo, para minimizar e até evitar atritos, pode-se alterar o alojamento da base de apoio dos corpos de prova, atribuindo proteção frontal aos transdutores, ou adquirindo transdutores com áreas de contato do impacto em forma de placas facilmente intercambiáveis.

A utilização de condicionadores de frequências de respostas distintas permitiu verificar algumas observações. O medidor de deformação e deslocamento modelo TMDE, empregado no condicionamento e amplificação dos sinais captados pelo martelo pendular, não é capaz de acompanhar plenamente o fenômeno da fratura ocorrido no ensaio Charpy. Devido ao seu baixo tempo de resposta, geralmente apresenta a mesma forma dos sinais força vs tempo, isto é, com uma parcela de subida e descida praticamente simétricos em relação a uma linha vertical imaginária que passa pelo ponto máximo da função, podendo conter oscilações de maiores amplitudes no final do impacto, como ilustram as Figuras (6) a (8). Além disso, esses sinais não são passíveis, num primeiro momento, de serem classificados segundo a norma ISO. Essa limitação pode estar causando alterações do formato dos sinais e, conseqüentemente, conduzindo às diferenças mais acentuadas no cálculo das energias por meio das curvas e no valor das forças máximas medidas, mostradas na Tab. (1).

Os condicionadores de alta frequência utilizados junto aos transdutores piezoelétricos se mostraram mais eficientes, tendo em vista que apresentam frequência de resposta da ordem de 100 vezes maior, ou seja de 100kHz. Vale salientar que esse valor de frequência de resposta representa a indicação mínima aceitável especificada pela norma ISO 14.556.

Observou-se que os resultados medidos neste sistema não diferenciaram daqueles obtidos da máquina de ensaio Charpy instrumentado Instron Wolpert, considerada como referência. Em princípio, este fato sugere que condicionadores operando acima de 100kHz não trazem diferenças quanto à resposta dinâmica aplicada ao ensaio Charpy instrumentado.

Entretanto, esta condição de maior velocidade da aquisição dos sinais aparentemente permite uma maior exploração do comportamento da curva e não do resultado global que ela fornece, isto é, da energia calculada e dos valores de força, seja de escoamento generalizado, força máxima ou de propagação da trinca. Entende-se que essa velocidade de resposta conduz a uma captação mais pormenorizada da pontos de força no tempo, aumentando a quantidade de detalhes e informações, como por exemplo oscilações e ruídos.

Portanto, o emprego e comparação de três sistemas de instrumentação Charpy representou uma fonte de avaliação ampla e proveitosa. Os resultados esperancosos alcançados pelos transdutores piezoelétricos, mesmo se defrontando com problemas de ordem prática, e aqueles comparativos obtidos com o sistema Instron Wolpert não ofuscam totalmente os resultados medidos pelo martelo instrumentado, utilizando o medidor de deformação e deslocamento modelo TMDE.

Para certos tipos de materiais ensaiados, em que o tempo de interação entre o corpo de prova e o martelo pendular seja maximizado, o TMDE proporciona resposta aceitável, com pouca ou nenhuma atenuação do sinal. Todavia, detalhes do comportamento da curva força vs tempo, como força de escoamento generalizado e forças associadas à propagação da trinca praticamente não são identificáveis.

## 5. Agradecimentos

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo pelo financiamento da pesquisa e à Companhia Energética do Estado de São Paulo pelos serviços prestados na instrumentação do martelo pendular.

## 6. Referências

- Aggag, G., Takahashi, K., 1996, "Study of Oscillation Signals in Instrumented Charpy Impact Testing", *Polymer Engineering and Science*, Vol.36, pp. 2260-2266.
- Böhme, W., Bernauer, G., Schmitt, W., 1999, "Scatter of a Ferritic Steel in the Region Analysed by Charpy Tests and Dynamic Tensile Tests", *Nuclear Engineering and Design*, Vol.188, pp. 149-154.
- Cun-Jian Li, 2000, "Effects of Temperature and Loading Rate on Fracture Toughness of Structural Steels", *Materials and Design*, Vol.21, pp. 27-30.

- Dally, J. W., Riley, W. F., McConnel, K. G., 1993, "Instrumentation for Engineering Measurements", J. Wiley, EUA, 2.ed, pp. 124-161.
- Delforge, D. Y. M., 1994, "Instrumentação de um Pêndulo para Ensaio de Impacto Charpy", Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira-SP, Brasil, 96p.
- Ireland, D. R., 1977, "Critical Review of Instrumented Impact Charpy Test", Cambridge: The Welding Institute, Conference Technical Publication, pp. 47-61.
- Holman, J. P., Gajada Jr, W. J., 1981, "Experimental Methods For Engineers", McGraw-Hill, EUA, 3.ed., pp. 89-172.
- Perosanz, F. J., et al., 1998, "Cálculo de la Tenacidad de Fractura a través de Ensayos Dinámicos", Revista Metal Madrid, Vol.34, pp. 399-406.
- Quinan, M. A. D., 1996, "Análise de Ensaio Instrumentado de Impacto tipo Charpy", Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Minas Gerais, Minas Gerais-MG, Brasil, 98p.
- Schmitt, W., Sun, D. Z., Böhme, W., Nagel, G., 1994, "Evaluation of Fracture Toughness based on Results of Instrumented Charpy Tests", International Journal Pres. Ves. & Piping, Vol.59, pp. 21-29.
- Yamamoto, I., Kobayashi, T., 1993, "Evaluation Method of Dynamic Fracture Toughness by the Computer Aided Instrumented Charpy Impact Testing System", International Journal Pres. Ves. & Piping, Vol.55, pp. 295-312.

## **APPARENT DYNAMIC FRACTURE TOUGHNESS DETERMINATION OF 7050 ALUMINIUM ALLOY BY INSTRUMENTED CHARPY IMPACT TESTING USING DIFFERENT TRANSDUCERS**

**Alessandro Roger Rodrigues**

Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira  
Av. Brasil, 56 - Ilha Solteira-SP - Brasil  
CEP: 15.385-000  
[roger@dem.feis.unesp.br](mailto:roger@dem.feis.unesp.br)

**Ruís Camargo Tokimatsu**

Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira  
Av. Brasil, 56 - Ilha Solteira-SP - Brasil  
CEP: 15.385-000  
[ruis@dem.feis.unesp.br](mailto:ruis@dem.feis.unesp.br)

**Abstract.** *The Instrumented Charpy Impact Test has been studied a lot since 60's decade, persisting still questions as for its normalization and it needs of better practical confirmations. The sensitive element greatly used to load-time signal acquire is strain-gage. It in general is fixed in Charpy striker. Several kinds, quantities and arrangements of strain-gages has been proposed to instrument testing machines. With appearance appropriated transducers to dynamic loading, another instrumentation possibility showed up as promising way. It discusses in this work dynamic fracture toughness obtained from Instrumented Charpy Impact Testing of 7050 aluminium alloy. Two instrumentation techniques were inserted and compared: a) using strain-gages in striker and b) using piezoelectric transducers, specific to impact loads, properly positioned in Charpy anvil. It was possible to verify that better results were achieved by piezoelectric transducers.*

**Keywords:** *dynamic fracture toughness, instrumented charpy testing, force transducers.*



# DETERMINAÇÃO DA DESACELERAÇÃO DO MARTELO PENDULAR DURANTE O IMPACTO COM O CORPO DE PROVA NO ENSAIO CHARPY INSTRUMENTADO

**Alessandro Roger Rodrigues**

Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira  
Av. Brasil, 56 - Ilha Solteira-SP - Brasil  
CEP: 15.385-000  
[roger@dem.feis.unesp.br](mailto:roger@dem.feis.unesp.br)

**Ruís Camargo Tokimatsu**

Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira  
Av. Brasil, 56 - Ilha Solteira-SP - Brasil  
CEP: 15.385-000  
[ruis@dem.feis.unesp.br](mailto:ruis@dem.feis.unesp.br)

**Resumo.** O ensaio Charpy Instrumentado é uma variação do ensaio Charpy clássico. O principal resultado é a curva força vs tempo. Em posse dela, determina-se a energia de iniciação e propagação da trinca, entre outros resultados, se a velocidade do pêndulo for admitida constante durante a ocorrência do impacto. Todavia, a velocidade do pêndulo não é constante. Trabalhos recentes discutem técnicas para se determinar a variação da velocidade durante o impacto. Apresenta-se neste trabalho uma técnica para determinar a variação da velocidade durante o impacto do martelo com o corpo de prova. Utilizando transdutores piezoelétricos para carregamento de impacto, instrumentou-se a base de apoio dos corpos de prova de uma máquina de ensaio Charpy convencional, transformando a base em uma célula de carga. O condicionamento, a armazenagem e o tratamento numérico do sinal foram realizados, respectivamente, por meio de um condicionador de sinais dinâmico, um osciloscópio digital de tempo real e um microcomputador. Alguns materiais metálicos foram adotados para a condução dos testes, quais sejam: liga de alumínio Al7050, aço ABNT 1040 e aço aeronáutico 300M. Foi possível comprovar e determinar o perfil da desaceleração do martelo Charpy, que varia conforme à resistência ao impacto do corpo de prova.

**Palavras chave:** velocidade de impacto, ensaio charpy instrumentado.

## 1. Introdução

Vários ensaios são utilizados para avaliar a suscetibilidade dos materiais à fratura frágil (Dieter, 1988). O ensaio Charpy convencional é um dos mais clássicos. Seus resultados apresentam-se sob a forma de energia para causar a fratura de um corpo de prova padronizado em função da temperatura (Broek, 1995). A instrumentação adicional aplicada ao ensaio Charpy permite o monitoramento da resposta carga-tempo da deformação e fratura do corpo de prova Charpy-V. A vantagem da instrumentação do ensaio Charpy baseia-se no aumento do número de informações obtidas com um baixo custo, facilidade de execução dos corpos de prova e operação simples.

A forma de instrumentação mais comumente utilizada é a aplicação de extensômetros elétricos de resistência no martelo pendular, o qual funciona como elemento sensível do comportamento carga-tempo do corpo de prova testado. Apesar da contemporaneidade da metodologia do ensaio Charpy instrumentado, cerca de 40 anos, um certo número de pesquisadores têm estudado alguns procedimentos e implicações sobre o ensaio. O objetivo principal é estabelecer regras com rigor científico para normatizar esse teste de caráter dinâmico.

A Figura (1) ilustra esquematicamente o comportamento das curvas carga-tempo como função da temperatura para um aço de média resistência mecânica. Como mostrado na figura, a instrumentação permite identificar os vários estágios do processo de fratura. O valor da energia  $W_M$  é associado à área sob a curva carga-tempo até o carregamento máximo  $P_M$ . Este valor de impulso é convertido em energia aplicando a lei do movimento de Newton, considerando a velocidade do pêndulo decrescente durante o processo de deformação e fratura, Eq. (2). Esta velocidade decrescente é proporcional à carga instantânea aplicada no corpo de prova em qualquer tempo particular  $t_i$  (Hertzberg, 1996). A energia absorvida é portanto,

$$\Delta E = E_a \left[ 1 - \left( \frac{E_a}{4E_0} \right) \right] \quad (1)$$

onde  $E_0$  é a energia cinética total do pêndulo  $\left( \frac{1}{2} mV_0^2 \right)$  e

$$E_a = V_0 \int_0^{t_i} P dt \tag{2}$$

onde  $V_0$  é a velocidade inicial de impacto e  $m$  é a massa do martelo pendular. A possibilidade de separar a energia total absorvida em componentes distintas aumenta o número de informações obtidas por meio da instrumentação. As curvas carga-tempo-temperatura ilustram os estágios de fratura.

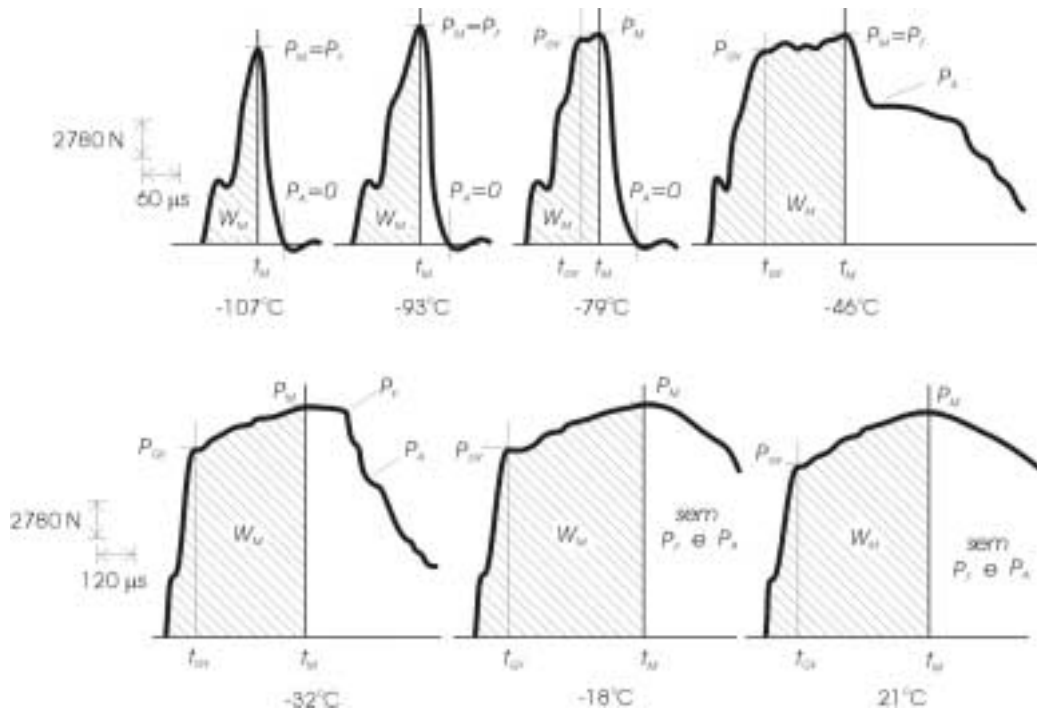


Figura 1. Resposta carga-tempo para um aço de média resistência mecânica ensaiado em várias temperaturas.

O ensaio instrumentado pode ser efetuado em diferentes máquinas de impacto e tipos de corpos de prova (Ireland, 1974). A instrumentação para um ensaio de impacto Charpy, comumente implementada até então, inclui um martelo instrumentado, um amplificador dinâmico, um sistema de gravação e visualização do sinal e um dispositivo para medida da velocidade, tais como potenciômetros ou células fotoelétricas. O martelo instrumentado é transformado em uma célula de carga dinâmica. Extensômetros elétricos são colados no martelo para transformar a carga de compressão decorrente do contato com o corpo de prova em um sinal de tensão elétrica. O amplificador dinâmico fornece energia aos extensômetros elétricos e amplifica o nível do sinal de saída, que posteriormente passa por filtros onde altas frequências são eliminadas.

O sinal de impacto é gravado e armazenado num osciloscópio de memória e os dados digitais podem ser transferidos a um computador para análise matemática. O acionamento da leitura do osciloscópio pode ser executado por um sistema interno do próprio aparelho, que é mais confiável para a aquisição do sinal após o comando. O acionamento externo, valendo-se de um dispositivo sensível à velocidade conectado ao sistema de aquisição, também é frequentemente utilizado, ao invés do acionamento interno. O sistema de medição da velocidade do martelo pendular pode ser um sistema ótico, sem contato, ou um sistema com resistência variável, fixo no eixo do pêndulo.

O monitoramento da variável velocidade do martelo pendular permite o refinamento do ensaio Charpy instrumentado, cuja principal medida é a carga de impacto em função do tempo. É possível, em posse da medição da velocidade instantânea durante a ocorrência do impacto, incorporar o vetor velocidade no cálculo da energia obtida da curva carga-tempo, tal como apresentado pela Eq. (2).

Essa possibilidade traz consigo importantes conseqüências, dentre as quais cita-se a determinação da curva carga-deslocamento e o aumento da precisão no cálculo numérico da energia, que considera a curva carga-tempo. Augland (1962) sugeriu um fator corretivo, considerando a velocidade de impacto constante, baseado na energia inicial da máquina de ensaio e na energia calculada numericamente. Sabe-se, entretanto, que seu comportamento é inversamente proporcional à aplicação da força dada pelo martelo pendular.

Obviamente, o fator corretivo de Augland representa um avanço no estudo do ensaio Charpy Instrumentado, pois pode-se compreender melhor o fenômeno e aprimorar os cálculos. No entanto, correlações empíricas, apesar de serem aceitas, devem ser consideradas com cautela, pois podem ser muito bem representativas para alguns casos e pouco representativas para outros. Assim, a medida da velocidade do martelo durante o impacto traz grandes benefícios, pois a própria velocidade pode ser incorporada pela integral, apresentada na Eq. (2), fornecendo resultados de energia sob a curva força-tempo sem correções empíricas, passíveis de serem comparados com maior propriedade à energia global medida pela máquina.

## 2. Procedimentos

### 2.1. Analítico

De acordo com os procedimentos estabelecidos pela ISO (International Standard, 2000), a medida da força pode ser obtida utilizando-se dois extensômetros elétricos de resistência posicionados no martelo pendular para formar o transdutor de força. Na realidade, o circuito resistivo completo pode ser formado por uma ponte de *Wheatstone*. Dois extensômetros são ativos e os outros dois são passivos. Estes últimos devem ser fixados numa peça constituída do mesmo material do martelo pendular e isenta dos efeitos de vibração causados pelo ensaio. Qualquer outra forma de instrumentação pode ser aceita, desde que as características dinâmicas do sistema de medida completo sejam mantidos.

A arquitetura de medição completa, isto é, o conjunto composto pelo transdutor de força, pelo amplificador dinâmico e pelo sistema de gravação do sinal, deve ter uma frequência de resposta de, pelo menos, 100kHz. A avaliação dinâmica de todo o sistema, portanto, é considerada satisfatória se um corpo de prova constituído de aço apresentar um pico maior que 8kN, para uma velocidade de impacto entre 5 e 5,5 m/s. Diversos experimentos têm mostrado que as forças nominais de impacto para corpos de prova constituídos de todos os tipos de aço encontram-se na faixa de 10 a 40kN.

A calibração da força pode ser realizada estaticamente aplicando-se uma força conhecida no martelo instrumentado, devidamente montado num aparato que represente as mesmas condições do ensaio. Para tanto, são recomendados construções de dispositivos de apoio e fixação do martelo com características próprios, tais como rigidez e rigor dimensional e tolerâncias de forma adequados.

Por se tratar de um sinal transiente, o sistema de gravação da curva força vs tempo preferível é um gravador com armazenagem digital, contendo interface eletrônica para tratamento dos dados via microcomputador e conversor analógico-digital de no mínimo 8 bit, com uma taxa de amostragem de 250kHz. Um sistema de gravação de 12 bit ou um gravador com capacidade de armazenamento de 2000 pontos do sinal num tempo de 8ms também são considerados adequados para a aquisição.

Se o deslocamento do martelo pendular não puder ser medido diretamente no ensaio, é possível determinar as variáveis velocidade e deslocamento do martelo pendular de forma equivalente (Perosanz, 1998). A relação força vs tempo é proporcional à aceleração característica ocorrida no ensaio. Assumindo o pêndulo como um elemento suficientemente rígido de massa  $m$ , o deslocamento é obtido numericamente da seguinte forma:

$$v(t) = V_0 - \frac{1}{m} \int_0^t F(t) dt \quad (3)$$

e

$$s(t) = \int_0^t v(t) dt \quad (4)$$

onde  $V_0$  é a velocidade de impacto no momento em que o martelo atinge o corpo de prova e  $t_0$  é o tempo para o início da deformação do corpo de prova.

### 2.2. Experimental

Para determinar o decréscimo da velocidade do martelo pendular durante o impacto no ensaio Charpy, foram escolhidos os aços ABNT 1040, 300M e a liga de alumínio Al7050, considerados na condição *como recebidos*. Essa escolha foi fundamentada nas distintas propriedades mecânicas apresentadas pelos materiais, tal como a tenacidade convencionalmente medida pelo ensaio Charpy clássico. É importante mencionar aqui que não houve, até certo ponto, preocupação com a composição química e microestrutural dos materiais constituintes dos corpos de prova. Ressalta-se que a principal meta deste trabalho baseou-se na medida numérica da desaceleração do martelo pendular e na busca pela compreensão e entendimento da nova instrumentação Charpy proposta e, por isso, a variação microestrutural ou a escolha de distintos materiais, que constituíram os corpos de prova, se mostrou como variável orientadora dos resultados obtidos.

Efetuuou-se a usinagem dos corpos de prova segundo a norma ASTM E-23 (American Society for Testing and Materials, 1996), obedecendo os requisitos dimensionais e de acabamento. A posição de usinagem dos entalhes e seu posicionamento adequado na máquina de ensaio foram alvos de controle, pois o grande foco de resultados dispersivos reside nessas variáveis. A Tabela (1) apresenta as energias globais medidas no ensaio Charpy convencional.

Tabela 1. Energia Charpy para os materiais ensaiados.

Material	Energia Charpy [J]
Al7050	16,0 (2,0)
ABNT 1040	18,1 (1,6)
300M	33,5 (4,0)

( ) Dispersão para uma amostragem de 3 corpos de prova e confiabilidade de 95%.

Para a leitura do sinal emitido pelo condicionador, utilizou-se um osciloscópio digital de memória com interface serial e banda de frequência de leitura igual a 60MHz, bem como um microcomputador para aquisição e tratamento matemático dos resultados. A metodologia empregada na captação dos sinais foi realizada por meio de transdutores piezoelétricos, próprios para carregamentos dinâmicos, posicionados na base de apoio dos corpos de prova. O tratamento dos resultados foi efetuado observando-se os procedimentos adotados nos trabalhos de Delforge (1994) e Quinan (1996). A Figura (2) apresenta de forma esquemática o sistema de aquisição empregado e a Fig. (3) mostra a montagem experimental.



Figura 2. Sistema esquemático adotado na medição do sinal força-tempo.

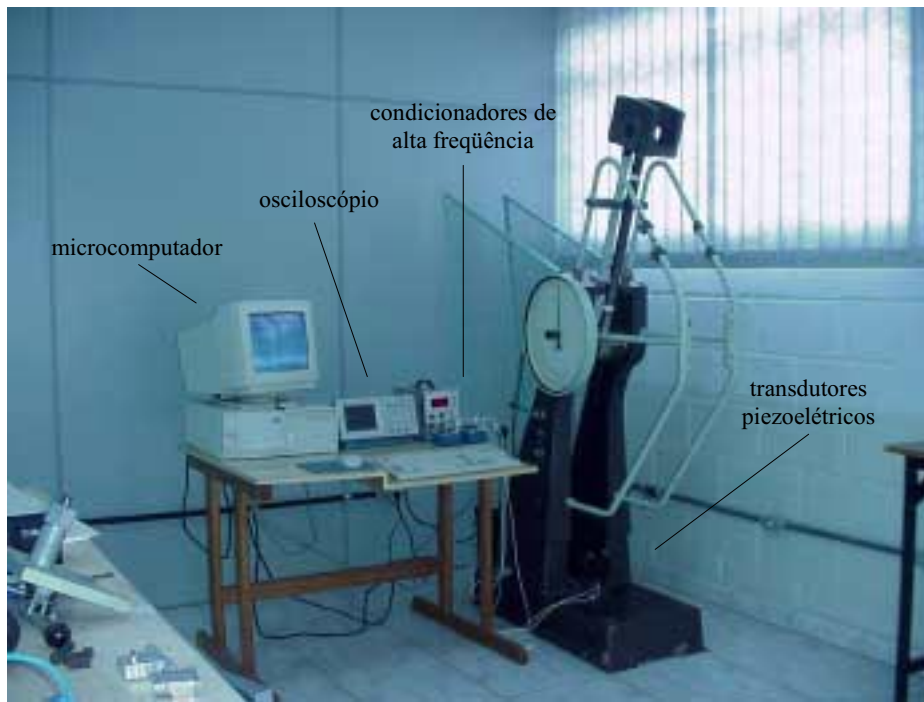


Figura 3. Montagem experimental empregada no trabalho.

Para executar o ensaio Charpy instrumentado, foram adquiridas duas unidades de transdutores de força piezoelétricos com capacidade de medida de até 44,4kN. Esse tipo de transdutor, apresenta características adequadas quanto à instrumentação da base de apoio Charpy, tais como, tamanho reduzido, alta frequência de resposta, capacidade para suportar cargas elevadas e adequada resposta dinâmica.

Sua instalação na máquina foi efetuada construindo-se uma base de apoio de corpos de prova similar à original, tanto com respeito à forma, quanto em relação à microestrutura. Apenas um detalhe constitutivo foi alterado, sem comprometimento do desempenho da peça. Os chanfros na parte superior não foram usinados na peça modificada com intuito de manter maior porção de material na região próxima aos furos posicionadores dos transdutores e, conseqüentemente, maior rigidez do componente nessa região crítica.

Utilizou-se, portanto, um aço baixa liga 8640 e usinou a peça com as devidas modificações para alojar os transdutores. Um tratamento térmico de têmpera e revenimento foi realizado, atingindo uma dureza entre 58 e 60 HRC, conforme a peça original. A fotografia da base de apoio dos corpos de prova Charpy modificada pode ser vista na Fig. (4).



Figura 4. Nova base de apoio dos corpos de prova. (a) Detalhe do alojamento dos transdutores de impacto e (b) montagem da base de apoio modificada na estrutura da máquina Charpy.

### 3. Resultados

Apresentam-se a seguir, nas Figuras (5) a (7), os sinais força vs tempo e as correspondentes curvas velocidade vs tempo para cada material ensaiado. As curvas de força no tempo foram obtidas pelo transdutor de força baseado no princípio piezoelétrico de medida. As curvas de velocidade em função do tempo foram construídas recorrendo-se às Equações (3) e (4), ambas apresentadas no item 2.1. Uma rotina computacional, utilizando o *software* de programação matemática *Matlab* versão 5.1, foi implementada para efetuar as integrações numéricas e determinar, considerando os valores discretos de força em função do tempo de impacto, as variáveis velocidade e deslocamento do martelo pendular Charpy.

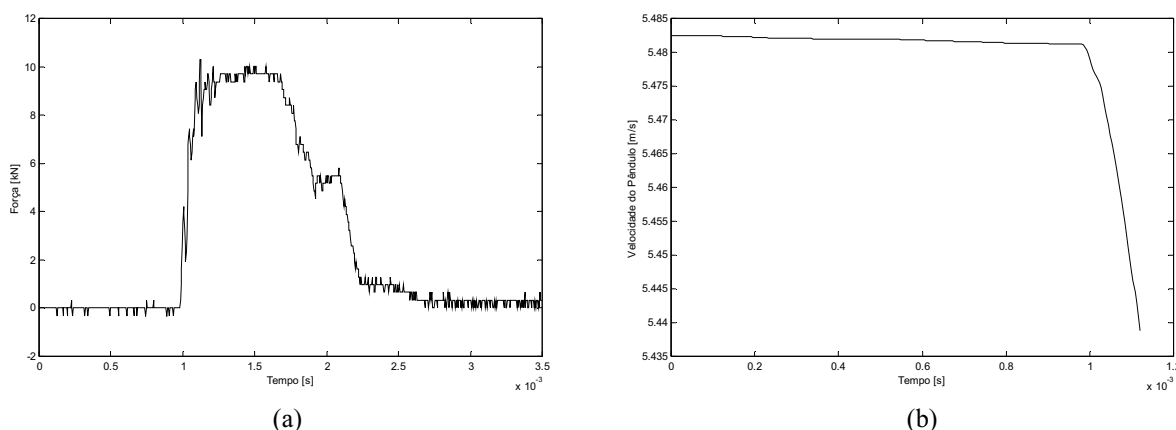


Figura 5. (a) Sinal força vs tempo e (b) velocidade vs tempo para o a liga de alumínio Al7050.

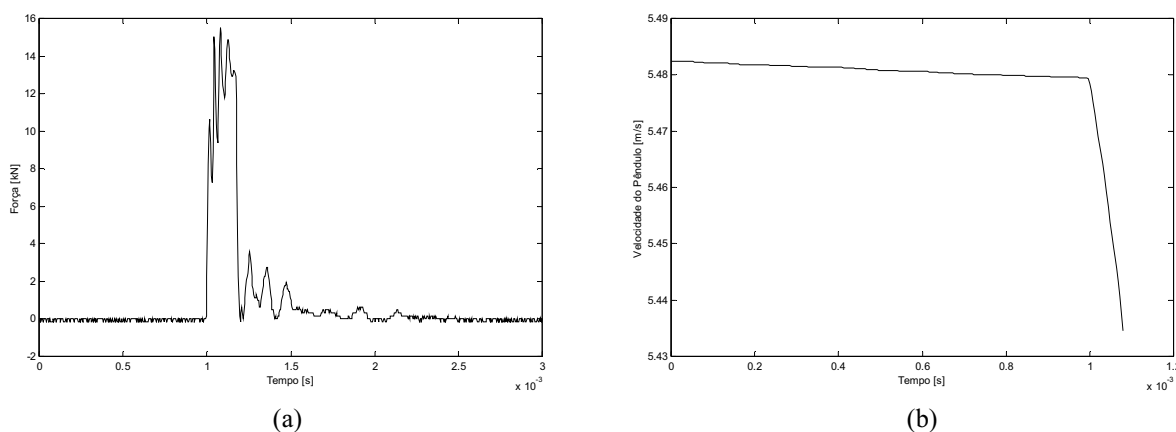


Figura 6. (a) Sinal força vs tempo e (b) velocidade vs tempo para o aço ABNT 1040.

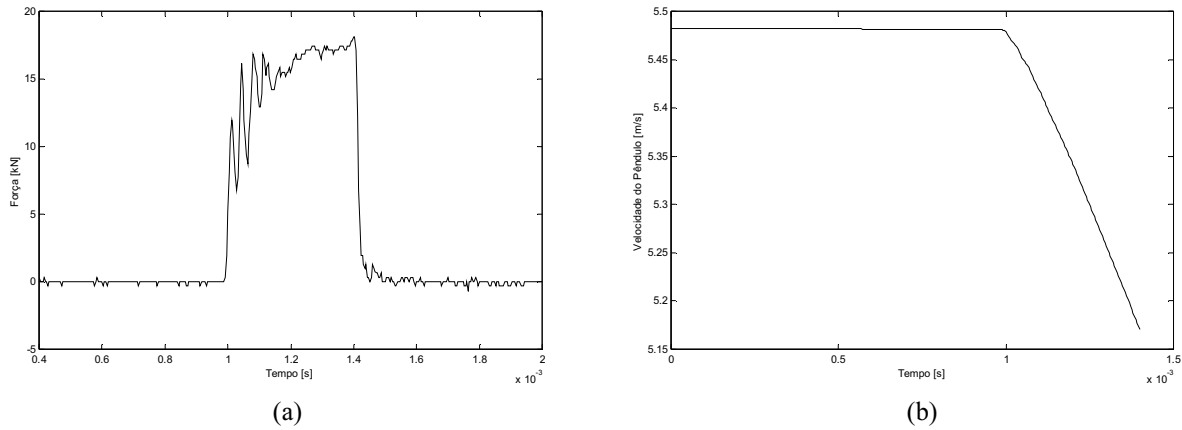


Figura 7. (a) Sinal força vs tempo e (b) velocidade vs tempo para o aço 300M.

#### 4. Conclusões

A utilização da técnica da integração numérica foi estudada e implementada neste trabalho para determinar o perfil de desaceleração do martelo pendular ocorrido no ensaio Charpy Instrumentado. Ensaiou-se corpos de prova Charpy-V constituídos dos seguintes materiais: aço ABNT 1040, 300M e a liga de alumínio Al7050, considerados na condição *como recebidos*. Embora se saiba que o principal propósito num ensaio mecânico seja a determinação das propriedades mecânicas dos materiais ensaiados, o objetivo deste trabalho foi adverso.

A meta foi o emprego de uma nova instrumentação Charpy, baseada em princípios piezoelétricos, e a implementação de uma técnica numérica para a determinação alternativa do comportamento da velocidade do martelo pendular durante o evento do impacto com os corpos de prova. Dessa forma, os materiais metálicos foram adotados justamente porque apresentaram valores de tenacidade distintos, os quais contribuíram para avaliar as diferentes curvas de velocidade vs tempo e tentar compreender o funcionamento da técnica numérica adotada na medida de velocidade de impacto.

Portanto, num primeiro momento, não houve preocupação quanto à procedência dos materiais que constituíram os corpos de prova Charpy. Assim, os materiais ensaiados foram apenas considerados como um meio para a avaliação do sistema de medida empregado no ensaio e análise da técnica numérica destinada à medida da velocidade do martelo pendular. No entanto, essa relativa despreocupação com a exata composição química e metalúrgica dos materiais poderia influir nas dispersões dos resultados. Para tanto, um controle da fabricação dos corpos de prova foi adotado, especialmente quanto aos parâmetros estabelecidos pela norma ASTM E-23, quais sejam acabamento superficial, tolerâncias dimensionais e geométricas, principalmente do entalhe por representar a região de concentração de tensões.

Contudo, nota-se na Tab. (1), que as dispersões dos valores de tenacidade correspondem à sensibilidade notória e comum do ensaio Charpy convencional. Entretanto, as médias dos valores de tenacidade apresentados na respectiva tabela, representam a propriedade para uma condição desconhecida e particular de composição química dos materiais testados. De fato, se o objetivo do trabalho fosse a caracterização mecânica dos materiais ensaiados, uma preocupação mínima em relação à procedência dos materiais seria indispensável.

Com relação ao método apresentado, foi possível implementar a técnica de integração numérica do trapézio, considerando os valores de força discretos, como pode ser visualizado nas Equações (3) e (4). Os gráficos mostrados nas Figuras (5) a (7) representam o decréscimo da velocidade do martelo pendular *antes* e *durante* o impacto, *até o tempo de ocorrência do pico máximo* das respectivas curvas força vs tempo. Nota-se que há uma relação entre a resistência à propagação da trinca dos corpos de prova e o perfil de velocidade do martelo pendular. Quanto maior a tenacidade do material ensaiado, maior é a desaceleração do martelo Charpy, como pode ser observado nas Figuras (5) e (7), as quais representam os casos mais extremos de tenacidade.

Ademais, aparentemente pode-se notar uma pequena desaceleração para todos os casos de materiais metálicos ensaiados, em que a velocidade decresce em centésimos de metros por segundo num tempo de décimos de milissegundos. De fato, ainda nesta etapa do trabalho não foi possível ratificar tais perfis de desaceleração medidos, pois foram obtidos por uma metodologia apenas. Pode-se confrontar os resultados alcançados aqui recorrendo-se a técnicas experimentais da medida do deslocamento angular do martelo Charpy. Esta é a próxima etapa deste trabalho de pesquisa. Além disso, com a determinação experimental do vetor velocidade, poder-se-á avaliar a adequação da instrumentação implementada, comparando três possíveis formas de energia, isto é, considerando a velocidade obtida (a) numericamente, (b) experimentalmente e (c) medindo-se a energia pelo mostrador da máquina de ensaio.

Existem algumas formas experimentais para se obter o decréscimo da velocidade do martelo pendular durante o impacto. Sistemas constituídos de fotocélulas acopladas proximamente à base de apoio dos corpos de prova podem ser utilizados para este fim. À medida em que o martelo pendular atravessa a região à frente dos sensores de posição, o sistema acusa a presença do objeto, pela interrupção do feixe luminoso, e fornece uma variação na tensão de saída, que

pode ser associada à posição instantânea do martelo. Assim, em posse desse posicionamento instantâneo do martelo, é possível determinar o vetor velocidade do martelo pendular.

Outra maneira equivalente, a qual associa o deslocamento angular do pêndulo Charpy a uma variação no nível de tensão de saída do sistema de medida, pode ser implementada por meio de potenciômetros de alta precisão. Acoplado ao eixo da máquina, no qual o martelo pendular gira em torno, o potenciômetro é capaz de fornecer tensões de saída, devido a seu mecanismo de resistência variável. Esses dados de tensões podem ser associados à posição instantânea do pêndulo e, assim, determinar o decaimento da velocidade, não apenas durante a ocorrência do impacto, mas em todo o percurso angular do pêndulo.

## 5. Agradecimentos

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pelo financiamento da pesquisa e concessão da bolsa de estudos, e ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira-UNESP, pela disponibilidade dos equipamentos e dependências laboratoriais.

## 6. Referências

- Augland, B., 1962, "The Impact Charpy Test", British Welding Journal, Vol.9, pp. 343.
- American Society for Testing and Materials, 1996, "Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials. in: Annual Book of ASTM Standards: Metals Test Methods and Analytical Procedures, Danvers, (ASTM E-23), pp. 136-155.
- Broek, D., 1995, "Failure Analysis and Fracture Mechanics", ASM handbook: Failure Analysis and Prevention. 9.ed. Ohio: ASM, p.47-65.
- Delforge, D. Y. M., 1994, "Instrumentação de um Pêndulo para Ensaio de Impacto Charpy", Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira-SP, Brasil, 96 p.
- Dieter, G. E., 1988, "Mechanical Metallurgy", 4.ed. London: McGraw-Hill, pp. 471-500.
- Hertzberg, R. W., 1996, "Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials", pp. 325-352.
- International Standard, 2000, "Steel - Charpy V-Notch Pendulum Impact Test - Instrumented Test Method", Geneva, (ISO 14556), 14p.
- Ireland, D. R., 1974, "Procedure and Problems Associated with Reliable Control of Instrumented Impact Test: Instrumented Impact Testing", ASTM Special Technical Publication, No. 563, pp. 3-29.
- Perosanz, F. J., et al., 1998, "Cálculo de la Tenacidad de Fractura a través de Ensayos Dinámicos", Revista Metal Madrid, pp. 399-406.
- Quinan, M. A. D., 1996, "Análise de Ensaio Instrumentado de Impacto Tipo Charpy", Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Minas Gerais, Minas Gerais-MG, Brasil, 98 p.

## VELOCITY DECREASE DETERMINATION OF CHARPY STRIKER DURING IMPACT WITH SPECIMEN IN INSTRUMENTED IMPACT CHARPY TESTING

**Alessandro Roger Rodrigues**

Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira  
Av. Brasil, 56 - Ilha Solteira-SP - Brasil  
CEP: 15.385-000  
[roger@dem.feis.unesp.br](mailto:roger@dem.feis.unesp.br)

**Ruís Camargo Tokimatsu**

Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira  
Av. Brasil, 56 - Ilha Solteira-SP - Brasil  
CEP: 15.385-000  
[ruis@dem.feis.unesp.br](mailto:ruis@dem.feis.unesp.br)

***Abstract.** The Instrumented Charpy Impact Test is a variation of Conventional Charpy Testing. The main result is load-time curve. It is possible to determinate energy of fracture, and others results, if Charpy striker speed is admitted constant during impact occurrence. However, the striker speed is not constant. Recent works discuss techniques to determinate the speed variation during impact. It presents in this work a technique to obtain the speed variation during impact of striker with specimen. Using dynamic piezoelectric transducers, it was instrumented anvil, transforming it in load cell. Signal acquisition system included a dynamic signal conditioner, a high frequency oscilloscope and a computer to mathematical treatment of results. Some metallic materials were used to carried out tests: A17050 aluminium alloy, ABNT 1040 and 300M steels. It was possible to confirm and measure the Charpy striker speed decrease.*

***Keywords:** impact speed, instrumented charpy testing.*



## MOBILIDADE DE PORTADORES EM LIGAS AMORFAS DE $Ni_{81}P_{19}$ E $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$ HIDROGENADAS E NÃO HIDROGENADAS

J. S. Coutinho Filho, Marcos Proença

Universidade Tuiuti do Paraná

[jscfrj@terra.com.br](mailto:jscfrj@terra.com.br), [marcos.proenca@utp.br](mailto:marcos.proenca@utp.br)

A. Mesquita, P. E. V. De Miranda

COPPE/UF RJ

[mesquita@coe.ufri.br](mailto:mesquita@coe.ufri.br); [pmiranda@labh2.coppe.ufri.br](mailto:pmiranda@labh2.coppe.ufri.br)

P. P. L. M. Canazio, C. L. Ferreira

IME-RJ

[ppaulo@aquarius.ime.eb.br](mailto:ppaulo@aquarius.ime.eb.br)

**Resumo.** A aplicação de medidas de efeito Hall na caracterização do comportamento do hidrogênio em ligas metálicas amorfas é estudada. Verificou-se que é uma metodologia de uso simples, precisa e de grande sensibilidade, quando comparada a outros métodos de caracterização. A determinação do coeficiente Hall e da mobilidade de portadores, permite obter parâmetros tais como, a densidade e a polaridade dos portadores de carga envolvidos no processo de condução elétrica e o teor de hidrogênio em solução sólida no material. Estas propriedades são de interesse na implementação de sensores para a detecção e quantificação de hidrogênio em materiais e processos industriais. O método também possibilitou a detecção da participação de prótons como portadores de carga no processo de condução elétrica no  $Ni_{81}P_{19}$  e a presença de hidretos metálicos, ainda que amorfos, numa matriz também amorfa de  $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$ .

**Palavras chave:** hidrogênio, vidros metálicos, mobilidade de portadores, efeito Hall, corrente de próton

### 1. Introdução

O desenvolvimento de novas tecnologias de uso do hidrogênio como portador de energia abrirá no futuro próximo um campo extenso de aplicações para as quais o controle e garantia de desempenho e segurança de materiais em presença de hidrogênio requererá o uso de novos métodos de detecção e monitoração deste gás.

É fato conhecido que o hidrogênio em solução sólida altera significativamente as propriedades mecânico-metalúrgicas do material metálico em que se encontra dissolvido (Völkl, Alefeld, 1978), provocando a chamada *deterioração pelo hidrogênio* das estruturas metálicas. Por exemplo, a fragilização e a deterioração causadas pelo hidrogênio resultam na perda da ductilidade e na diminuição do limite de resistência à tração dos aços (Lesage et al., 2000).

A análise do hidrogênio em materiais sólidos apresenta diversas dificuldades práticas, principalmente as relacionadas ao seu baixos número e massa atômicos. Sendo um elemento tão leve, determinações quantitativas de hidrogênio não podem ser efetuadas pelos métodos analíticos tradicionais. Estes incluem a espectroscopia de impedância eletroquímica, as espectroscopias de raios-x por dispersão de energia (EDS) e por dispersão de comprimento de onda (WDS), a espectroscopia de elétrons Auger e o retroespalhamento de Rutherford. Apesar da espectroscopia de massa de íons secundários (SIMS) poder ser utilizada, a precisão das medidas é muito sensível à precisão e faixa de valores dos poucos dados publicados relacionados aos mecanismos de *sputtering*. Recentemente várias técnicas nucleares se mostraram eficientes como metodologias alternativas para determinação quantitativa do hidrogênio. Mais, especificamente, a análise pela detecção do recuo elástico (ERDA) tem demonstrado grande potencial para análise quantitativa e localização de hidrogênio e seus isótopos (Bott et al., 1995). Todos estes métodos têm em comum o inconveniente de exigirem equipamentos sofisticados ou volumosos para sua realização, tornando difícil sua aplicação diretamente nos equipamentos ou dispositivos em que deve ser medido o índice de contaminação por hidrogênio na indústria. Existem sistemas invasivos de medição de hidrogênio, os quais se utilizam de sondas introduzidas através da parede de reatores industriais. Estes, entretanto, apresentam pouca reprodutibilidade de resultados e pouca confiabilidade no uso.

O hidrogênio ao penetrar em um metal ou liga metálica é solubilizado em função do potencial de ionização do metal (Völkl, Alefeld, 1978). Se o potencial de ionização for superior a um valor crítico, 7eV, como é o caso dos metais de transição tais como, Ni, Fe, Pd e outros elementos do grupo VIII da tabela periódica, o hidrogênio será solubilizado na forma protônica. Caso o potencial de ionização seja inferior a 7eV, o hidrogênio receberá um elétron por átomo e poderá haver a formação moléculas gasosas ou de hidretos estáveis.

A utilização neste trabalho de ligas metálicas amorfas deve-se ao fato de que elas absorvem grande quantidade de hidrogênio quando comparadas, por exemplo, ao paládio como é mostrado na Tabela 1 (Santos, Miranda, 1998).

Tabela 1-Difusibilidade, Permeabilidade e Solubilidade do Hidrogênio em metais e ligas metálicas.

Material	$D_{ap}$ ( $m^2 \cdot s^{-1}$ )	$P_{\infty}$ ( $molHm^{-1}s^{-1}$ )	$S_{ap}$ ( $molHm^{-3}$ )	T ( $^{\circ}C$ )
Ni	$4,4 \times 10^{-14}$	$5 \times 10^{-12}$	113	40
Pd	$6,3 \times 10^{-11}$	$2,0 \times 10^{-8}$	310	40
Aço C-P	$6,75 \times 10^{-10}$	$8,8 \times 10^{-11}$	0,13	27
$Fe_{78}B_{18}Si_4$	$4,1 \times 10^{-15}$	$1,6 \times 10^{-12}$	380	40
$Ni_{81}P_{19}$	$1,2 \times 10^{-14}$	$5,1 \times 10^{-11}$	4250	40

As ligas amorfas apresentam ainda uma resistividade elétrica 3 a 4 vezes maior que a dos metais cristalinos, bem como baixa perda magnética (ligas de ferro) para campos magnéticos alternados.

Com base na constatação de que a presença do hidrogênio em forma protônica, molecular ou de hidretos nos metais cristalinos ou nas ligas amorfas altera as características mecânico-metalúrgicas destes materiais, procurou-se verificar que influências ocorrem em outras propriedades físicas, tais como as propriedades elétricas.

Este trabalho tem como objetivo estudar o efeito do hidrogênio nas propriedades elétricas de ligas metálicas amorfas absorvedoras de hidrogênio através de medidas de Efeito Hall, para verificar a viabilidade do uso destes materiais como sensores em detectores de hidrogênio.

## 2. Procedimentos Experimentais

Neste trabalho são investigadas as seguintes propriedades elétricas: mobilidade de portadores,  $\mu$ , e condutividade,  $\sigma$ , das ligas metálicas amorfas  $Ni_{81}P_{19}$  e  $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$ , fabricadas por solidificação rápida usando equipamento de "melt spinning". Estas mesmas medidas realizadas em amostras de paládio cristalino foram utilizadas para aferição e calibração do processo. Foram utilizadas fitas de vidros metálicos com 25,4 mm de largura e espessuras de 55  $\mu m$  ( $Ni_{81}P_{19}$ ) e 25  $\mu m$  ( $Fe_{40}Ni_{38}Mo_4B_{18}$ ) e amostras de paládio laminadas a frio, com espessura de 350  $\mu m$ .

### 2.1. Medidas de Resistência Elétrica

Numa primeira abordagem procurou-se caracterizar os efeitos do hidrogênio através de medidas de resistência elétrica devido a facilidade de implementação do processo e de preparação de amostras.

As amostras consistiam de resistências ôhmicas construídas a partir de fitas de mesma largura (2mm) e mesmo comprimento de paládio e  $Ni_{81}P_{19}$ .

### 2.2. Medidas de Efeito Hall

Quando elétrons (ou lacunas) se movem em uma placa condutora imersa em um campo magnético, Figura 1, elas estão sujeitas à força de Lorentz (Resende, 1996):

$$F = q (E + v \times B) \tag{1}$$

Onde q é a carga, E é o campo elétrico,  $v$  é a velocidade e  $B$  é o campo magnético.

Nesta equação, a componente de força elétrica qE tem a mesma direção do campo elétrico,  $E_L$ , enquanto a componente magnética  $v \times B$  é transversal a ela. Isto provoca o deslocamento das cargas elétricas em direção perpendicular a  $E_L$  com o aparecimento de uma componente de campo elétrico transversal  $E_T$ .

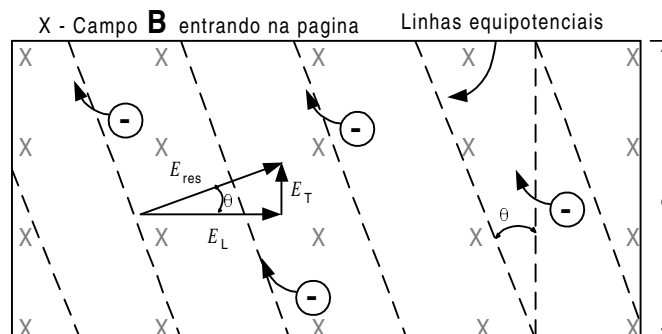


Figura 1- Arranjo para a medição do Efeito Hall em uma amostra de material condutor.

Em regime estacionário a intensidade da componente transversal do campo deve ser tal que (Resende, 1996):

$$E_T = (\mathbf{v} \times \mathbf{B})_T \quad (2)$$

O aparecimento deste campo transversal é chamado de efeito Hall. A tensão transversal é chamada tensão Hall, sendo dada pela expressão:

$$V_H = \frac{IB}{qnt} = R_H \frac{IB}{t} \quad (3)$$

Onde I é a corrente, B é a intensidade da componente de campo magnético transversal à corrente, q é a carga dos portadores, n é a concentração de portadores, t é a espessura da amostra e,

$$R_H = \frac{1}{qn} \quad (4)$$

é o coeficiente Hall.

Em um condutor a densidade de corrente em função do campo elétrico aplicado é dada por (Balanis, 1989):

$$\mathbf{J} = \sigma_n \mathbf{E} + \sigma_p \mathbf{E} = \sigma_{total} \mathbf{E} \quad (5)$$

Onde:

$\mathbf{J}$  é a densidade de corrente,  $\sigma_n$  é a condutividade para cargas negativas,  $\sigma_p$  é a condutividade para cargas positivas e  $\mathbf{E}$  é o campo elétrico aplicado.

Assumindo-se inicialmente que há apenas um tipo de portador, a mobilidade será dada por (Hemenway, 1962):

$$\mu = \frac{E_T}{E_L B} \quad (6)$$

Onde,  $\mu$  é a mobilidade do portador,  $E_T$  é a intensidade do campo elétrico transversal e  $E_L$  a do campo elétrico longitudinal.

Neste caso, a equação (5) pode ser reescrita como:

$$\mathbf{J} = nq\mu \mathbf{E}_L \quad (7)$$

Das eqs. (6) e (7), obtém-se:

$$E_T = \mu E_L B = \frac{J}{ne} B = R_H JB \quad (8)$$

Donde, finalmente a expressão do coeficiente Hall em termos do campo transversal:

$$R_H = \frac{1}{nq} = \frac{E_T}{JB} \quad (9)$$

As medidas de Efeito Hall foram realizadas em amostras com a geometria mostrada na Figura 2, para o método dos seis pontos. As medidas efetuadas por este processo foram confirmadas por medidas efetuadas pelo método de Van der Pawl seguindo-se o padrão ASTM (ASTM Designation F76, 1999).

As correntes elétricas necessárias ao experimento foram obtidas com o emprego de baterias para reduzir o ruído introduzido por fontes de corrente eletrônicas, tendo em vista que os níveis de tensão Hall envolvidos em amostras metálicas são da ordem de nano-Volts.

As medições foram realizadas com as amostras inicialmente não hidrogenadas e repetidas após a hidrogenação. As amostras hidrogenadas foram resfriadas após o carregamento com hidrogênio, sendo todas a medidas de efeito Hall realizadas a 0°C nas amostras sem e com hidrogênio. Foram utilizados ímãs permanentes de Nd-Fe-B com intensidade de campo magnético de 0,5 Tesla. Para as medidas de tensão e corrente elétrica foram utilizados um nanovôltemetro Keithley modelo 181 e um Eletrometro Keithley modelo 614, com precisão de pA.

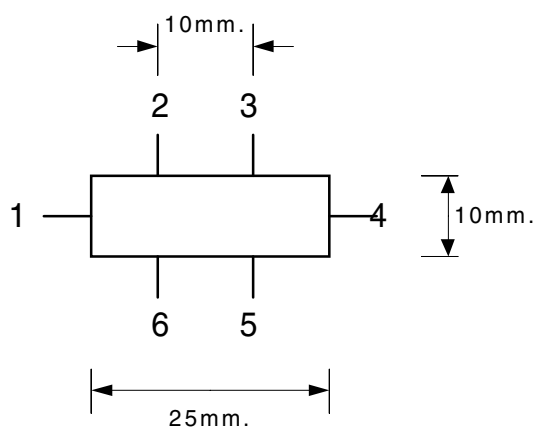


Figura 2 –Geometria das ligações das amostras para experiências de Efeito Hall.

O esquema utilizado nas medidas está mostrado na Figura 3.

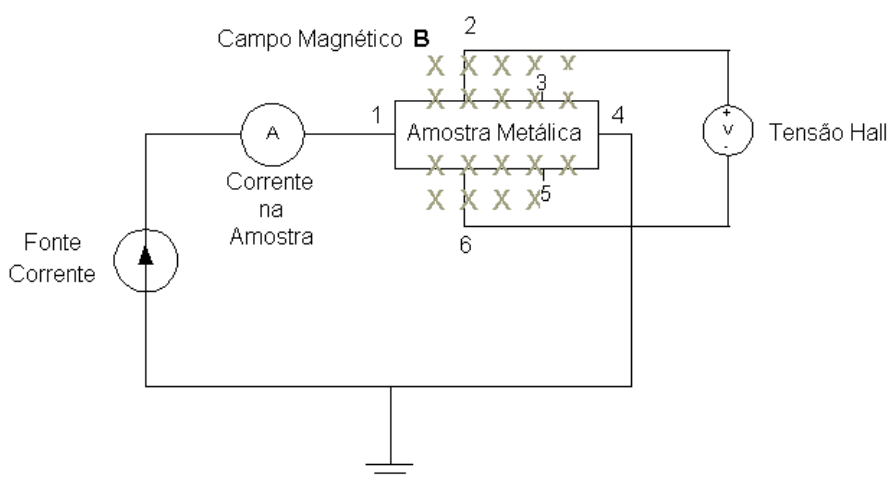


Figura 3. Montagem esquemática do aparato de medidas de Efeito Hall.

### 2.2. Hidrogenação

A hidrogenação das amostras foi realizada por dois processos diferentes. Nas medidas de resistência utilizou-se a hidrogenação por processo eletrolítico com solução de NaOH, 0,1 molar, procedimento mais adequado ao tamanho das amostras utilizadas neste caso. Nas medidas de efeito Hall foi utilizada a via gasosa em atmosfera de hidrogênio a 90°C com pressão de 2 atmosferas durante 80 minutos para as duas ligas amorfas de Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub> e Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>.

### 3. Resultados

A Tabela 2 mostra as medidas de resistência elétrica de amostras não hidrogenadas e hidrogenadas para o Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub> e Pd cristalino. A menor resistência do Pd se deve à menor resistividade deste material e à maior espessura da amostra utilizada.

Tabela 2 –Resistência elétrica em amostras não hidrogenadas e hidrogenadas.

Material	Resistência Elétrica [Ω]		Variação da resistência elétrica	
	Amostras não hidrogenadas	Amostras hidrogenadas	ΔR	ΔR %
Ni <sub>81</sub> P <sub>19</sub>	74,30	73,90	- 0,40	- 0,5 %
Pd cristalino	1,32	1,46	+ 0,14	+ 10,8 %

Este experimento objetivou comprovar as previsões de que a hidrogenação afeta de forma diferente a resistividade de materiais amorfos e cristalinos; na amostra de paládio ocorreu um aumento significativo de resistência e no Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub>

houve uma ligeira diminuição. O comportamento observado no paládio está de acordo com o que se espera para este metal cristalino. A introdução de hidrogênio cria defeitos pontuais que interferem com a mobilidade dos elétrons. O Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub>, por ser amorfo, já possui grande densidade de defeitos na sua estrutura sendo, por isso, pouco sensível à presença dos novos defeitos introduzidos pelo hidrogênio. Isto motivou a realização dos experimentos de efeito Hall, na tentativa de melhor discriminar os efeitos do hidrogênio nas propriedades elétricas dos materiais amorfos.

As medidas de efeito Hall permitiram determinar o coeficiente Hall, R<sub>H</sub>, a mobilidade, μ e a condutividade, σ, em cada um dos materiais estudados. Os resultados estão apresentados nas Tabelas 3, 4 e 5.

Tabela 3- Resultados de medidas de efeito Hall obtidos com Paládio 99,99% laminado a frio para calibrar o aparato de medida.

Pd cristalino	Coeficiente Hall, R <sub>H</sub> [m <sup>3</sup> C <sup>-1</sup> ]×10 <sup>-10</sup>	Mobilidade, μ [m <sup>2</sup> V <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> ]×10 <sup>-4</sup>	Condutividade, σ [S m <sup>-1</sup> ]
Não hidrogenado	- 6,74	6,08	902.461

Tabela 4- Resultados de medidas de efeito Hall obtidos com a liga amorfa Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>.

Fe <sub>40</sub> Ni <sub>38</sub> Mo <sub>4</sub> B <sub>18</sub>	Coeficiente Hall, R <sub>H</sub> [m <sup>3</sup> C <sup>-1</sup> ]×10 <sup>-8</sup>	Mobilidade, μ [m <sup>2</sup> V <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> ]×10 <sup>-2</sup>	Condutividade, σ [S m <sup>-1</sup> ]
Não hidrogenado	- 4,07	2,24	551.364
Hidrogenado	- 3,91	2,16	553.119

Tabela 5- Resultados de medidas de efeito Hall obtidos com Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub>.

Ni <sub>81</sub> P <sub>19</sub>	Coeficiente Hall, R <sub>H</sub> [m <sup>3</sup> C <sup>-1</sup> ]×10 <sup>-9</sup>	Mobilidade, μ [m <sup>2</sup> V <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> ]×10 <sup>-3</sup>	Condutividade, σ [S m <sup>-1</sup> ]
Não hidrogenado	- 4,40	3,69	838.926
Hidrogenado	+ 0,28	0,23	833.430

#### 4. Discussão

As medidas de efeito Hall foram extremamente úteis para discriminar os efeitos do hidrogênio em dois tipos de materiais amorfos, um não formador de hidretos, Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub>, e outro formador de hidreto amorfo, Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>. Note-se que medidas de efeito Hall em ligas metálicas amorfas não são comumente encontradas na literatura, principalmente nestes materiais contendo hidrogênio.

Na Tabela 6 são mostrados os valores das densidades de portadores nas amostras utilizadas no experimento, antes e depois da hidrogenação, bem como o valor provável de hidrogênio em solução sólida, em mol.H.m<sup>-3</sup>.

Tabela 6- Densidade de portadores obtida através de medidas de efeito Hall.

Material	Portadores sem Hidrogênio (m <sup>-3</sup> )	Portadores com Hidrogênio (m <sup>-3</sup> )	Valor provável de hidrogênio (mol.H.m <sup>-3</sup> )
Ni <sub>81</sub> P <sub>19</sub>	1,42×10 <sup>27</sup>	2,23×10 <sup>28</sup>	≈ 34.000
Fe <sub>40</sub> Ni <sub>38</sub> Mo <sub>4</sub> B <sub>18</sub>	1,53×10 <sup>26</sup>	1,60×10 <sup>26</sup>	≈10

Pode-se verificar que houve um aumento muito mais significativo no número de portadores no Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub> do que no Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub> hidrogenados. Isto está de acordo com os valores de difusibilidade do hidrogênio nestes materiais e o fato de a liga Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub> utilizar grande parte da concentração em hidrogênio na formação de hidreto. Medidas eletroquímicas a 40°C indicaram que a difusibilidade do hidrogênio no hidreto do Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub> é igual a 6.0 x 10<sup>-15</sup> m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> (Santos, Miranda, 2001) e no Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub>, vale 1,6 x 10<sup>-14</sup> m<sup>2</sup>.s<sup>-1</sup> (Santos, Miranda, 1998). Por isso, a quantidade de hidrogênio introduzida no Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub> é muito superior àquela presente no Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>. Vale ressaltar que a técnica baseada na medida de efeito Hall nestes materiais metálicos é sensível o suficiente para detectar 10 moles de hidrogênio por metro cúbico do Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>. Mesmo com esta quantidade pequena de hidrogênio, há formação de hidreto numa camada superficial do Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>, que é exatamente onde o efeito Hall mede a mobilidade de portadores. A formação deste hidreto superficial é detectada pela medida de mobilidade de portadores positivos mostrada na Tabela 7. Observa-se nesta tabela que a mobilidade de portadores positivos no Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub>, no qual não há formação de hidretos, é cerca de 1000 vezes menor que a mobilidade destes portadores no Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>. Isto indica a participação de prótons no processo de condução do Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub> (Gutierrez, 1998). No Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>, por outro lado, a relação entre mobilidade de portadores positivos e negativos está numa faixa correspondente à condução por lacunas (Balanis, 1989).

Tabela 7- Valores de mobilidade de portadores positivos obtidas de medidas de efeito Hall.

Material	Mobilidade de portador positivo, $\mu_p$ , ( $m^2V^{-1} s^{-1}$ )	Condição de hidrogenação
Ni <sub>81</sub> P <sub>19</sub>	$1,63 \times 10^{-6}$	90°C, 2 atm., 80 min.
Fe <sub>40</sub> Ni <sub>38</sub> Mo <sub>4</sub> B <sub>18</sub>	$1,74 \times 10^{-3}$	

## 5. Conclusões

Este trabalho demonstrou a viabilidade e a utilidade do uso de medidas de efeito Hall na caracterização do comportamento do hidrogênio em ligas metálicas amorfas. Verificou-se que é uma metodologia de uso simples, precisa e de grande sensibilidade, quando comparada a outros métodos de caracterização dos efeitos do hidrogênio nesses materiais. Além disso, a determinação do coeficiente Hall e da mobilidade de portadores, permitiu a obtenção de parâmetros tais como, a densidade e a polaridade dos portadores de carga envolvidos no processo de condução elétrica e o teor de hidrogênio em solução sólida no material, que são de fundamental importância na implementação de sensores para a detecção e quantificação de hidrogênio em materiais e processos industriais. O método também possibilitou a detecção da participação de prótons como portadores de carga no processo de condução elétrica no Ni<sub>81</sub>P<sub>19</sub> e a presença de hidretos metálicos, ainda que amorfos, numa matriz também amorfa de Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub>.

## 6. Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio laboratorial por parte de Sérgio Pinheiro de Oliveira e Luiz Alberto da Cunha Bustamante, assim como o apoio financeiro à esta pesquisa por parte das seguintes instituições: FINEP (projeto RECOPE no. 33.749.086/0001-09), CNPq (projetos nos. 523298/96-0; 467256/00-4); e FAPERJ (projeto no. E-26/151.944/2000).

## 7. Referências

- Lesage, J.; Chicot, D.; Bartier, O.; Zampronio, M. A.; Miranda, P. E. V.; 2000, "Influence of Hydrogen Contamination on the Tensile Behavior of Plasma Ion Nitrided Steel". *Materials Science and Engineering A*, Vol. 282, no. 1-2, 203-212.
- Bott, A.H.; Suita, J.C.; da Silva, A.G.; Miranda, P.E.V.; 1995, "Hydrogen-Helium Scattering Cross-Sections for Transmission Elastic Recoil Detection Analysis". *Surface and Coatings Technology*, pp. 257-260, fascículos 2/3, vol. 70.
- Alefeld, G.; Völkl, J, 1978, "Hydrogen in Metals", *Topics in Applied Physics*, Springer-Verlag, New York,.
- Santos, D. S; Miranda, P. E. V., 1998, "Hydrogen Solubility in Amorphous and Crystalline Materials" *Int. J. Hydrogen Energy*, Vol. 23, no. 11, pp. 1011 -1017.
- Santos, D. S; Miranda, P. E. V., 2001, "Hydrogen Diffusivity in Fe<sub>40</sub>Ni<sub>38</sub>Mo<sub>4</sub>B<sub>18</sub> Amorphous Alloys", Submetido para publicação em *Journal of Alloys and Compounds*.
- Resende, 1996 "A Física de Materiais e Dispositivos Eletrônicos" Ed. da UFP, Recife.
- ASTM Designation F76, *Annual Book of ASTM Standards*, 1999, "Standard Test Methods for Measuring Resistivity and Hall Coefficient and Determining Hall Mobility in Single-Crystal Semiconductors", Vol. 10.05.
- Balanis, C. A., 1989, "Advanced Engineering Electromagnetics" Ed. John Wiley & Sons, Inc. New York, USA.
- Hemenway, C. L.; Henry, R.W.; Caulton, M., 1962, "Physical Electronics", Ed. John Wiley & Sons, Inc. New York, USA.
- Gutiérrez, F. F., Ruiz-Salvador, A R. M'Peko, J. C., 1998, "Proton mobility calculations in the presence of negative capacitances", *Europhysics Letters*, 44 (2), pp.211-215.
- Bordalo, S.N., Ferziger, J.H. and Kline, S.J., 1989, "The Development of Zonal Models for Turbulence", *Proceedings of the 10th Brazilian Congress of Mechanical Engineering*, Vol.1, Rio de Janeiro, Brazil, pp. 41-44.

## Charge Mobility in $\text{Ni}_{81}\text{P}_{19}$ and $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{38}\text{Mo}_4\text{B}_{18}$ Hydrogenated and Non-Hydrogenated Amorphous Alloys

J. S. Coutinho Filho, Marcos Proença

Universidade Tuiuti do Paraná

[jscfrj@terra.com.br](mailto:jscfrj@terra.com.br), [marcos.proenca@utp.br](mailto:marcos.proenca@utp.br)

A. Mesquita, P. E. V. De Miranda

COPPE/UFRJ

[mesquita@coe.ufrj.br](mailto:mesquita@coe.ufrj.br); [pmiranda@labh2.coppe.ufrj.br](mailto:pmiranda@labh2.coppe.ufrj.br)

P. P. L. M. Canazio, C. L. Ferreira

IME-RJ

[ppaulo@aquarius.ime.eb.br](mailto:ppaulo@aquarius.ime.eb.br)

**Abstract.** *The use of Hall effect measurements on the characterization of the behavior of hydrogen in metallic amorphous alloys is investigated. It was verified that it is an accurate, precise and simple methodology to be used, as compared to other methods of characterization. The determination of Hall coefficient and of charge mobility enables to obtain parameters such as the density and the polarity of charge carriers participating in the electrical conduction process and the amount of hydrogen in solid solution in the material. These properties are of interest to develop sensors to detect the role of protons as charge carriers in the electric conduction in  $\text{Ni}_{81}\text{P}_{19}$  and the presence of metallic hydrides, even if they are amorphous, in a  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{38}\text{Mo}_4\text{B}_{18}$  amorphous matrix as well.*

**Key words:** *hydrogen, metallic glasses, charge mobility, Hall effect, proton currents*

## CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ DE ALUMÍNIO AA6061 REFORÇADOS COM ALUMINETOS DE TITÂNIO

**César Edil da Costa**

Centro de Ciências Tecnológicas – CCT/FEJ-UDESC  
Departamento de Engenharia Mecânica  
Campus Universitário  
89223-100 – Joinville/SC  
dem2cec@joinville.udesc.br

**Jeannette S. Quidel Espinoza**

pos6jsqe@joinville.udesc.br

**Eduardo Luis de Carvalho**

carvalho@expresso.com.br

**Resumo.** O desenvolvimento de materiais compósitos está em plena expansão, já com um grande interesse da indústria na utilização destes materiais. As matrizes mais utilizadas são a base de alumínio, principalmente em função de seu baixo peso. Como reforços além dos tradicionais cerâmicos ( $Al_2O_3$  e SiC), tem-se dado uma maior importância aos intermetálicos. Neste trabalho pretende-se caracterizar detalhadamente compósitos de matriz da liga de alumínio AA6061 com alto e baixo conteúdo em magnésio e utilizando como reforço aluminetos de titânio. A consolidação dos compósitos foi realizada através de extrusão a quente. Já a caracterização foi feita desde o ponto de vista das propriedades mecânicas e microestrutural através de microscopia ótica e eletrônica. Os resultados obtidos são muito promissores, resultando em um aumento da resistência mecânica em função da quantidade de reforço e com uma distribuição homogênea da fase dispersa.

**Palavras chave:** Compósitos, Alumínio, Metalurgia do pó, intermetálicos

### 1. Introdução

Os materiais compósitos de matriz metálica chegaram a converter-se em um dos âmbitos da pesquisa mais importante no campo da ciência e engenharia dos materiais desde o início dos estudos na década de 60, baseados nas grandes expectativas de aplicações futuras, como materiais com um conjunto de propriedades obtidas até agora mediante transformações de materiais ou técnicas de processamento e tratamentos em produtos convencionais. Não obstante todo o trabalho de pesquisa realizado até a atualidade pela comunidade científica, a grande quantidade de possíveis combinações reforço/matriz assim como a própria natureza destes materiais conlevam a grandes dificuldades em seu estudo, traduzindo-se em uma grande dispersão de resultados (Amigó, 1999; Ashby, 1993 e Eric, 1986).

Recentemente materiais compósitos de matriz de alumínio (principalmente matrizes de ligas endurecíveis por precipitação como das séries 2XXX, 6XXX e 7XXX), começaram a ser utilizados em aplicações em que boas características mecânicas e baixo peso específico são desejáveis devido a que reúnem ambas características em um só material. A aplicabilidade destes materiais se baseia na melhora das propriedades mecânicas a elevadas temperaturas assim como a resistência ao desgaste sobre as ligas convencionais sem reforçar. Deste modo, a indústria do transporte foi a primeira a introduzir este tipo de materiais em etapas de produção, tendo vários exemplos na indústria automobilística como ferroviária. Este interesse ressalta a utilização destes materiais precisamente em peças submetidas tanto a solicitações mecânicas como térmicas e que além disso um bom comportamento ao desgaste (Hehmann, 1994; Lindroos, 1995 e Raganath, 1997).

Os reforços comumente pesquisados e utilizados se baseiam fundamentalmente em partículas, fibras curtas ou fibras longas de alumina ou carbetos de silício, por serem materiais com elevada dureza, grande estabilidade térmica e com preço relativamente baixo. Entretanto nos últimos anos surgiram novos candidatos para a realização das funções de reforço, como por exemplo nitretos, boretos, e outros óxidos e carbonetos. Por outro lado, nestes últimos anos ocorreu paralelamente o desenvolvimento de novos materiais de elevadas características mecânicas e estabilidade térmica como são os intermetálicos, que os converte em candidatos idôneos para serem utilizados como reforço neste tipo de compósitos (Harris, 1994 e Da Costa, 1998).

Estudos realizados utilizando aluminetos de níquel indicam um comportamento muito bom, relativo às reações entre a matriz e o reforço, formando fases intermetálicas intermediárias, favorecendo principalmente a resistência ao desgaste (Da Costa, 1998 e Ruiz-Navas, 1999).

Devido a sua baixa densidade e elevadas propriedades mecânicas, sobretudo em solicitações que impliquem altas temperaturas, os aluminetos de titânio  $Ti_3Al$  e  $TiAl$  têm sido considerados como um dos candidatos com maior interesse em aplicações que exijam alto desempenho. Os possíveis usos se centram na indústria aeroespacial e principalmente em elementos de turbinas submetidos a elevadas temperaturas, onde substituiriam as superligas a base níquel, conseguindo-se uma economia de peso importante. A utilização destes reforços vem justamente da possibilidade



de utilizarmos materiais com baixa densidade e que favorecessem a resistência ao desgaste de compósitos base alumínio (Amigo, 1999 e Busquet, 2000).

O objetivo deste trabalho é o estudo de compósitos base liga de alumínio AA6061 reforçados com  $Ti_3Al$  obtidos via solidificação rápida e síntese reativa, consolidados através de extrusão direta.

**2. Materiais e métodos**

As matérias-primas utilizadas no desenvolvimento da pesquisa foram as seguintes: liga utilizada como matriz AA6061 de baixo teor em elementos de liga, com uma variação quanto ao conteúdo de magnésio de 0,2% considerando como a liga com baixo conteúdo(b) e 1,0% considerando como liga com alto magnésio (a). Ligas estas fabricadas por atomização pela ALPOCO/Inglaterra (tab. 1).

Os compósitos foram obtidos a partir da adição de 5, 10 e 20% de  $Ti_3Al$  obtidos por solidificação rápida (RST) e 5, e 10% de  $Ti_3Al$  por síntese reativa (RB), ambos fornecidos pela Goodellow/Inglaterra. A liga com baixo conteúdo em magnésio foi utilizada como matriz apenas para os reforços obtidos por solidificação rápida. A homogeneização dos reforços com a matriz foi obtida por mistura manual por um tempo de 20 minutos, e caracterizados desde o ponto de vista das propriedades mecânicas (tração) e microestrutural através de microscopia ótica e eletrônica.

A consolidação foi feita através do processo de extrusão a uma temperatura de 530°C e pressão máxima de 350 MPa.

Tabela 1 – Composição química da liga AA6061.

AA6061 modificada com baixo magnésio e alto cobre		AA6061 alto magnésio	
Análise química	%	Análise química	%
Fe	0,06	Fe	0,04
Si	0,74	Si	0,63
Mg	0,19	Mg	1,04
Cu	1,0	Cu	0,23
Cr	0,22	Cr	0,21
outros	<0,3	outros	<0,3
Granulometria = + 75 $\mu m$ = 0,23 % - 75 $\mu m$ = balanço		Granulometria = + 75 $\mu m$ = 0,5 % - 75 $\mu m$ = 99,5 %	

**3. Apresentação e discussão dos resultados**

O processo de extrusão demonstrou-se efetivo para a obtenção de um produto coeso, isento de porosidades e com uma homogênea dispersão das partículas de alumineto de titânio.

Com o estudo através de microscopia ótica (fig. 1 e 2) podemos verificar uma liga base isenta de porosidades e com uma homogênea dispersão da fase de reforço na matriz, independentemente da quantidade de partículas adicionadas.

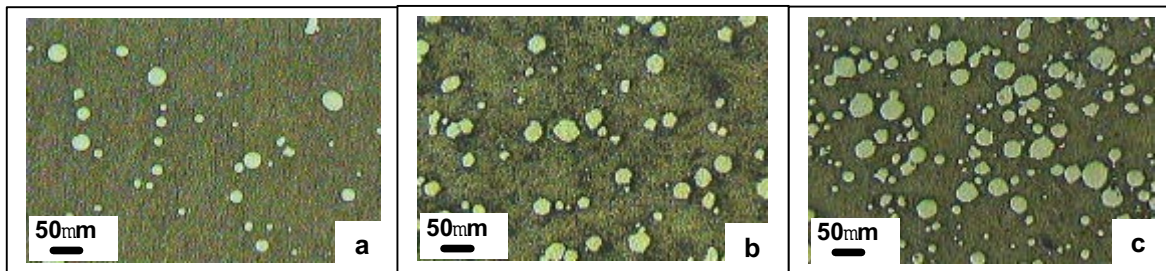


Figura 1- Microestrutura do compósito AA6061 + (a) 5% de  $Ti_3Al$  RST; (b) 10% de  $Ti_3Al$  RST e (c) 20% de  $Ti_3Al$  RST.

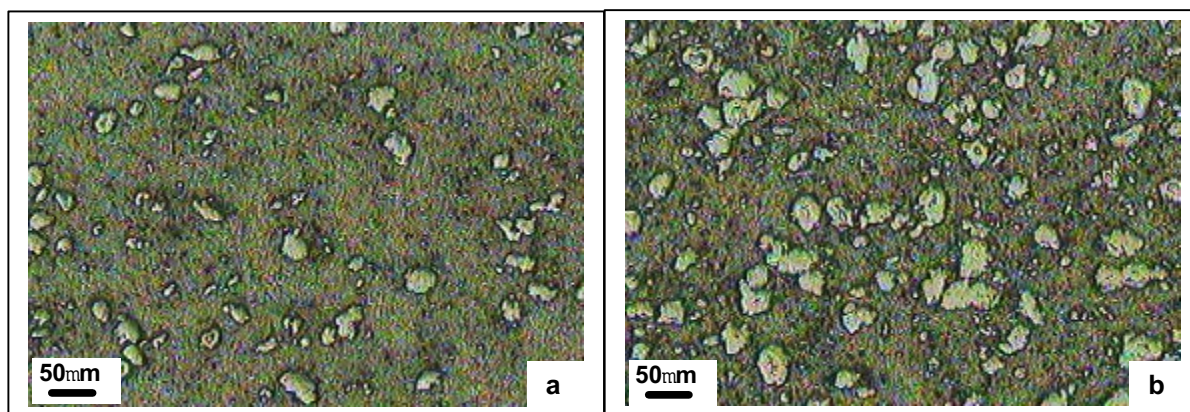


Figura 2- Microestrutura do compósito AA6061 + (a) 5% de Ti<sub>3</sub>Al RB; (b) 10% de Ti<sub>3</sub>Al RB.

A figura 3 mostra o estudo via microscopia eletrônica de varredura dos compósitos. Observa-se reações interfaciais entre o reforço e a matriz para o caso do reforço obtido por RST e reações no próprio reforço obtido por RB. Estes resultados estão de acordo com estudos realizados por Da Costa, 1998, com aluminetos de níquel. A tendência destas reações é serem mais intensas para os reforços com morfologia mais irregular como é o caso do reforço obtido por síntese reativa. Já para os reforços esféricos as reações são menos intensas e permitem um maior controle quanto a intensidade destas reações.

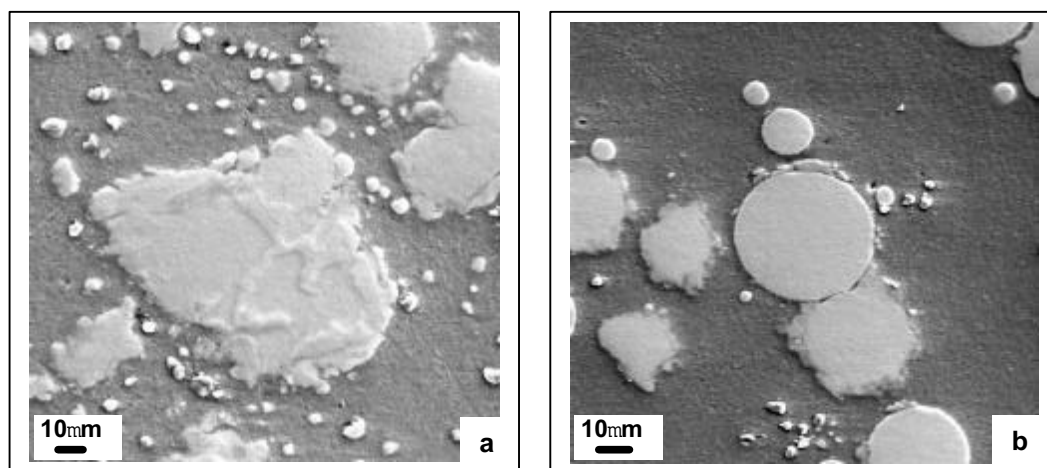


Figura 3- Microestrutura do compósito AA6061 + (a) Ti<sub>3</sub>Al RB; (b) Ti<sub>3</sub>Al RST.

Após os ensaios de tração foi realizado um estudo fractográfico das amostras ensaiadas, sendo nas mostradas nas fig. 4 a e b.

As estruturas de ambos compósitos apresentam uma clara aparência de fratura dúctil, com grande quantidade de cavernas próprias deste tipo de fratura. Cabe destacar a formação de cavernas de grande tamanho e de pequeno tamanho com diferentes profundidades. Para ambos casos se encontram homogeneamente distribuídas em toda a superfície da fratura, o que indica que foram produzidas por um mecanismo próprio da matriz de alumínio e não causados por defeitos particulares ou dos reforços.

Já a presença de reforços modificam este comportamento principalmente nas interfaces matriz/reforço. Em primeiro lugar verifica-se a ruptura em torno da partícula permanecendo esta intacta. Em alguns poucos casos é observada a ruptura das partículas evidenciando uma forte interação com a matriz. Para os reforços obtidos por solidificação rápida que apresentam um morfologia esférica é mais fácil de ocorrer a ruptura na matriz em torno da partícula. Já para o caso de partículas de reforço obtidas por síntese reativa com uma morfologia irregular favorece a incrustação na matriz, sendo evidenciado por uma maior coesão.

A figura 5 apresenta os resultados de tração para os diferentes compósitos obtidos, considerando quantidade e tipo de reforço.

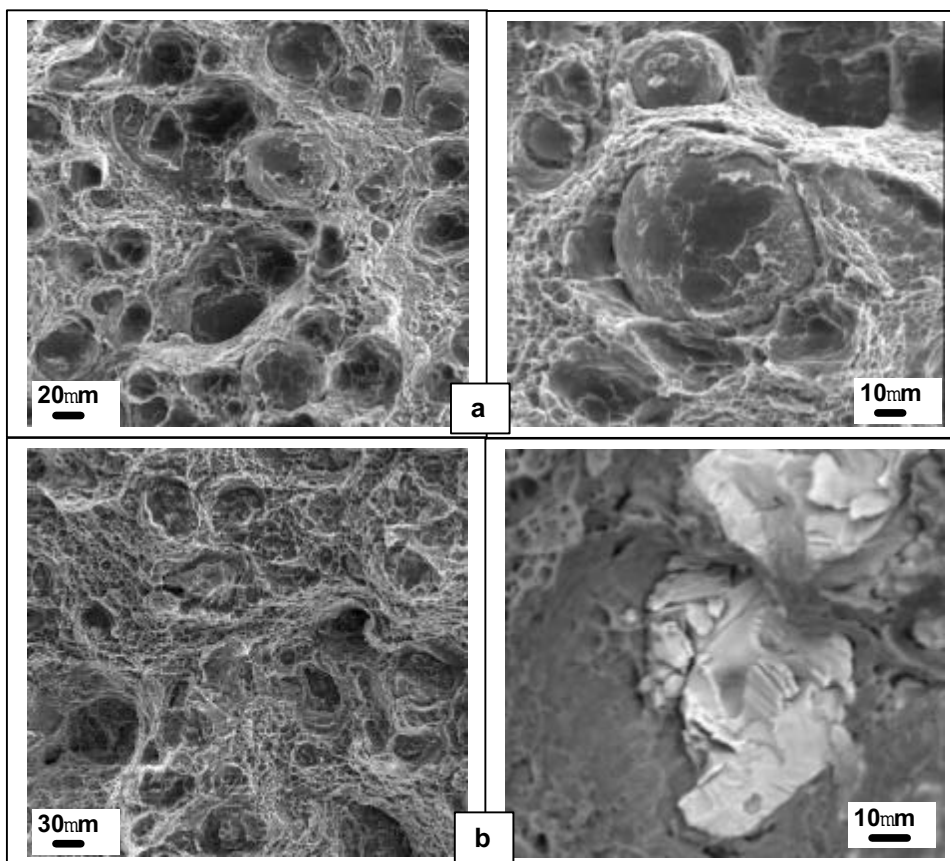


Figura 4- Fractografia do compósito AA6061 + (a)Ti<sub>3</sub>Al RST; (b)Ti<sub>3</sub>Al RB.

Quanto a quantidade de magnésio presente na matriz, não se verifica uma variação quanto a resistência a ruptura, sendo talvez esta propriedade modificada com tratamentos térmicos em que estaríamos alterando as características de resistência da matriz pelo processo de precipitação das fases, em que o comportamento mecânico é predominantemente caracterizado pela matriz.

Para a adição de reforços de mesma composição mas com geometrias diferentes resultantes do processo de fabricação observa-se um pequeno aumento principalmente quando avaliarmos percentuais de 5 % de 205 MPa para 215 MPa, evidenciando o maior agarramento das partículas irregulares na matriz dúctil. Quando avaliamos a influência da quantidade de reforço verifica-se um aumento com o aumento da fase dispersa ocorrendo um pico para o caso da dispersão de 20% de Ti<sub>3</sub>Al.

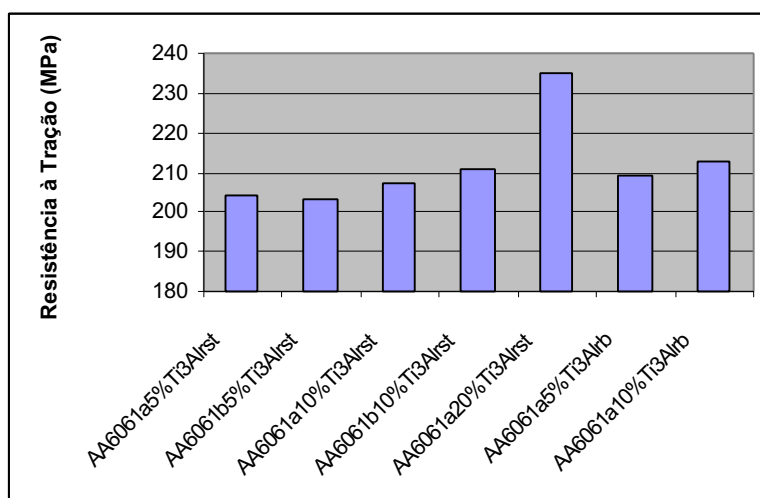


Figura 5- Resistência à tração dos compósitos.

#### 4. Conclusões

- As condições utilizadas para o processo de consolidação por extrusão resulta em um produto coeso e de baixo custo por utilizar uma técnica convencional para ligas de alumínio.
- A análise microestrutural mostra uma distribuição homogênea da fase de reforço na matriz da liga AA6061.
- O estudo fractográfico evidencia as condições de ruptura envolvidas nos materiais analisados, apresentado características de fratura dúctil na matriz de alumínio, e para os compósitos ocorre ruptura na interface para a morfologia esférica própria de materiais obtidos por solidificação rápida, enquanto que para o reforço irregular ocorre um agarramento mecânico maior.
- A resistência mecânica apresenta um pequeno incremento quanto a morfologia de reforço utilizado, sendo favorável à forma irregular. Quanto maior a quantidade de reforço adicionada ocorre um incremento maior para a resistência à tração.
- Não se encontrou nenhuma evidência da influência quanto ao percentual de magnésio na matriz, sendo necessário um estudo detalhado destes materiais com tratamentos térmicos.

#### 5. Referências

- Amigó, V. Desarrollo de Materiales Compuestos de Matriz de Alumínio por Vía Pulvimetalúrgica. Trabalho de pesquisa apresentado como projeto de defesa de uma Cátedra, 1999.
- Ashby, M.F. "Criteria for Selecting the Components of Composites". *Acta Metall. Mater.* Vol.41, nº5, pp.1313-1335, 1993.
- Busquet, D. Investigación de la interacción Matriz-Partícula em Materiales Compuestos de Matriz de Alumínio Reforzados com Intermetálicos. Influencia en las Características Resistentes. Tese de doutorado defendida na Universidade Politécnica de Valência, Valencia, Espanha, 2000.
- Clyne, T.W. y Withers, P.J. "An Introduction to Metal Matrix Composites". Cambridge University Press. Cambridge, 1993.
- Da Costa, C.E. Obtención de Materiales Compuestos de Matriz de Alumínio Reforzados com Intermetálicos. Estudio y Optimización de la aleación base y los Intermetálicos obtenidos por Aleación Mecânica. Tese de doutorado defendida na Universidade Politécnica de Madrid, Madrid, Espanha, 1998.
- El-Sayed, M.H.; Naka, M. y Schuster, J.C. "Interfacial Structure and Reaction Mechanism of AlN/Ti joints". *Journal of Materials Science*, Vol. 32, pp. 2715-2721, Chapman & Hall, 1997.
- Erich, D.L. "Metal-Matrix Composites Problems, Applications, and Potential in the P/M Industry". *Progress in Powder Metallurgy*, vol.46, pp.45-5, 1986.
- Harris, S.J. "Developments in Particulate and Short Fibre Composites". *AGARD Lectures Series nº 174: New Light Alloys*, pp. 4:1-4:21, 1990.
- Hermann, F. y Froes, F.H. "Advances in Lightweight Non-Ferrous PM Metals". *PM94*, vol. III, pp.1591-1604, Paris, 1994.
- Lindroos, K. y Talvitie, M.J. "Recent Advances in Metal Matrix Composites". *Journal Materials Processing Technology*, 53, pp. 273-284, 1995.
- Ranganath, S. "A Review on Particulate-Reinforced Titanium matrix composites". *Journal of Materials Science*, Vol. 32, pp. 1-16, Chapman & Hall, 1997.
- Ruiz navas, E.M. Materiales Compuestos de Matriz de Alumínio Reforzados com carburos: Optimización del Processo de Obtención via Aleación Mecânica. Tese de doutorado defendida na Universidade Politécnica de Madrid, Madrid, Espanha, 1999.
- Zhu, S.J.; Lu, Y.X.; Wang, Z.G. y Bi, J. "Creep Behaviour of TiB<sub>2</sub>-Whisker and TiC-Particulate Reinforced Ti-6Al-4V Composite at Elevated Temperatures". *Ninth International Conference on Composite Materials (ICCM/9)*, vol. I, pp. 549-556, Madrid, 1993.

## **CHARACTERISATION OF COMPOSITES WITH MATRIX OF ALUMINIUM AA6061 REINFORCED WITH TITANIUM ALUMINIDES**

**César Edil da Costa**

Centro de Ciências Tecnológicas – CCT/FEJ-UDESC

Departamento de Engenharia Mecânica

Campus Universitário

89223-100 – Joinville/SC - Brazil

dem2cec@joinville.udesc.br

**Jeannette S. Quidel Espinoza**

pos6jsqe@joinville.udesc.br

**Eduardo Luis de Carvalho**

carvalho@expresso.com.br

***Abstract.** The development of new composite materials is in full expansion, steamed by a great industrial interest. Mainly due to low weight, aluminium matrices have been used in the process. As reinforcements, besides the traditional ceramics, it has been giving a large importance to intermetallics. This work presents a detailed characterisation of composites based on an aluminium AA6061 matrix with high and low content in magnesium using titanium aluminides as reinforcements. The consolidation of the composites was accomplished by a hot extrusion process. In addition, the characterisation was performed based on the mechanical properties and microstructure through optic and electronic microscopic. Very promising results were obtained, resulting in a homogeneous distribution of the dispersed phase and in an increase of material strength, which was found function of the amount of reinforcement.*

**Keywords.** Composites, Aluminum, powder metallurgy, intermetallics.

# INVESTIGATION OF THE FRICTION COEFFICIENT USING ATOMIC FORCE MICROSCOPY ON CVD DIAMOND SURFACE

**Vladimir Jesus Trava-Airoldi**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais-INPE

**Evaldo José Corat**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais-INPE

**Lucia Vieira Santos**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais-INPE and Instituto Tecnológico da Aeronáutica-ITA

**Nélia Ferreira Leite**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais-INPE

**João Roberto Moro**

Universidade São Francisco-USF

**Abstract.** Nowadays solids lubricants represent an important area of investigation related with mechanical space mechanisms where high vacuum environments is required, and more recently related with other industrial and medical applications. Considering only a set of properties of the CVD diamond, including the hardness and low friction coefficient, this material deserves a special attention for many application related to tribology, especially on micro-mechanics and biological applications. Friction coefficient measurements by AFM technique requires small area, in contrast with the conventional ones that requires large area, and also help us to understand better the fundamental mechanism of friction. In this work it is presented an investigation of friction coefficient distribution measurement on small area of CVD diamond surface. The Atomic Force Microscopy Technique in Lateral Force Mode (LFM) is used. This technique consists of a lateral force acting on very small pyramidal tip attached to the end of a cantilever, promoting its torsion and deflection because of the friction or viscous force on sample surface. Areas from  $200 \times 200 \text{ nm}^2$  up to  $5 \times 5 \text{ } \mu\text{m}^2$  on the sample have been studied. Also, friction coefficient distribution as a function of ambient measurements has been obtained.

**Key words:** CVD diamond, tribology, friction coefficient, atomic force microscopy

## 1. Introduction

CVD diamond is one important area of investigation in the world. It has a singular set of superior properties and is long recognized to be the material of choice for many applications. Because of the challenge to explain the growth mechanism, the spreading of application areas and the simple synthesis processes, it became an interesting area of investigation. Spatial technology area is optimistic about the real possibilities of improving the life time of some materials and by using CVD diamond in spacecraft as heat sinks, protective coating, tribological devices, etc.. Because of its singular properties, easy obtaining, the possibility to be used for many applications, it represents an open area for research and development. The first successful attempts to grow diamond at low pressure were contemporary with the High Pressure High Temperature (HPHT) process development, (Eversole, 1962). However only around 19 years ago CVD diamond became a reality in the world science and technology, Matsumoto et al. (1982). At the end of the last decade the number of the published papers and patents on CVD diamond supplanted HPHT diamond synthesis. It is predicted that at the beginning of this century the number of accumulated papers and patents on CVD diamond will be around five times superior to HPHT diamond, Busch et al (1994). This explosion in the CVD diamond market is a consequence of two facts: the available growth rates and process scaling through the several diamond growth techniques; and the opened way for many applications that attracted considerable world-wide interest in the business communities, (Lux, 1989; Bush, 1994).

Besides, the potentiality of the CVD diamond market considering different kind of tool coating applications, including mechanical, optical, medical, odontological, etc., many works have shown how the theoretical studies are overcoming important stages in order to reach a convincing explanation about the metastable conditions of CVD diamond growth, (Harris, 1993; Spear, 1994).

High-quality diamond coating on pre-shaped parts of different kind of substrate materials and synthesis of free-standing shapes of diamond are now a reality and several areas, and new applications are continuously invented. Most applications of CVD diamond can represent novelty products that are the ones only possible due to the advent of CVD diamond technology. Because of its very low friction coefficient, researches in tribology and wear area is increasing and reaching some impressive applications, (Liu, 1996, Onate, 1998). As it is shown in Fig. 1 the tribology area represent around 13% of all patents deposited in the world.

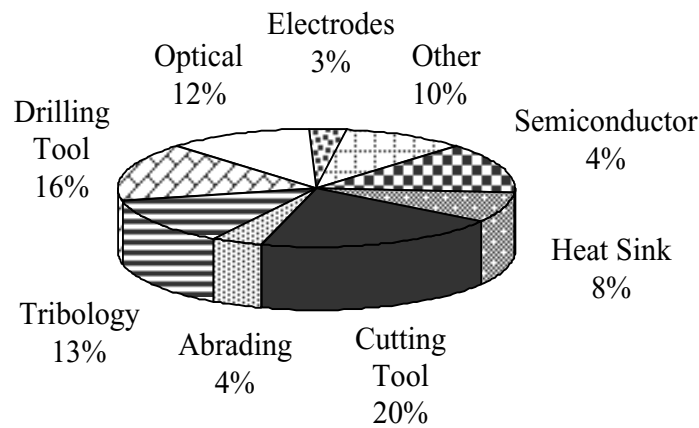


Figure 1. Areas of applications according to published patents

In Brazil, the interest is more apparent for space application in the Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais where this subject has deserved special attention. Some studies initially devoted to space applications areas now converging to other areas like automotive, medical, etc. More specifically, is exactly for space application that tribology and wear area have been exhaustively studied, Trava-Airoldi et al. (1996) as shown in Fig 2.

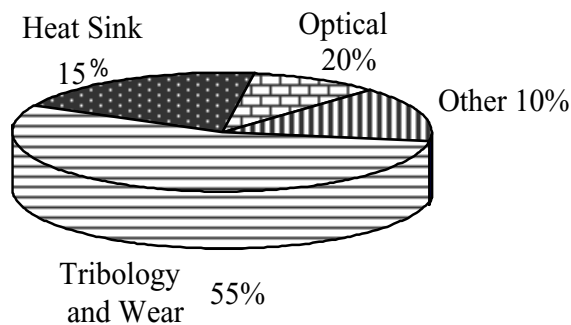


Figure 2. Distribution of the most apparent area for space application according to published papers.

Tribology studies involving diamond is dated from last century, however only a few decades ago some friction measurements have been made on single crystal diamond with a smooth surface, Wilks et al. (1972). More recently tribology properties relating the friction coefficient and wear behavior to the crystallographic phases and carbon contents in CVD diamond films have been studied, (Gangopadhyay, 1993; Liu, 1996). At this time friction and wear measurements were limited to the conventional pin-on-disk or similar equipment, possible only to analyze relatively large tribo-area. Nowadays a new technique for friction and wear measurements based on atomic force microscopy (AFM) have been introduced, (Liu, 1998; Crossley, 1998; Prioli, 1999; Beake, 2000). Using AFM techniques a very small area can be studied and more fundamental information can also be obtained. Especially for CVD diamond films its represent a low cost analysis because of small area on CVD diamond film. This work presents friction coefficient measurement by AFM techniques using lateral force microscopy mode (LFM), Liu et al. (1998). The dependence of the friction coefficient as a function of the environment is analyzed.

## 2. Experiment Concept

CVD diamond films were obtained from conventional hot filament assisted technique. Films with (111) and (100) faceted surface predominance have been obtained as it is shown in Fig. 3a and b, respectively.

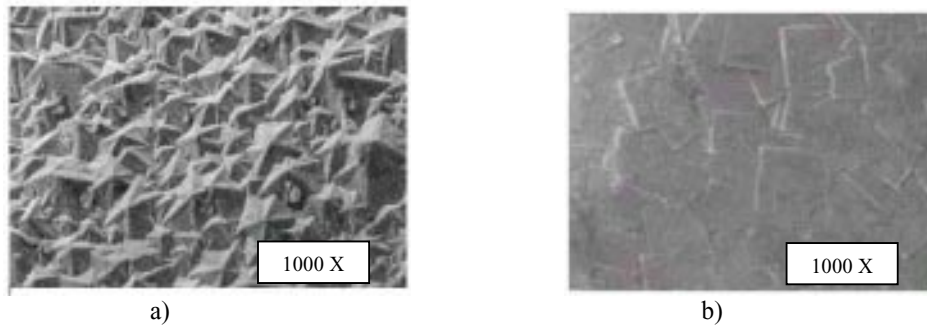


Figure 3. CVD Diamond surface with a) (111) and b) (100) structure predominance

Normally, CVD diamond film as growth exhibit a high surface roughness mainly due the columnar growth of the non-oriented polycrystalline film, similar to (111) structure shown in Fig. 3a. However, controlling the diamond growth parameters, it is possible to growth polycrystalline diamond film exhibiting high predominance of (100) surface structure as shown in Fig. 3b. Although these two surfaces with the same diamond quality certainly will exhibit similar friction coefficients, for high roughness surface it is quite difficult in terms of experiment because it requires different kind of cantilevers and some difficulties in terms of data interpretations will appear. So in this work, atomic force microscopy using lateral force mode was used in (100) surface. The measurement set up has been described elsewhere, Santos, L.V. et al. (2000). In remark, our measurements were performed with Nanoscope III AFM system with a V-shaped  $\text{Si}_3\text{N}_4$  cantilever with approximately 30 nm of tip radius. The cantilever can move without main axis deformation, but it can induce torsion with movement at 90 degrees with cantilever main axis that is proportional to the friction coefficient. The first step was to get a good AFM image and switching to LFM mode. Data can be obtained from topological images in the forward and reverse scanning. Subtracting the two images point to point the friction coefficient can be obtained having the normal force of the cantilever tip on the surface. Normal force corresponds to the addition of the adhesion and cantilever bending force. Moving the sample to the cantilever tip and from it by the z piezoelectric the normal force can be easily obtained, Liu et al (1996). The cantilever tip scanned a matrix of 256 by 256 points on substrate surface, and using the support from special software, the friction coefficient was obtained on each point, so that a distribution of friction coefficient is observed.

## 3. Results

The scanning area can be varied from few square nanometers up to around 25 square micrometers. First of all, an example of analyzed scanning area from AFM is shown in Fig. 4a and b in two dimensions for  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$  and  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$  respectively.

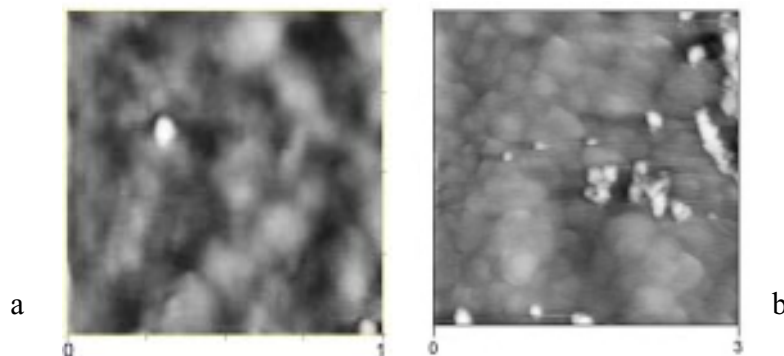


Figure 4. (100) Surface magnification from AFM analysis, a)  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$  and b)  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$

The analyzed (100) surface is very smooth and exhibited a maximum roughness around 0.3 nm. The friction coefficient was obtained from a scanning area and from a scanning line. Scanning line was obtained disabling the x-axis of the LFM mode scanner, so that, the cantilever could move only in one line in the forward and reverse movement.



Area of analysis from a  $200 \times 200 \text{ nm}^2$  to  $5 \times 5 \text{ }\mu\text{m}^2$  were analyzed and no change in terms of friction coefficient distribution and its mean value were observed as shown in Fig. 5. Also, friction coefficient distribution and its mean value line by line don't change with the scanned distance, as shown in Fig. 6. It was used friction measurements in order to keep the surface clean and so to study the friction as a function of the environment. Figure 6 shows, also, the difference of the mean value of the friction coefficient when argon and air are used as the environment for the measurements.

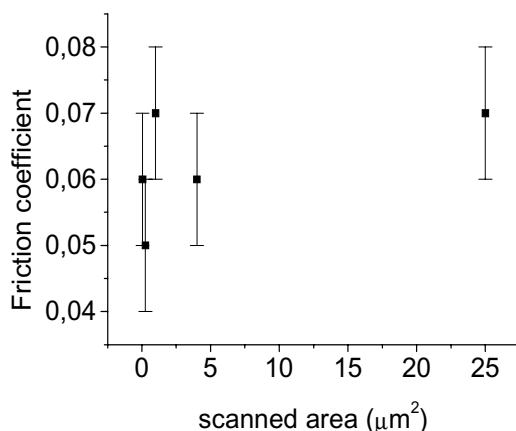


Figure 5. Mean value for friction coefficient as a function of the scanned area.

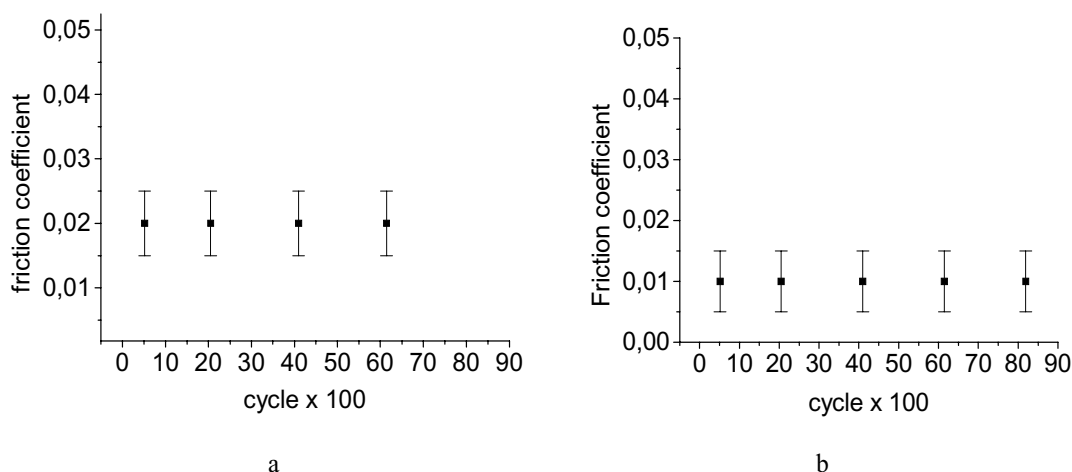


Figure 6. Mean value for friction coefficient when the cantilever is moving in only one line. a)-in air ambient and b)-in argon ambient

The difference between mean value of friction coefficient for air and argon environment can be attributed to humidity that is present in air and absent in argon ambient. As is known the diamond surface termination is hydrogen, since the friction energy is high enough to break the chemical bond between carbon and hydrogen atom dangling bond will be created, and so in reactive surface the friction coefficient is expected to be different to that non reactive surfaces. In this case the friction coefficient is higher for air environment than in argon environment. One can speculate that the reactive argon environment on substrate surface avoids reactions after slipping cantilever tip. This effect doesn't occur in humidity environment. This subject is just beginning and deserves more attention for further works. Also, from Figs 5 and 6, it is observed that the friction coefficient only in one line in much smaller than in surface area. This effect can be related to the cleaning by cantilever tip cycling at the same track.

#### 4. Conclusion

Friction coefficient distribution measurements were performed on different area of (100) surface of CVD diamond films by AFM technique using LFM mode. This technique demonstrated to be a powerful characterization option for investigating

surface concerning the chemical binding termination and very appropriated to analyze very small surfaces just when this characteristic is hardly required. Also, it was possible to see the difference among analyzed surface in different environment. In addition, using the option to measure the friction coefficient distribution line by line introduces the possibility of measuring the lifetime of the surface according to its hardness or even according to chemical bond. It was observed that the friction coefficient distribution is similar for different environment, but the mean value is quite different for each one. Finally, one can conclude that this friction measurement technique can provide important contribution to study with more depth the influence of the surface contamination and chemical bond termination on the surface physical and chemical properties.

## 5. Acknowledgements

The authors are very grateful to FAPESP and CNPq for financial support. The authors are very grateful to Dr. Maria Cecília Salvadori from Instituto de Física da Universidade de São Paulo, for AFM helps.

## 6. References

- Beake, B. D., Hassan, I. U., and Rego, C. A., and Ahmed, W., "Friction force microscopy study of diamond films modified by a glow discharge treatment", *Diamond and Related Materials*, vol. 9 1421 (2000).
- Busch, J. V. and Dismukes, J. P., "*A comparative Assessment of CVD Diamond Manufacturing Technology and Economics*" in *Synthetic Diamond: Emerging CVD Science and Technology*, Edited by K. E. Spear and J. P. Dismukes, John Wiley & Sons, Inc., N. Y. (1994), 581.
- Bush, J. V., and Dismukes, J. P., "CVD Diamond as an Emerging Technology", *Diamond Relat. Mater.*, vol.3, (1994)295.
- Crossley, A., Johnston C., Watson, G. S., and Myhra, S., J. "Tribology of diamond-like carbon films from generic fabrication routes investigated by lateral force microscopy", *Appl. Phys.*, vol.31 1955 (1998).
- Eversole, W. G.: "Tetrahedral Carbon Chemical Vapor Deposition Technique", U.S. Patents, 3,030,187 and 3,030,188 (1962).
- Gangopadhyay, A. K., and Tamor, M. A., "Amorphous hydrogenated carbon films for tribological applications", *Wear*, vol.169, 221 (1993).
- Harris, S. J. and Goodwin, D. G.: "Diamond growth mechanism", *J. Phys. Chem.*, vol.97, 23 (1993).
- Liu, E., Blanpain, B., Shi, X., Celis, J. P., Tan, H.S., Tay, B.K., Cheah, L.K., and Roos J.R., "Tribological behaviour of different diamond-like carbon materials", *Surface Coatings Technology*, vol. 106, 72 (1998).
- Liu, E., Blanpain, B., and Celis, J. P., "Calibration procedures for frictional measurements with a lateral force microscope", *Wear*, vol.192, 141 (1996).
- Liu, E., Blanpain, B., Celis, J. P., and Roos, J.R., "Comparative study between macrotribology and nanotribology", *J. Appl. Phys.*, vol. 84(9), 4859 (1998)
- Liu, Y., Erdemir, A. Meletis, E.I., "A study of the wear mechanism of diamond-like carbon films", *Surface and Coatings Technology*, vol. 82 48 (1996).
- Lux, B. and Haubner, R., "Economic assessment in synthetic diamond" *RHM*, vol.8, 158 (1989).
- Matsumoto, S.; Sato, Y.; Kamo, M.; and Setaka, N.: J., "Vapor Deposition of Diamond Particles from Methane-hydrogen" *Mater. Sci.*, vol.17, 3106 (1982).
- Onate, J.I., Alonso, F., Garcia, A., "Improvement of tribological properties by ion implantation", *Thin Solids Films*, vol. 317 471 (1998).
- Prioli, R., Reigada, D.C., and Freire, F.L. Jr., "Correlation between nano scale friction and wear of boron carbide films deposited by DC magnetron sputtering", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 75(9) 1317 (1999).
- Santos, L.V. Trava-Airoldi, V. J., Iha, K., Corat, E. J. Salvadori, M. C. and Leite N. F., "Molybdenum Disulfide Studies as Solid Lubricant for Space Applications", *AIAA Paper:IAA-00-IAA.12.3.09* (2000).
- Spear, K. E. and Frenklach, M.: "Mechanisms for CVD Diamond Growth in Synthetic Diamond: Emerging CVD Science and Technology", Edited by K. E. Spear and J. P. Dismukes (John Wiley & Sons, Inc., 243 (1994).
- Trava-Airoldi, V. J., Corat, E. J., Moro, J.R., Leite N. F. and Vaniman, D., "CVD Diamond as a new material and its applications", *AIAA Paper:IAA-00-IAA.12.3.06* (2000).
- Wilks, J., Wilks, E., "Properties and applications of diamond, Butterworth-Heinemann, Ltd, Oxford (1991).

# INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DO RESÍDUO CINZA PRETA EM ARGAMASSAS PARA A CONSTRUÇÃO CIVIL. PARTE II: CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS ARGAMASSAS

## Arthur Adelino de Freitas Cruz

Departamento de Engenharia Mecânica – DEM, Centro de Ciências Tecnológicas – CCT  
Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC  
Campus Universitário Bom Retiro, Joinville – SC CEP 89223–100  
[arthurcruz@zipmail.com.br](mailto:arthurcruz@zipmail.com.br)

## Dr. Enori Gemelli

Departamento de Engenharia Mecânica – DEM, Centro de Ciências Tecnológicas – CCT  
Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC  
Campus Universitário Bom Retiro, Joinville – SC CEP 89223–100  
[dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

## Dr. Nelson Heriberto Almeida Camargo

Departamento de Engenharia Mecânica – DEM, Centro de Ciências Tecnológicas – CCT  
Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC  
Campus Universitário Bom Retiro, Joinville – SC CEP 89223–100  
[dem2nhac@joinville.udesc.br](mailto:dem2nhac@joinville.udesc.br)

**Resumo.** Este trabalho tem por objetivo estudar a microestrutura de argamassas que foram produzidas com o resíduo sólido industrial cinza preta. O resíduo cinza preta é proveniente da queima da biomassa na indústria de papel e celulose. Foi estudado a influência da granulometria da cinza preta na microestrutura das argamassas e o efeito da substituição em volume do cimento por cinza preta na microestrutura das argamassas. A parte 1 do trabalho consiste na caracterização mecânica e mineralógica dessas argamassas (a ser publicada nos anais do 56<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM). O resíduo foi fornecido pela Klabin Celucat S.A. de Correia Pinto – SC. A caracterização microestrutural foi realizada utilizando-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura. As granulometrias estudadas foram: 2,00mm; 1,00mm; 0,59mm; 0,30mm e 0,15mm. Os percentuais de substituição em volume do cimento por cinza preta foram: 5%, 10%, 15% e 20%. Na caracterização morfológica verificou-se que conforme se aumenta a granulometria da cinza preta utilizada em substituição ao cimento (10% em volume), ocorre uma maior degradação da interface gel/agregado, aumentando a porosidade e diminuindo a quantidade dos cristais anidritos. O aumento dos percentuais de substituição do cimento pela cinza preta também degrada a interface gel/agregado da argamassa, principalmente devido a diminuição da quantidade de cristais anidritos.

**Palavras-chave:** Resíduos, Argamassa, Microestruturura, Construção Civil, Cinza.

## 1. Introdução

A busca pela melhoria da qualidade ambiental está intimamente relacionada à redução de resíduos gerados pela atividade industrial. Diversas empresas já estão se conscientizando do problema ambiental e estão se reestruturando a fim de reduzir ou eliminar os resíduos através da reciclagem ou de seu reaproveitamento. Dentre os estudos realizados até agora (Watanabe, 1994; Masuero, 1998; Moura, 1998; Prim, 1998; Teles, 1999; Brescansin, 2000), foi possível concluir que certos resíduos podem ser incorporados em materiais cerâmicos utilizados na construção civil. Estes resíduos podem ser utilizados para a confecção de tijolos cerâmicos, argamassas de revestimentos, argamassas para blocos, entre outros. Mesmo quando adicionados em pequenas quantidades, grandes volumes podem ser consumidos, pois a demanda de material neste setor é expressiva.

O trato inadequado dos resíduos sólidos industriais contribui de forma marcante para o agravamento dos problemas ambientais, notadamente nos grandes centros urbanos, constituindo tarefa potencialmente poluidora do ar, solo e principalmente águas superficiais e do subsolo (Prim, 1998).

O reaproveitamento de resíduos sólidos industriais pode ser uma estratégia benéfica, tanto para as indústrias geradoras de resíduos como para a construção civil. Diante desta afirmação e de uma busca pela redução do impacto ambiental faz-se necessário discutir aplicações tecnológicas para um subproduto conhecido, porém pouco explorado, que é a cinza proveniente da queima da biomassa nas indústrias de papel e celulose. O resíduo originado no processo de queima da biomassa em indústrias de papel e celulose é conhecido por cinza preta, cinza pesada, cinza não-volante ou botton ash.

Neste artigo o resíduo será chamado de cinza preta. Este resíduo foi fornecido pela Klabin Celucat S.A. de Correia Pinto – SC. A produção de cinza preta é de 131 ton/mês..

Estudos recentes (Teles, 1999; Brescansin, 2000) indicaram a viabilidade da utilização deste resíduo em argamassas. Através dos ensaios de lixiviação e solubilização, a cinza preta é classificada como um resíduo classe II – não inerte (LABORQUÍMICA laudos 7206/96 e 7213/96).

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. AREIA

A areia utilizada foi fornecida pela Mineração Veiga Ltda. de Araquari – SC, sendo proveniente de jazidas deste município. A areia fornecida possui 0,2% de argila em massa, densidade de 1500 kg/m<sup>3</sup> e módulo de finura de 88,88.

### 2.2. CIMENTO

O cimento utilizado foi proveniente da empresa CIA de Cimento Itambé com especificação CPV – ARI – RS. A composição química deste cimento é: 0,66% de resíduo insolúvel; 2,98% de trióxido de enxofre (SO<sub>3</sub>); 1,59% de óxido de cálcio livre (CaO livre); 2,91% de óxido de magnésio (MgO); 4,44% de óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 19,49% de óxido de silício (SiO<sub>2</sub>); 2,86% de óxido de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 62,52% de óxido de cálcio (CaO) e 0,56% de equivalente alcalino (Cia. de Cimento Itambé).

### 2.3. ÁGUA

A água utilizada na fabricação da argamassa foi proveniente da rede de abastecimento local.

### 2.4. CINZA PRETA

A composição química da cinza preta, bem como o pH e a umidade estão apresentados na Tab(1).

Tabela 1. Composição química, pH e a umidade da cinza preta.

Parâmetro	Unidade	Resultado
Umidade	% H <sub>2</sub> O	0,6
PH (Solução a 50%)	-	10,21
Carbono Orgânico	% C	4,0
Fósforo Total	ppm P	4270,0
Sílica Total	% SiO <sub>2</sub>	1,66
Nitrogênio Total	mg/lkg N	800,0
Potássio	ppm K	29870,0
Sódio	ppm Na	46000,0
Enxofre	mg/l S	2,4
Óxido de Cálcio	% CaO	36,4
Óxido de Magnésio	% MgO	1,43
Cinzas	%	47,54

O resíduo cinza preta foi moído em moinho de bolas, pois o material '*in natura*' apresentava-se sob forma de aglomerados. Para fragmentação e moagem desses aglomerados, utilizou-se a técnica de moagem em moinho de bolas via úmido. Esta operação foi realizada utilizando água deionizada, esferas de porcelana e fragmentos de cinza preta. A operação de moagem permaneceu por 12 horas.

O material recuperado do moinho de bolas passou por um processo de peneiramento, fornecendo um colóide de cor escura. Este colóide foi colocado em um Becker para agitação mecânica por aproximadamente 2 horas; operação realizada para alívio das tensões superficiais gerada nas partículas durante o processo de fragmentação e moagem dos aglomerados. Em seguida o colóide foi colocado dentro de um balão tipo pêra para a realização da secagem em um evaporador rotativo.

O balão ficou parcialmente submerso num banho de óleo de silicone à temperatura de 70 °C, a rotação do balão foi de 8 rpm, operação que levou em torno de 4 horas para a obtenção de um pó cerâmico seco. O pó cerâmico recuperado do balão apresentou-se sob forma de aglomerados (grânulos) e com massa específica de 2,70 g/cm<sup>3</sup>. O pó cerâmico foi peneirado nas seguintes aberturas: 2,00mm; 1,00mm; 0,59mm; 0,30mm e 0,15mm.

## 2.5. PREPARAÇÃO DA ARGAMASSA

Inicialmente foi preparada uma argamassa sem resíduo utilizando o traço de 3:1 em massa. As preparações das argamassas foram realizadas de acordo com a NBR 12821.

Foram também elaboradas amostras contendo 10% do volume de cimento substituído por cinza preta, variando-se apenas a granulometria do resíduo. As granulometrias utilizadas foram as seguintes: 2,00mm; 1,00mm; 0,59mm; 0,30mm e 0,15mm.

Como a argamassa com granulometria igual ou inferior a 0,15mm apresentou o melhor resultado, foram confeccionados corpos de prova com diferentes percentuais de substituição do cimento Portland ARI – CPV – RS por cinza preta, variando-se de 5% a 20% o volume de cimento substituído pelo resíduo cinza preta nesta granulometria.

Os traços para as diferentes amostras são apresentados na Tab.(2). Para cada traço foram moldados corpos de prova cilíndricos, conforme a NBR 7215, com dimensões 50 mm de diâmetro X 100 mm de comprimento. Para cada traço (amostra) foram elaborados 6 corpos de prova.

Tabela 2. Quantidades de materiais utilizados na fabricação das argamassas.

<b>Tipo</b>	<b>Areia (g)</b>	<b>Cimento (g)</b>	<b>Cinza Preta (g)</b>	<b>Água (ml)</b>
<b>Sem Cinza</b>	1872	624,0	0	300
<b>Com 5% de Cinza</b>	1872	592,8	27	300
<b>Com 10% de Cinza</b>	1872	561,6	54	300
<b>Com 15% de Cinza</b>	1872	530,4	81	300
<b>Com 20% de Cinza</b>	1872	499,2	108	300

Na elaboração das argamassas para os diferentes traços primeiramente foi realizado uma mistura a seco das matérias primas, sendo seguido pela adição de água e mistura manual por 5 minutos.

## 2.6. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

O estudo de caracterização microestrutural foi realizado nos fragmentos de argamassas recuperados do ensaio de compressão. Os fragmentos foram analisados após terem sido secos em estufa durante 24 horas à temperatura de 100°C. Estes fragmentos receberam a deposição de uma fina camada de ouro da ordem de 12 nm no Sputter Coater Baltec SCD 050, para evitar os efeitos de carga do feixe eletrônico. Todas as micrografias foram realizadas por elétrons retro-espalhados (BSE).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 3.1. CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA

#### 3.1.1. ARGAMASSA SEM RESÍDUO

A argamassa sem resíduo apresentou um melhor envolvimento dos grãos de areia pelo gel e os cristais anidritos germinaram e cresceram, conforme pode ser observado na Fig. (1) e Fig. (2).

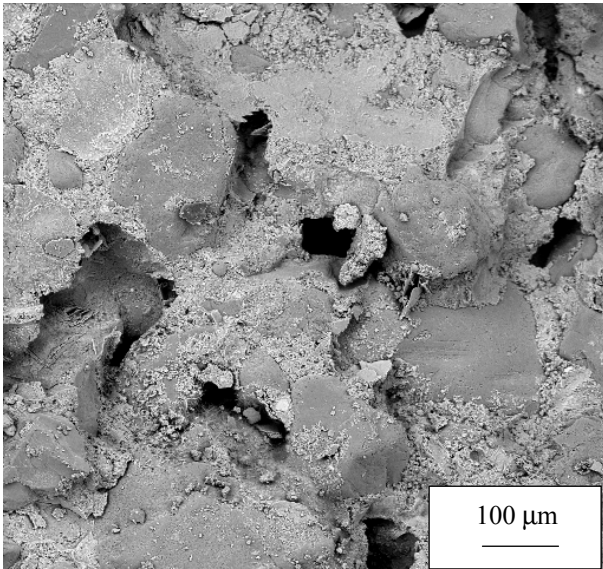


Figura 1. Micrografia da argamassa sem resíduo mostrando o envolvimento dos grãos de areia pelo gel.

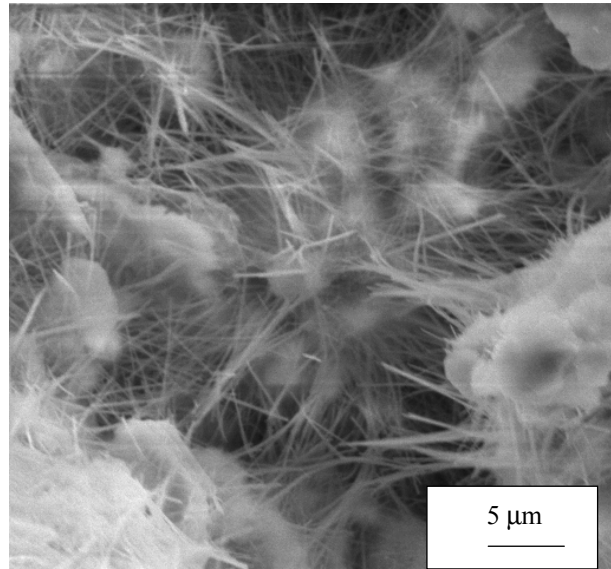


Figura 2. Micrografia da argamassa sem resíduo mostrando dos cristais anidritos na microestrutura da matriz.

### 3.1.2. INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA COM 10% DO VOLUME DE CIMENTO SUBSTITUÍDO POR CINZA PRETA NAS ARGAMASSAS

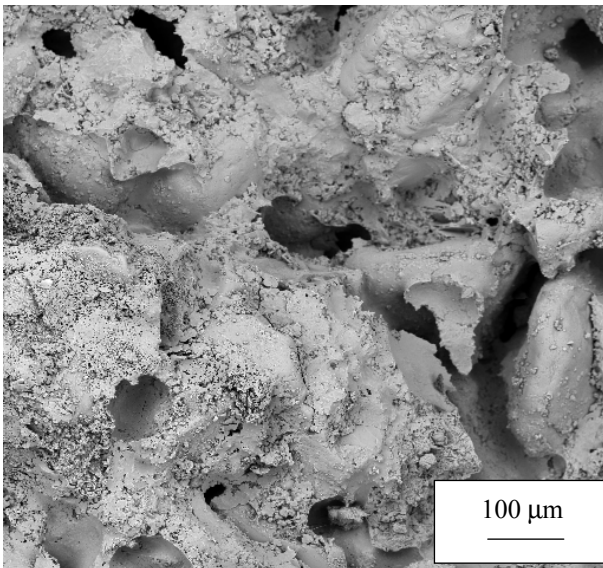


Figura 3. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 2,00mm mostrando o resíduo no gel em volta dos grãos de areia. Presença de poros.

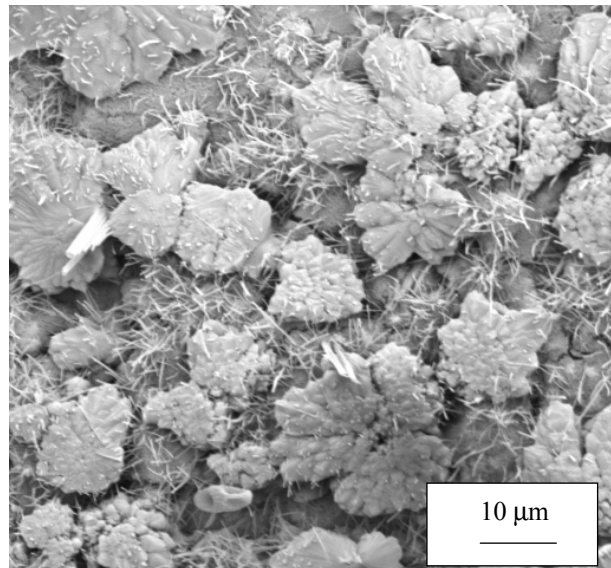


Figura 4. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 2,00mm mostrando os cristais anidritos.

Quanto a influência da granulometria na microestrutura observou-se através das figs. (3), (4), (5) e (6), que as granulometrias de 2,00mm e 1,00mm apresentaram locais preferenciais com maiores quantidades de resíduo. Houve um menor crescimento dos cristais anidritos e verificou-se uma grande presença de poros na microestruturas dessas argamassas.

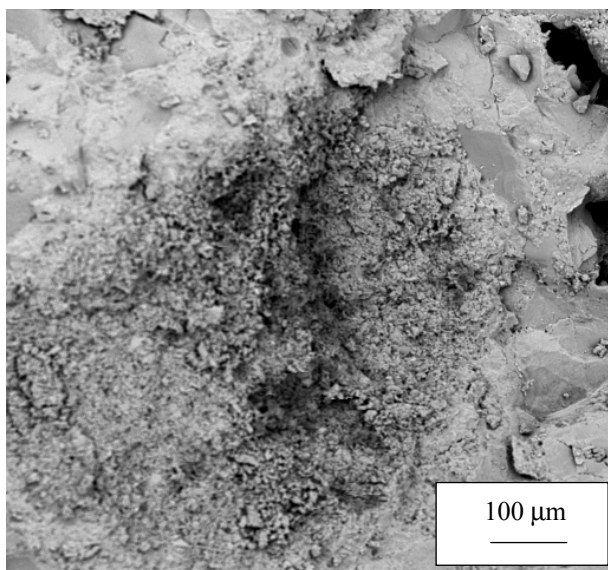


Figura 5. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 1,00mm destacando a cinza preta.

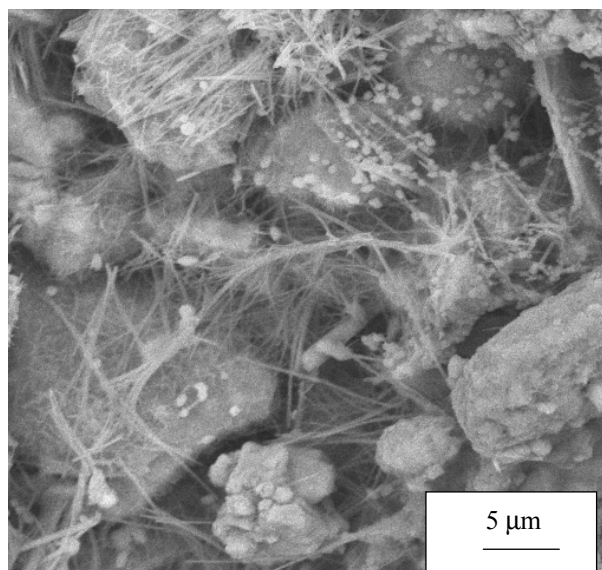


Figura 6. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 1,00mm mostrando os cristais anidritos.

Pode-se verificar nas figs. (7), (8), (9) e (10), que as granulometrias de 0,59mm e 0,30mm apresentaram uma melhor homogeneização da cinza na argamassa em comparação com as granulometrias de 2,00mm e 1,00mm. Foram constatadas presenças de poros nas argamassas de granulometrias de 0,59mm e 0,30mm. Verificou-se também a existência de regiões preferenciais de germinação e crescimento de cristais anidritos conforme pode ser observado na Fig. (8), possivelmente devido à uma maior quantidade de água dissolvida nessa região da argamassa (uma melhor condição de hidratação).

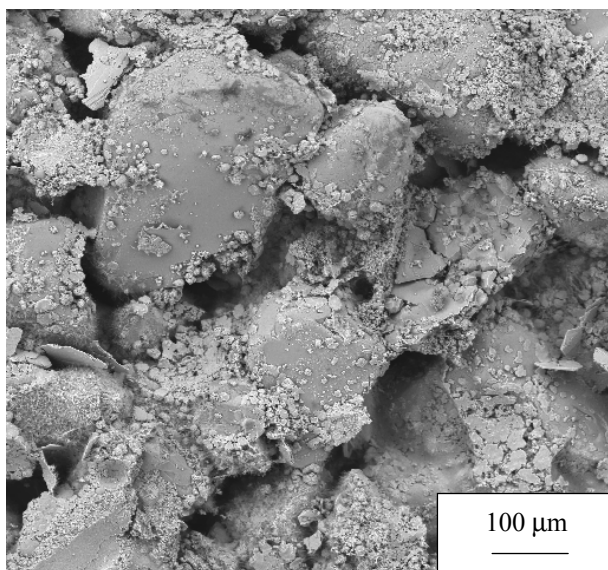


Figura 7. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 0,59mm. Presença de Poros.

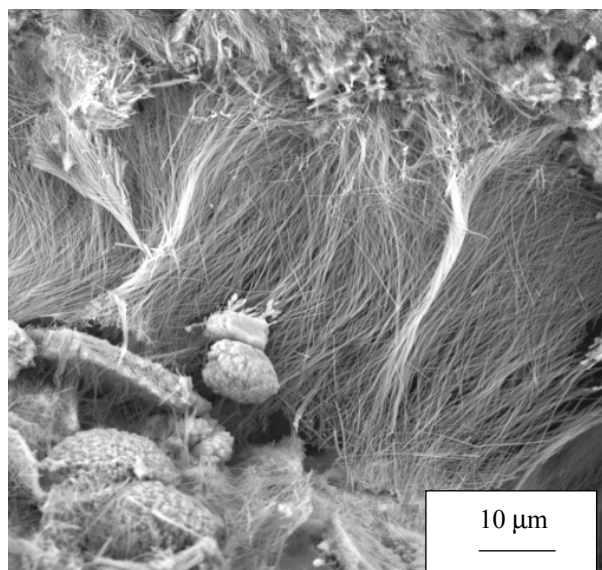


Figura 8. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 0,59mm destaque nos cristais anidritos.

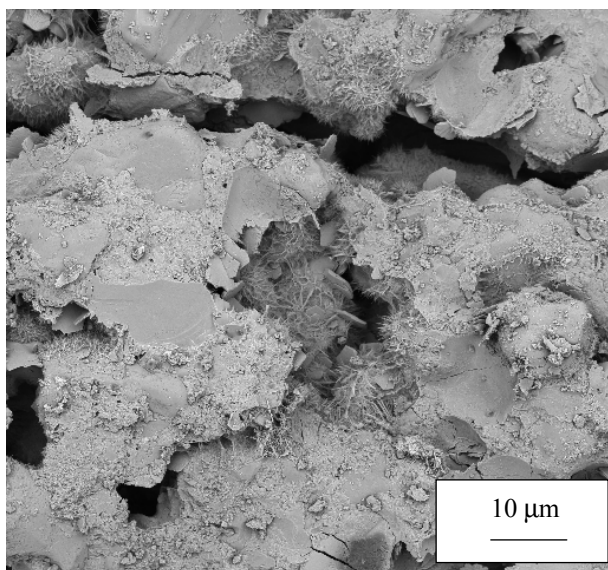


Figura 9. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 0,30mm mostrando a interface gel/agregado.

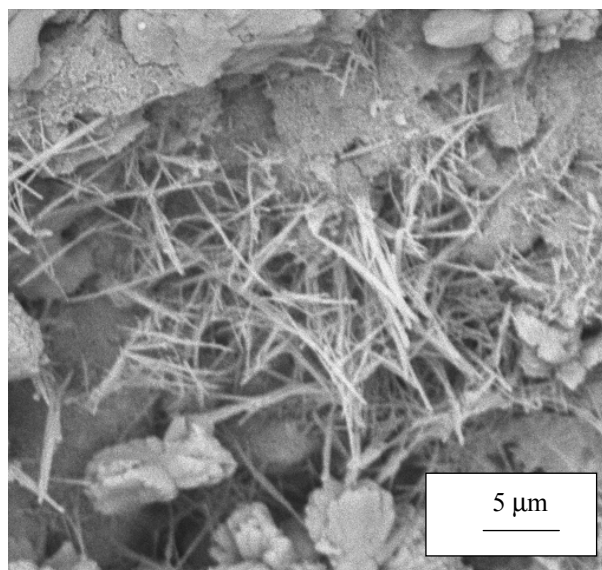


Figura 10. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 0,30mm com cristais anidritos desordenados.

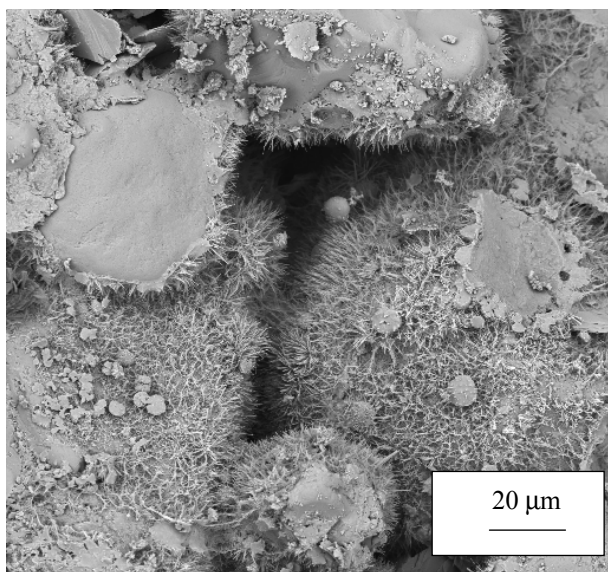


Figura 11. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 0,15mm destacando os cristais anidritos.

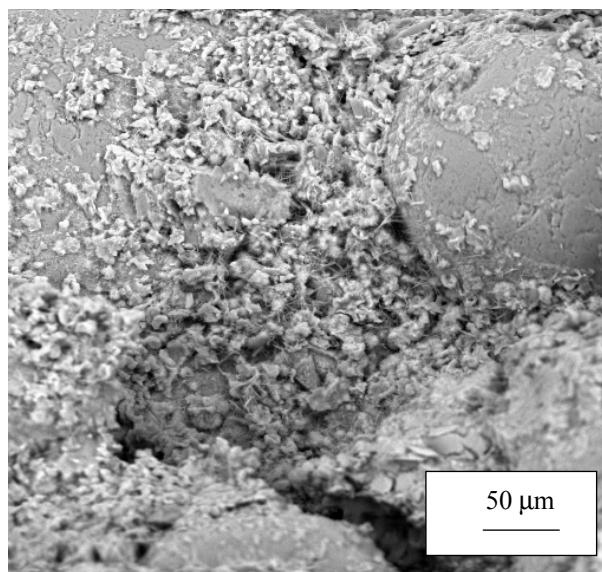


Figura 12. Micrografia da argamassa com resíduo de granulometria 0,15mm.

A cinza preta com granulometria de 0,15mm ocupou espaço entre os vazios da argamassa diminuindo a porosidade. Houve uma melhor formação de cristais anidritos se comparado as demais granulometrias estudadas. Dentre as amostras com resíduo (10% em volume) esta foi a que apresentou a melhor interface gel/agregado.

### 3.1.3. INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DO PERCENTUAL DO VOLUME DE CIMENTO SUBSTITUÍDO POR CINZA PRETA NAS ARGAMASSAS

Com apenas 5% de substituição do volume do cimento pela cinza preta a argamassa melhorou ainda mais a interface gel/agregado se comparado com a amostra de mesma granulometria, porém com 10% de substituição do volume de cimento por cinza preta..

Ocorreu o crescimento dos cristais anidritos e a presença de porosidade foi pequena.



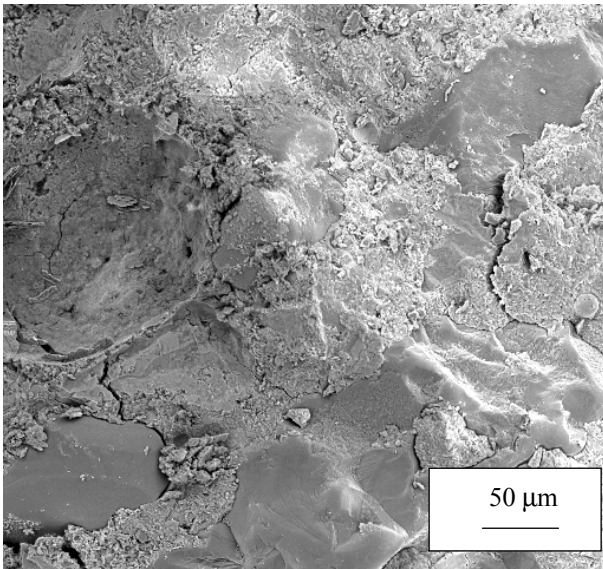


Figura 13. Micrografia da argamassa com 5% de resíduo de granulometria 0,15mm destacando a boa interação gel/abregado.

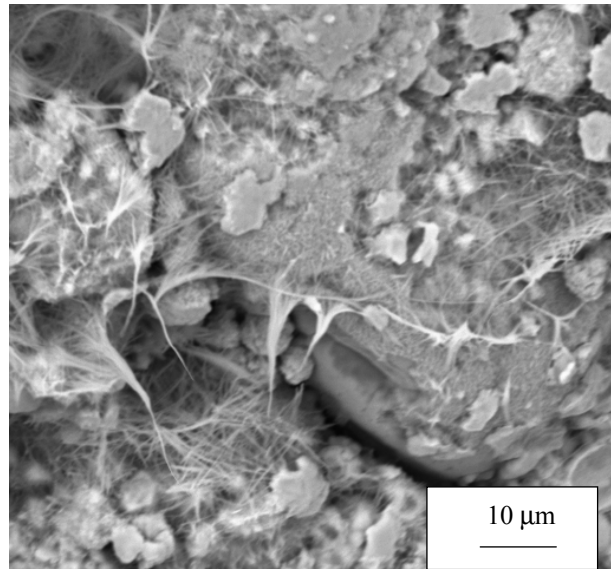


Figura 14. Micrografia da argamassa com 5% de resíduo de granulometria 0,15mm.

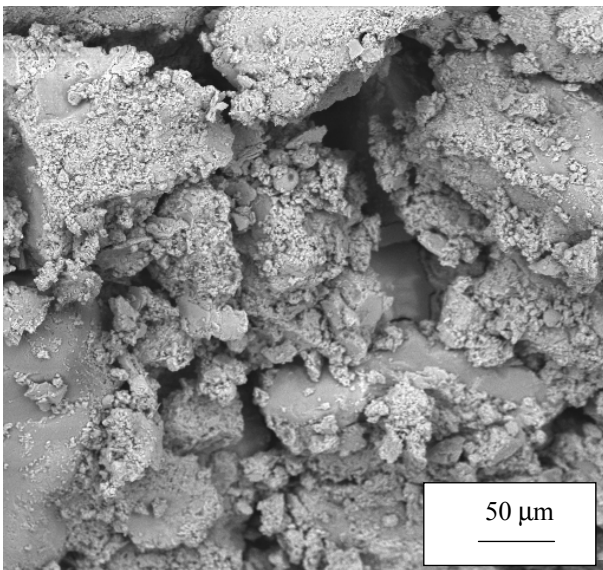


Figura 15. Micrografia da argamassa com 15% de resíduo de granulometria 0,15mm

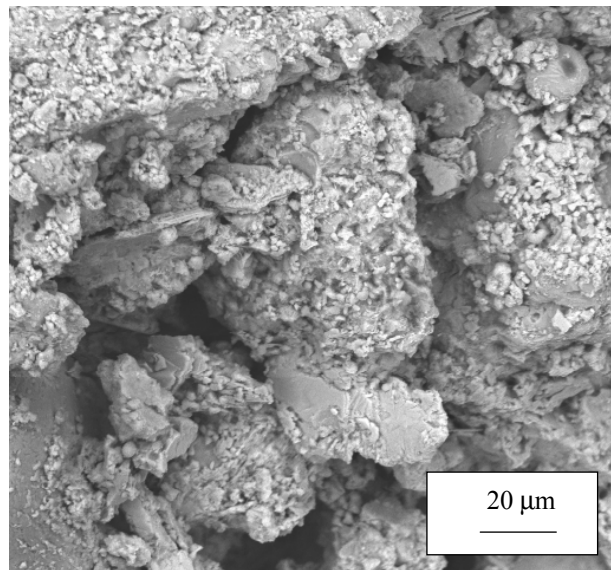


Figura 16. Micrografia da argamassa com 15% de resíduo de granulometria 0,15mm

Nas amostras com 15 e 20% de substituição houve uma suave degradação na interface gel/agregado. Houve um pequeno aumento na porosidade e não se verificou como nas argamassas anteriores a formação de cristais anidritos.

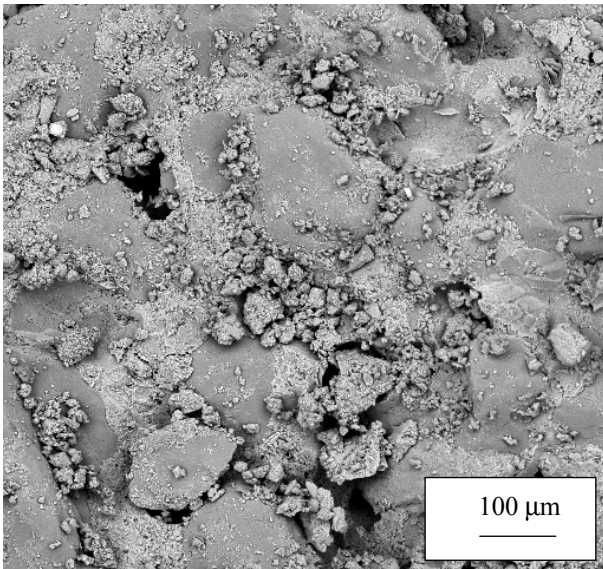


Figura 17. Micrografia da argamassa com 20% de resíduo de granulometria 0,15mm. Presença de poros.

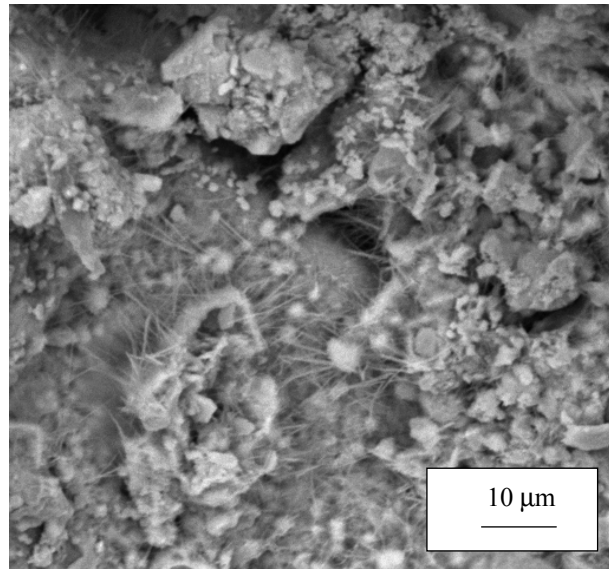


Figura 18. Micrografia da argamassa com 20% de resíduo de granulometria 0,15mm mostrando regiões sem formação de gel

#### 4. CONCLUSÃO

Neste estudo, observou-se as características microestruturais de argamassas contendo o resíduo industrial cinza preta em substituição ao cimento. Estas características otimizadas permitem a obtenção de uma argamassa com menos defeitos, apresentando uma melhor interação de interfaces gel/agregado, resultando em propriedades mecânicas elevadas.

Na caracterização morfológica verificou-se que conforme se aumenta a granulometria da cinza preta utilizada em substituição ao cimento (10% em volume), ocorre uma maior degradação da interface gel/agregado, aumentando a porosidade e diminuindo a quantidade dos cristais anidritos.

Conforme aumenta-se a granulometria do resíduo, tem-se locais preferenciais onde se encontra o resíduo. Estes locais fragilizam a argamassa. Com o aumento da granulometria ou do percentual de substituição do cimento pela cinza tem-se um aumento na porosidade.

O aumento dos percentuais de substituição do cimento pela cinza preta também degrada a interface gel/agregado da argamassa, principalmente devido a diminuição da quantidade de cristais anidritos.

#### 5. AGRADECIMENTOS

A CAPES pelo apoio financeiro dessa pesquisa.

A Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC/Joinville.

#### 6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS

- Brescansin, J., 2000, "Influência da Incorporação de Resíduos Sólidos a Base de Silica e de Óxido de Cálcio em Argamassas Para a Construção Civil" – Anais do Congresso em Ciência de Materiais da Região Sul – SULMAT<sub>2000</sub>, CDROM, p.195-203.
- Cia de Cimento Itambé. Aplicações Para os Diferentes Tipos de Cimento Itambé. Folder da CIA. de Cimentos Itambé. Curitiba – PR.
- LABORQUÍMICA Laboratório de Análises Químicas Ltda. Laudo de Análise nº 7206/96, Extrato de Lixiviação da Cinza da Biomassa. Porto Alegre – RS, 1996.
- LABORQUÍMICA Laboratório de Análises Químicas Ltda. Laudo de Análise nº 7213/96, Extrato de Solubilização da Cinza da Biomassa. Porto Alegre – RS, 1996.
- LABORQUÍMICA Laboratório de Análises Químicas Ltda. Laudo de Análise nº 9182/96, Análise Química do Resíduo Sólido Cinza da Biomassa. Porto Alegre – RS, 1996.
- Masuro, A. B., Dal Molin, D.C.C., Vilela, A. F., 1998, "Caracterização de Escórias de Aciaria Como Material Alternativo na Construção Civil", Anais do 13º CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos

- Materiais, CDROM, p.4769-4778.
- Moura, W. A., Dal Molin, D.C.C., Vilela, A. F., 1998, "Caracterização de Escória de Cobre Com Vistas à Utilização em Concretos e Argamassas", Anais do 13º CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, CDROM, p. 3403-3412.
- NBR 12821 – Preparação de Concreto em Laboratório: NBR 12821. Rio de Janeiro, 1993. 5p.
- NBR 7215 – Cimento Portland – Determinação da Resistência a Compressão – Método de Ensaio: NBR 7215. Rio de Janeiro, 1982.
- Prim, E. C. C., 1998, "Reaproveitamento de Lodo Têxtil e da Cinza Pesada na Construção Civil: Aspectos Tecnológicos e Ambientais", Dissertação de Mestrado em Engenharia Ambiental) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina, 107p.
- Teles, A. R., Camargo, N.H.A., 1999, "Elaboração e Caracterização de Blocos para Construção Civil a Partir de Resíduos sólidos Industriais", Relatório de Iniciação Científica, CNPq, p. 51-60.
- Watanabe, A. P. , Nunes, J.J., Rebello, L., Moreno, M. A., Mendes, J.M.M., Buchler, P.M., 1994, "Reaproveitamento de resíduo catalítico da fabricação de polipropileno em massa de porcelana", Anais do 38<sup>o</sup> Congresso Brasileiro de Cerâmica e 2<sup>o</sup> Encontro de Mineradores e Consumidores, Volume II, p. 546-551.

## **INFLUENCE OF BUTTON ASH ADDITION IN MORTARS FOR BUILDING INDUSTRY. PART II: MICROSTRUCTURE CHARACTERISATION**

### **Arthur Adelino de Freitas Cruz**

Departamento de Engenharia Mecânica – DEM, Centro de Ciências Tecnológicas – CCT  
Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC  
Campus Universitário Bom Retiro, Joinville – SC CEP 89223–100  
[arthurcruz@zipmail.com.br](mailto:arthurcruz@zipmail.com.br)

### **Dr. Enori Gemelli**

Departamento de Engenharia Mecânica – DEM, Centro de Ciências Tecnológicas – CCT  
Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC  
Campus Universitário Bom Retiro, Joinville – SC CEP 89223–100  
[dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

### **Dr. Nelson Heriberto Almeida Camargo**

Departamento de Engenharia Mecânica – DEM, Centro de Ciências Tecnológicas – CCT  
Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC  
Campus Universitário Bom Retiro, Joinville – SC CEP 89223–100  
[dem2nhac@joinville.udesc.br](mailto:dem2nhac@joinville.udesc.br)

**Resumo.** *The goal of this work is to study the microstructure in mortars that was produced with button ash waste coming from paper industry. Button ash is an industrial waste which is extracted from the biomass burning. It was studied the influence of button ash granulation in mortars microstructures and the influence of button ash concentration with granulation equal or under 0,15mm in mortars. The first part of this work consists in mechanical and mineralogical characterisation (that will be published at 56<sup>th</sup> Annual Congress of ABM.). Button ash was obtained from Klabin Celucat S.A. located in Correia Pinto – SC. The mortars were characterised by Scanning Electron Microscopy. Button ash used in the mortars was sieved in the following slits: 2,00mm; 1,00mm; 0,59mm; 0,30mm and 0,15mm. In the mortars, cement was substituted by button ash in 5%, 10%, 15% and 20% in volume. In the morphological characterisation, it was verified that as granulation improves, gel/aggregate interface presents more degradation, increasing porosity and decreasing anhydrides crystals quantity. The button ash addition in substitution to cement also presents a degradation in the gel/aggregate interface, mainly due to a decrease on anhydrides crystals quantity.*

**Key-words:** *Wastes, Mortar, Microstructure, Building Industry, Button ash*

## BANCADA EXPERIMENTAL PARA MEDIÇÃO DE PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS DE SÓLIDOS PELA TÉCNICA FLASH LASER

**Pablo Andrade Grossi** - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN/CNEN, Cidade Universitária, Pampulha, Belo Horizonte, Minas Gerais – pabloag@yahoo.com.

**Ricardo Alberto Neto Ferreira** - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN/CNEN, Cidade Universitária, Pampulha, Belo Horizonte, Minas Gerais – ranf@urano.cdtm.br.

**Roberto Márcio de Andrade** - Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, Pampulha, Belo Horizonte, Minas Gerais – roberto@demec.ufmg.br.

*Resumo. Este trabalho tem por objetivo apresentar o Método do Flash de Laser utilizado no Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas de Materiais do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear com resultados de medições realizadas em aço INOX 316, alumina, bronze comercial e ferro puro. Neste método, um flash de energia radiante é aplicado na face de uma pequena amostra em forma de disco, registrando-se o transiente de temperatura na face oposta. A difusividade térmica é computada a partir da espessura da amostra e do tempo requerido para o aumento da temperatura na face oposta atingir um dado percentual de seu valor máximo. O calor específico é calculado a partir da energia absorvida, da diferença máxima de temperatura na face oposta, da espessura e da densidade da amostra. A condutividade térmica é obtida pelo produto da difusividade pelo calor específico e pela densidade do material. O método é aplicado a materiais com difusividades entre  $0,1 \cdot 10^{-6}$  a  $1.000 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  e em temperaturas entre 80 a 2.500 K. Além de medições mais rotineiras tais como medições em metais, ligas, cerâmicos, combustíveis nucleares, semicondutores, compósitos, líquidos e metais líquidos, este método tem sido também aplicado a fibras de carbono, materiais reforçados com fibras, camadas individuais de compósitos em camadas, condutância de contato térmico em interfaces e compósitos dispersos.*

*Palavras-chave: método do flash de laser, medição de propriedades termofísicas, difusividade térmica, materiais.*

### 1.Introdução

O crescente aparecimento de novos materiais (metálicos, cerâmicos, compósitos, biomateriais etc.), gerou um aumento na demanda pela determinação precisa e confiável das suas propriedades termofísicas (difusividade térmica, condutividade térmica, calor específico) em função da temperatura [Feit & Shaw, 1991].

Existem vários métodos para a medição de propriedades termofísicas os quais podem ser divididos em duas classes: os métodos que utilizam o fluxo de calor em regime permanente (métodos de Angstrom e suas modificações, termoelétrico e o de onda radial); e os métodos que utilizam o fluxo de calor em regime transiente (métodos da barra, da placa semi-finita, do fluxo de calor radial, da alta intensidade de arco, da haste aquecida eletricamente e o método do Flash de Laser), [Holman 1994, Ismail 2000].

Entretanto, alguns inconvenientes, como longo tempo requerido na realização das medições, necessidade de amostras grandes do material, elevado percentual de erro de medição, vem impondo limitações na aplicação da maioria destes métodos.

No método Flash de Laser [Parker et. al, 1961], um flash de energia radiante, intenso e curto, é aplicado uniformemente sobre a face de uma pequena amostra com a forma de um disco, durante um período de tempo da ordem de milissegundos. O pulso de energia difunde unidirecionalmente para a face oposta, obtendo-se um registro de temperatura nesta face. A difusividade é calculada a partir da espessura da amostra e do tempo requerido para a temperatura da face oposta atingir um dado percentual do seu valor máximo. O calor específico é calculado a partir da temperatura máxima atingida na face oposta, da espessura e da densidade da amostra. A condutividade térmica é então calculada pelo produto da difusividade pelo calor específico e pela densidade do material. Um método de adimensionalização do registro de temperatura resultante na face oposta pode ser aplicado, de modo que a curva experimental possa ser comparada com a curva teórica e assim desvios em relação às condições ideais podem ser detectados e modelos matemáticos de correção aplicados (ver Fig. (1)).

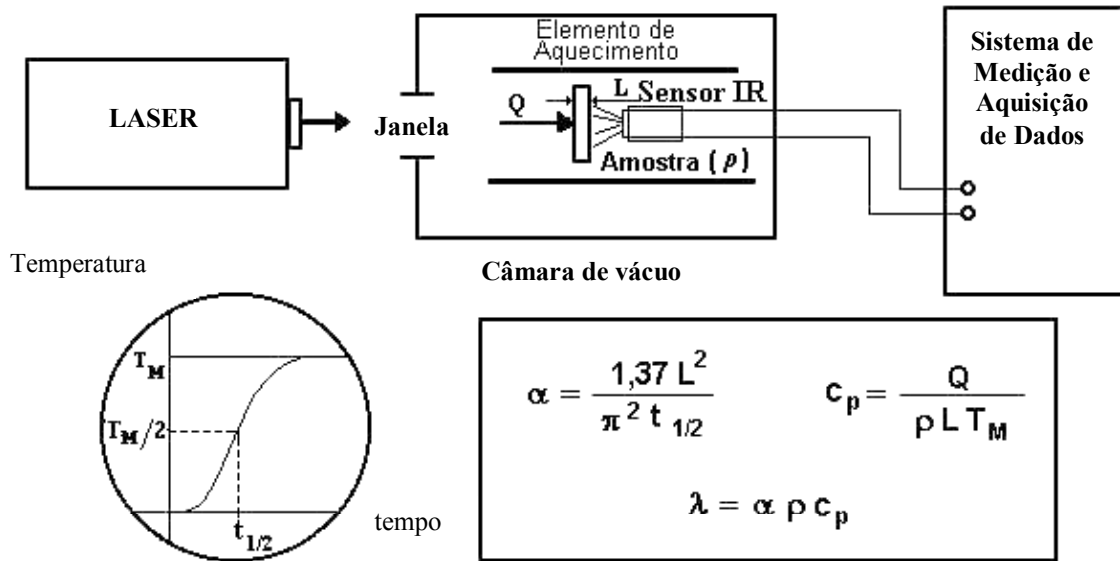


Figura 1. Princípio do Método do Flash de Laser.

É possível corrigir os resultados para levar em conta a troca de calor entre a amostra e o meio ambiente e quando tempo de duração do pulso de energia não for desprezível comparado com o tempo do transiente [Cowan,1962, Cape & Lehman, 1963, Clark & Taylor, 1975].

O método tem sido usado para medir materiais cujas difusividades térmicas variam de  $0,1 \cdot 10^{-6}$  a  $1.000 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$  em temperaturas de 80 a 2.500 K, atendendo assim materiais como metais, combustíveis nucleares, ligas diversas, cerâmicos, semicondutores, compósitos, líquidos, fibras de carbono, materiais reforçados com fibras, camadas individuais ou compósitos em camadas. Tem sido empregado, também, para medir a condutância de contato térmico em interfaces e compósitos dispersos. Utiliza amostras pequenas e facilmente fabricáveis e os resultados são obtidos em poucos segundos.

O método tem sido estendido para fluxo de calor bidimensional, para medição de difusividade em grandes amostras, além de permitir a medição da difusividade em ambas as direções, axial e radial, em materiais anisotrópicos. Tem sido demonstrado que compósitos dispersos muito heterogêneos podem ser medidos. Técnicas para amostras em camadas tem sido desenvolvidas e isto levou à possibilidade de usar o método para medir também líquidos, filmes e condutância entre camadas. Esta técnica permite limitar as excursões de temperatura a menos de um grau. Assim materiais sensíveis podem ser medidos, ou medições podem ser feitas muito próximas a transições de fase [Taylor, 1978].

Pode-se reduzir os erros de medição abaixo de 0,5% usando-se um sistema de aquisição de dados e modelos matemáticos adequados a situações em que as condições experimentais reais não correspondem exatamente às condições de contorno idealizadas na teoria do método.

Este trabalho tem por objetivo apresentar o Método do Flash de Laser utilizado no Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas de Materiais do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (LMPT-CDTN), bem como resultados de medições de difusividade térmica realizadas em aço INOX 316, alumina, bronze comercial e ferro puro.

## 2. Teoria do Método do Flash de Laser

Apresenta-se, a seguir a teoria do método Flash proposto por Parker et al (1961). Este modelo considera que se a distribuição inicial de temperatura no sólido de espessura uniforme L é  $T(x,0)$ , a distribuição de temperatura em qualquer instante posterior t, dada por Carslaw e Jaeger, 1959, será:

$$T(x, t) = \frac{1}{L} \int_0^L T(x,0) dx + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \cos \frac{n\pi x}{L} \int_0^L T(x,0) \cos \frac{n\pi x}{L} dx \quad (1)$$

onde  $\alpha$  é a difusividade térmica do material em  $[\text{m}^2/\text{s}]$ .

Se um pulso de energia radiante  $Q$  [ $J/m^2$ ] é instantânea e uniformemente absorvido em uma pequena profundidade  $g$  da superfície frontal  $x = 0$  de um sólido de espessura uniforme  $L$  [m] isolado termicamente, a distribuição de temperatura neste instante é dada por  $T(x,0) = Q/\rho c_p g$  para  $0 < x < g$  e  $T(x,0) = 0$  para  $g < x < L$ .

Com esta condição inicial, a Eq. (1) pode ser escrita como:

$$T(x,t) = \frac{Q}{\rho c_p L} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos \frac{n\pi x}{L} \frac{\text{sen}(n\pi g/L)}{(n\pi g/L)} \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \right] \quad (2)$$

onde  $\rho$  é a densidade em [ $kg/m^3$ ] e  $c_p$  o calor específico do material em [ $J/kg \text{ } ^\circ C$ ]. Nesta aplicação somente uns poucos termos são necessários, e como  $g$  é um número muito pequeno para materiais opacos, segue-se que  $\text{sen}(n\pi g/L) \approx n\pi g/L$ . Na face oposta onde  $x = L$ , o perfil de temperatura pode ser expresso por:

$$T(L,t) = \frac{Q}{\rho c_p L} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \right] \quad (3)$$

Dois parâmetros adimensionais,  $V$  e  $\omega$  podem ser definidos, como:

$$V(L,t) = T(L,t) / T_M \quad (4)$$

$$\omega = \pi^2 \alpha t / L^2 \quad (5)$$

onde  $T_M$  representa a diferença entre a temperatura máxima na face oposta e a temperatura inicial. A combinação das Equações 3, 4, e 5 resulta em:

$$V = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega) \quad (6)$$

A Figura 2 apresenta o gráfico desta expressão.

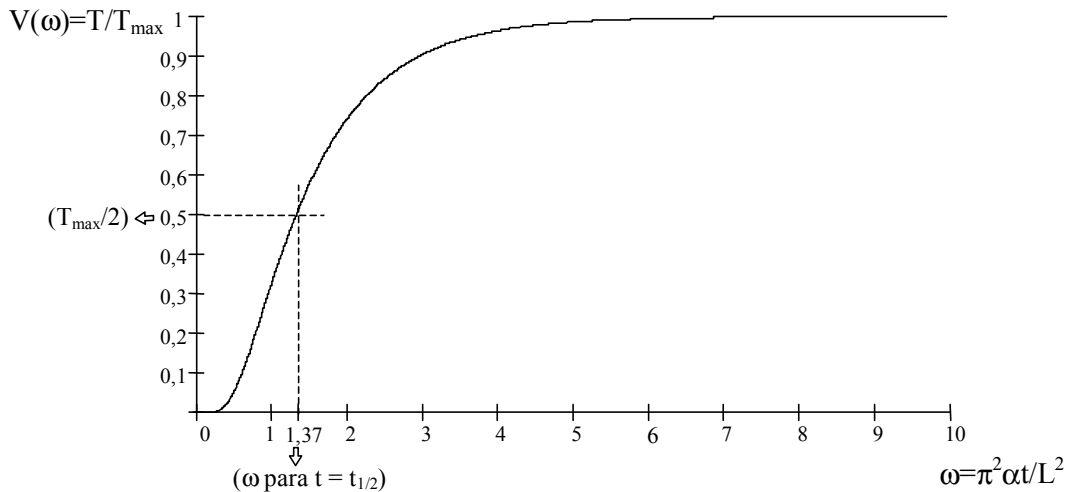


Figura 2. Curva adimensionalizada do perfil de temperatura na face oposta da amostra.

O valor da difusividade  $\alpha$  é então determinado a partir da Eq. (6) e da Fig. (4). Quando  $V$  é igual a 0,5,  $\omega$  é igual a 1,37, e assim:

$$\alpha = \frac{1,37L^2}{\pi^2 t_{1/2}} \quad (7)$$

onde  $t_{1/2}$  [s] é o tempo requerido para a face oposta atingir a metade do valor máximo de temperatura.

Observa-se que não é necessário conhecer a quantidade de energia absorvida na superfície frontal da amostra para se determinar a difusividade térmica. Entretanto, esta quantidade tem que ser determinada nos cálculos de calor específico, Eq. (8) e condutividade térmica, Eq. (9):

$$c_p = \frac{Q}{\rho L T_M} \tag{8}$$

$$k = \alpha \rho c_p \tag{9}$$

Uma maneira de se determinar o valor de energia absorvida pela amostra consiste em realizar o ensaio em uma amostra com  $c_p$  e  $\rho$  conhecidos. A energia  $Q$  em  $[J/m^2]$  absorvida pela amostra conhecida é dada pela Eq. (10):

$$Q = \rho c_p L T_M \tag{10}$$

Com este valor de energia absorvida determinam-se os valores do calor específico e da condutividade térmica da amostra desconhecida através da Eq. (8) e da Eq. (9), respectivamente.

Para garantir que ambas as amostras absorvam a mesma quantidade de energia, utiliza-se a técnica do disco absorvedor [Takahashi, 1974] ou a deposição de uma finíssima camada de carbono nas superfícies das amostras [Degueldre et al,1998], padronizando, desta forma, o valor da absorvidade das superfícies.

O tratamento acima não considera a variação da difusividade térmica com a temperatura. Apesar do método produzir um valor efetivo de difusividade para a amostra, é necessário ainda determinar o valor efetivo da temperatura correspondente. Em uma primeira aproximação, considerando-se pequena a variação de temperatura em uma dada medição, a temperatura efetiva ( $T_e$ ) é a média, no tempo, das médias entre as temperaturas das faces frontal e oposta, até o instante em que a superfície oposta atinge a metade da temperatura máxima, Eq. (11):

$$T_e = 1,6 T_M \tag{11}$$

Evidentemente, o tempo de trânsito do pulso de calor irá depender da faixa de temperatura de trabalho. A temperatura da superfície pode inicialmente elevar-se a valores muito altos, porque a energia é absorvida em um tempo muito curto. É importante conhecer o limite superior desta temperatura afim de evitar operação em regiões de temperatura que podem conter mudanças de fase no material sendo testado. Uma estimativa desta temperatura é também apresentada pelos autores do método, resultando na Eq. (12) para uma estimativa da temperatura máxima  $T_f$  atingida na face frontal:

$$T_f = \frac{38 L T_M}{\alpha^{1/2}} \tag{12}$$

### 3. Caracterização da Bancada Experimental

A Figura (3) apresenta, esquematicamente, a bancada experimental do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas de Materiais do CDTN. A bancada é composta, basicamente, por um laser de CO<sub>2</sub>, um porta amostra posicionado no interior de um pequeno forno tubular e um sistema de medição de temperatura.

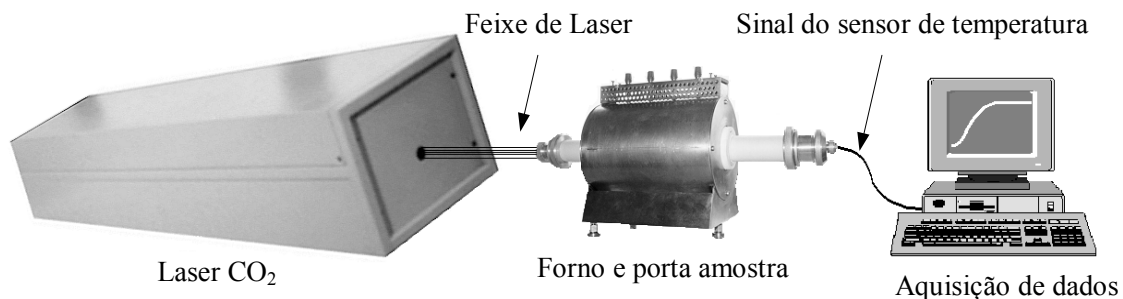


Figura 3. Esquema do Sistema de Medição de Propriedades Termofísicas de Materiais através do Método Flash de Laser do LMPT-CDTN.

O laser de CO<sub>2</sub> (comprimento de onda de 10,6  $\mu\text{m}$ , potência de até 25 W, emissão contínua e diâmetro do feixe de 8 mm) é responsável pela aplicação do pulso de energia na face frontal da amostra (duração mínima de 0,1 s para o obturador atualmente utilizado). Para garantir um fluxo de calor unidimensional, a amostra deve possuir o mesmo diâmetro do feixe do laser (8 mm).

O forno possui um sistema de fixação da amostra que resiste a temperaturas de até 1700°C. O controle da temperatura do forno é realizado por um controlador PID que alimenta uma resistência de aquecimento de Platina com 30% de Ródio.

Os parafusos de fixação da amostra, apresentado na Fig. (4), possuem uma ponta cônica bastante fina para minimizar a área de contato com a amostra e, conseqüentemente, minimizar as perdas de calor por condução.

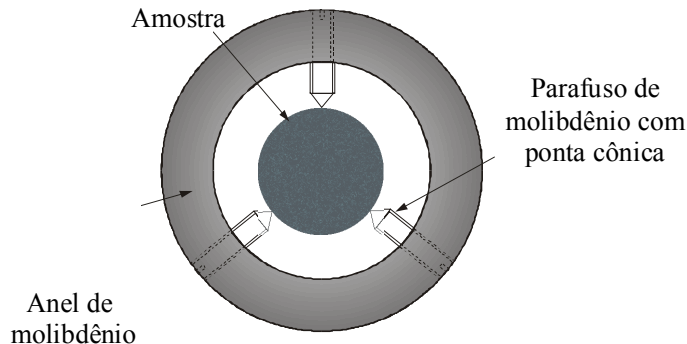


Figura 4. Detalhe do porta amostra.

A potência emitida pelo laser é medida desviando-se o feixe através de uma palheta refletora para uma célula Peltier, Fig. (5). Esta célula gera um sinal de tensão proporcional à energia absorvida e com isso, determina-se o valor de potência emitida. Este sistema é também responsável pelo controle do disparo do pulso de laser sobre a amostra. O disparo ocorre quando o eletroímã ao qual está acoplada a palheta é energizado, girando-a de um ângulo de 90°, possibilitando que o feixe de laser atinja a amostra.

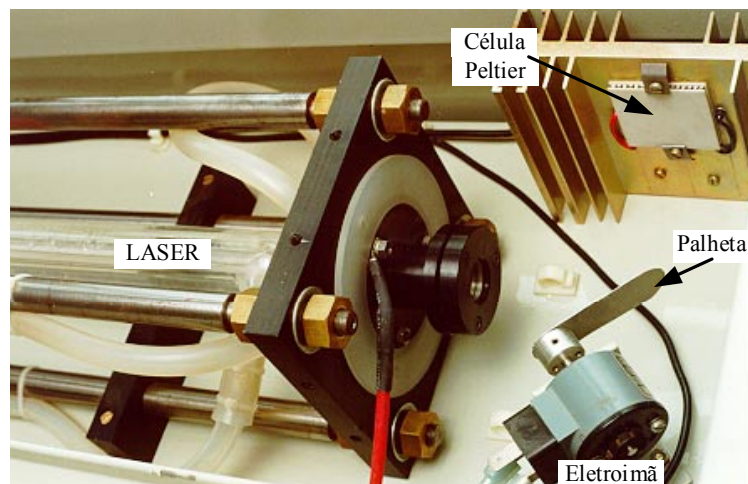


Figura 5. Sistema de medição de potência do laser.

A amostra é montada no porta amostra com o auxílio de um gabarito para garantir o seu perfeito posicionamento no interior do forno tubular e conseqüentemente o seu alinhamento com o feixe do laser.

Assim que o pulso é aplicado na face frontal da amostra, a medição da temperatura na face oposta é automaticamente iniciada. Um período de tempo de 5 s é normalmente suficiente para que ocorra a variação de temperatura necessária para a determinação da difusividade térmica da amostra.

Foi desenvolvido um programa em ambiente Labtech® para aquisição e armazenamento dos dados de temperatura e tempo. Estes dados são tratados de forma a obter os valores da temperatura média,  $T_M/2$  e o instante de tempo para o qual ela ocorreu,  $t_{1/2}$ . Em seguida são calculados os valores de difusividade térmica, calor específico e condutividade térmica da



amostra através das Eqs. (7), (8) e (9). São construídos os gráficos da variação de temperatura na face oposta em função do tempo e de comparação entre a curva teórica e a curva experimental adimensionalizadas. Este último gráfico revela os desvios da curva experimental em relação à curva teórica, causados pelo efeito de tempo de pulso finito, [Cape & Lehman, 1963, Taylor & Cape, 1964, Heckman, 1973 e Takahashi & Murabayashi, 1975] e pelo efeito de perdas de calor [Cape & Lehman, 1963, Heckman, 1973 e Cowan, 1962)].

A densidade do material da amostra pode ser obtida da literatura mas, no caso de novos materiais, o LMPT determina o seu valor através do Método de Penetração e Imersão em Xylol existente no CDTN [Ferreira, 1980]. Uma restrição a este método está na sua capacidade de medição da densidade somente em condições ambientes de temperatura e pressão.

**4. Resultados**

Os resultados iniciais de medição de difusividade térmica foram obtidos através de experimentos realizados em amostras de aço INOX 316, alumina, bronze comercial e ferro puro, à temperaturas entre 20°C e 440°C e pressão atmosférica.

A Figura (6) e a Figura (7) apresentam os gráficos de aumento de temperatura da face oposta para amostras de aço INOX 316 e alumina, respectivamente.

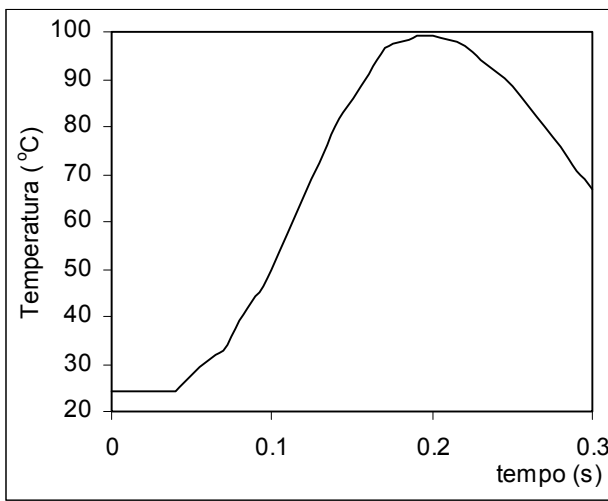


Figura 6. Valores de temperatura na face oposta de amostra de aço INOX 316.

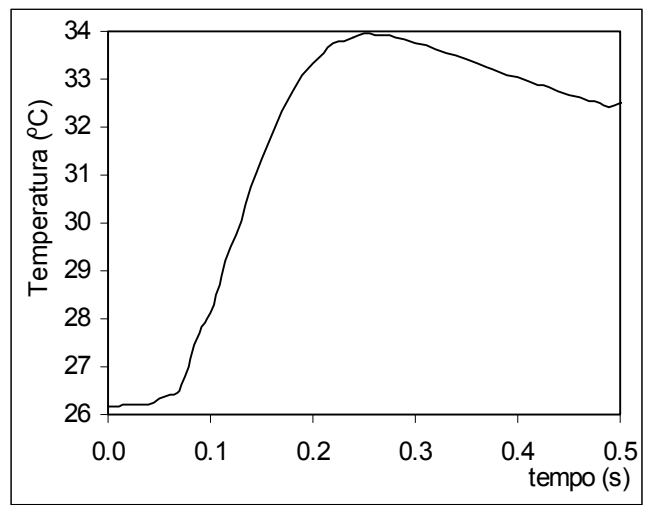


Figura 7. Valores de temperatura na face oposta de amostra de alumina.

A Tabela (1) apresenta os valores obtidos para as amostras com os respectivos desvios em relação aos valores de referência reportados na literatura, [Incropera & Witt, 1990].

Tabela 1 - Resultados de medição de difusividade térmica do LMPT-CDTN.

<i>Material</i>	<i>Espessura (mm)</i>	<i>Diâmetro (mm)</i>	<i>Valor obtido (m<sup>2</sup>/s *10<sup>6</sup>)</i>	<i>Valor de referência (m<sup>2</sup>/s *10<sup>6</sup>)</i>	<i>Desvio (%)</i>
aço INOX 316	1,576	8	3,0	3,48	13,79
Alumina	3,450	8	12,7	11,9	7,06

Estes desvios se devem aos efeitos de perda de calor e de tempo de pulso finito, que podem ser verificados a partir da análise dos gráficos de comparação entre as curvas teóricas e experimentais adimensionalizadas, mostrados na Fig. (8) e na Fig. (9). Ambos os efeitos causam um adiantamento da curva experimental em relação à curva teórica antes do ponto de temperatura média adimensionalizada,  $V = 0,5$ , e um atraso em relação à curva teórica para valores maiores que 0,5. A troca acentuada de calor entre a amostra e o ambiente é responsável pela queda da curva após o ponto de temperatura máxima.

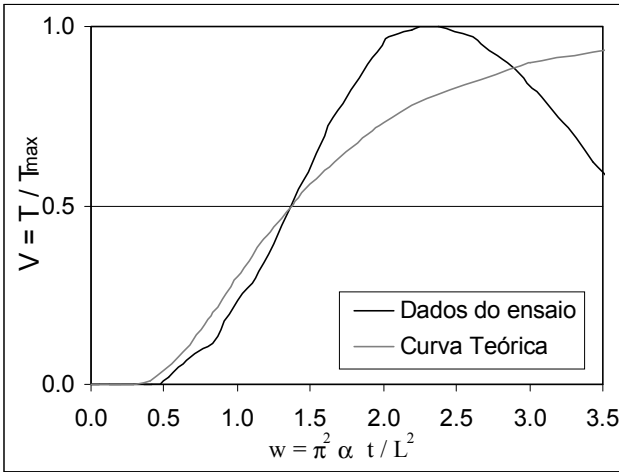


Figura 8. Comparação entre as curvas teórica e experimental para o aço INOX 316.

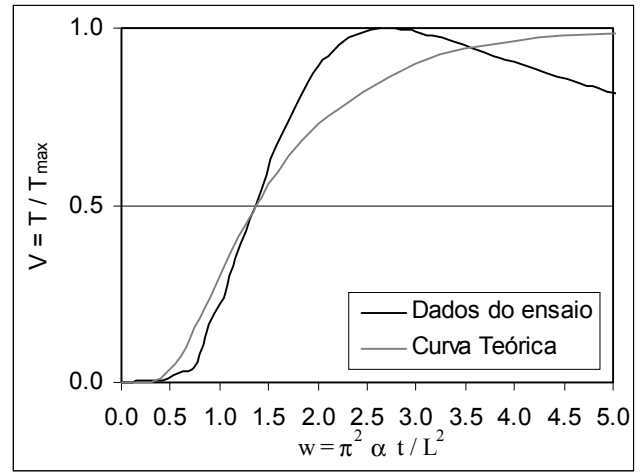


Figura 9 - Comparação entre as curvas teórica e experimental para a alumina.

A Figura (10) e a Figura (11) mostram os valores de temperatura na face oposta das amostras de bronze comercial e ferro puro.

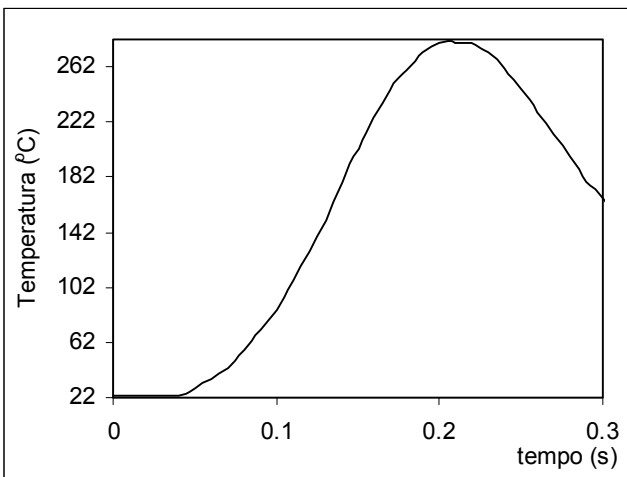


Figura 10. Curva experimental obtida para o bronze comercial.

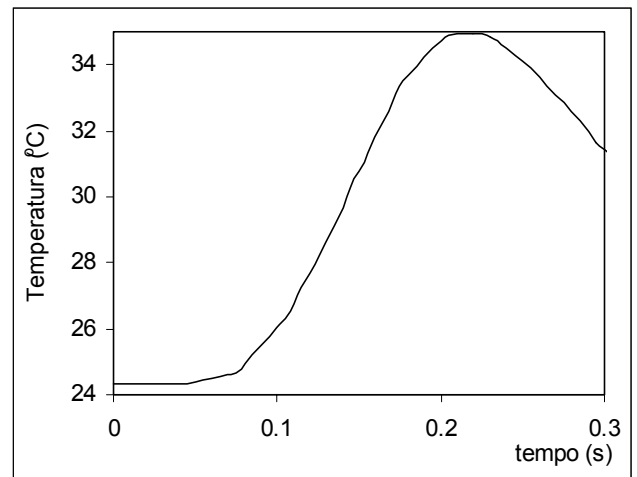


Figura 11 - Curva experimental obtida para o ferro puro.

A composição da amostra de bronze foi determinada através de espectrometria por raios X e foram encontrados basicamente Cu (predominantemente), Sn e Zn e também baixos percentuais de Pb, Fe, Sb e Cd. Já a amostra de ferro foi obtida de um tarugo refundido de ferro puro. Não foram encontrados na bibliografia valores de difusividade térmica para se fazer uma comparação com os valores obtidos nos ensaios.

O valor de difusividade térmica para a amostra de bronze se aproximou bastante da difusividade de materiais similares encontrados na bibliografia. Para a amostra de ferro o valor de difusividade obtido possui a mesma ordem de grandeza em relação ao valor encontrado na literatura.

A Figura (12) e a Figura (13) mostram a comparação entre as curvas teóricas e experimentais para estes dois ensaios.

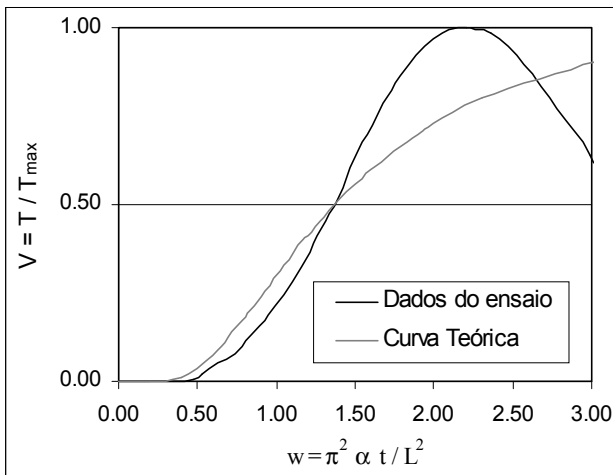


Figura 12. Comparação entre as curvas teórica e experimental para o bronze comercial.

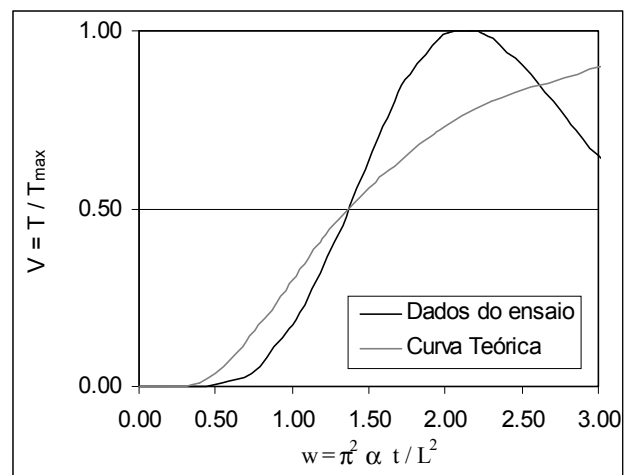


Figura 13 - Comparação entre as curvas teórica e experimental para o ferro puro.

## 5. Conclusão

Este trabalho apresentou o Método do Flash de Laser utilizado no Laboratório de Medição de Propriedades Térmofísicas de Materiais do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (LMPT-CDTN). Os resultados de medições de difusividade térmica realizadas em aço INOX 316, alumina, bronze comercial e ferro puro apresentaram uma boa concordância com os valores reportados na literatura, indicando uma adequada aplicação do método Flash de Laser e da performance do Laboratório

## 6. Referências

- Cape, J. A.; Lehman, G. W; 1963, "Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity", J. Appl. Phys.,34, 1909.
- Carslaw, H. S.; Jaeger, J. C., 1959, "Conduction of Heat in Solids (Oxford University Press, New York, 1959)", 2<sup>nd</sup> ed.,pp.101.
- Clark, L. M. & Taylor, R. E. 1975, "Radiation Loss in the Flash Laser Method for Thermal Difusivity", J. Appl. Phys., 48, 714.
- Cowan, R. D., 1962, J. "Pulse Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures", Appl. Phys., 34, 926.
- Degueldre, C; Takano, M; Ohmichi, T; Fukuda, K; Heimgartner, P; Graber, T.,1998, "Energy Transfer and Thermal Conduivity through Inert Matrix and Nuclear Fuel Analogous Materials", JAERI, Ibacri., 267(1-2), 274.
- Feit, E. & Shaw, H., 1991, "Advances in Thermal Properties Testing at Oak Ridge National Laboratories", Ceramic Bulletin, vol. 70, n<sup>o</sup> 1.
- Ferreira, R. A. N., 1980, "Relatório de Missão do Engenheiro Ricardo Alberto Neto Ferreira na Alemanha".- Relatório de Missão DETS.PD. - 02/80 - Nuclebrás – CDTN.
- Heckman., R. C., 1973, "Finite Pulse-Time and Heat-Loss Effects in Pulse Thermal Diffusivity Measurements", J. Appl. Phys., 44, 1455.
- Holman, J.P., 1994, "Experimental Methods for Engineers", McGraww-Hill Int. Ed, 6<sup>th</sup> ed.
- Incropera, F. P., Witt, D. P., 1990, "Fundamentos de Transferência de Calor e Massa ", editora. LTC, 3<sup>a</sup> ed., pp. 424 - 428.
- Ismail, K.A.R., Gonçalves, M.M., Bevenuto, F.J., 1998, "Instrumentação Básica para Engenharia", Campinas, SP, editora do autor, pp. 396.
- Parker, W. J. et al, 1961, "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity", J. Appl. Phys., 32, 1679.
- Takahashi, Y., 1974, "Heat Capacity Measurements of Nuclear Materials by Laser Flash Method", J. Nucl. Mater., 51, 17.
- Takahashi, Y., Murabayashi, M., 1975, "Measurement of Thermal Properties of Nuclear Materials by Laser Flash Method", Nucl.Sci. Technol., 12[3], 133.

- Taylor, R. E., 1978, "Heat Pulse Thermal Diffusivity Measurement", School of Mechanical Engineering, Purdue University, West Lafayette, Indiana - PRL 154.
- Taylor, R. E., Cape, J. A., 1964, "Finite Pulse-Time Effects in the Flash Diffusivity Thechnique", Appl. Phys. Lett., 5, 212.

## **EXPERIMENTAL BENCH FOR MEASUREMENT OF THERMAL PHYSICS PROPERTIES OF SOLIDS BY THE FLASH LASER TECNIC**

**Pablo Andrade Grossi** - Nuclear Technology Development Center - pabloag@yahoo.com.

**Ricardo Alberto Neto Ferreira** - Nuclear Technology Development Center - ranf@urano.cdtm.br.

**Roberto Márcio de Andrade** - Mechanical Engineering Department of the Minas Gerais Federal University - roberto@demec.ufmg.br.

***Abstract.** In this work the Flash Laser Method utilized in the Materials Thermophysics Properties Measurements Laboratory of the Nuclear Technology Development Center is presented, and the results of measurements performed in Stainless steel 316, Aluminum Oxide, Commercial Brass and Pure Iron are reported. In this method, a flash of radiant energy is applied to one surface of a small disk-shaped sample, and the temperature transient of the opposite face is registered. The thermal diffusivity is calculated from the sample thickness and the time required for the opposite face temperature rise to reach a known percentage of its maximum value. The specific heat is calculated from the absorbed energy, the maximum temperature difference on the opposite face, the density and sample thickness. The thermal conductivity is obtained from the product of the thermal diffusivity, the density and the specific heat. The method is applied to materials whose diffusivities range from  $0.1 \times 10^{-6}$  to  $1000 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ , and from 80 to 2500 K. In addition to more routine measurements on metals, alloys, ceramics, nuclear fuels, semiconductors, composites, liquids and liquid metals, the method has been used to measure the thermal diffusivity of carbon fibers, fiber reinforced materials, individual layers of layered composites, thermal contact conductance at interfaces, and dispersed composites,.*

*Keywords:* flash laser method, measurement of thermal physical properties, thermal diffusivity, materials.

# A INFLUÊNCIA DA DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS DE SiC NAS TENSÕES TÉRMICAS EM COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA

Zoroastro de Miranda Boari

IPEN-CNEN, CENTRO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS, SÃO PAULO

[zoroastr@uol.com.br](mailto:zoroastr@uol.com.br)

Waldemar Alfredo Monteiro

IPEN-CNEN, CENTRO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS, SÃO PAULO

[wamonte@net.ipen.br](mailto:wamonte@net.ipen.br)

Carlos Alexandre de Jesus Miranda

IPEN-CNEN, CENTRO DE ENGENHARIA NUCLEAR - ÁREA DE MECÂNICA ESTRUTURAL, SÃO PAULO

[cmiranda@net.ipen.br](mailto:cmiranda@net.ipen.br)

**Resumo.** *Dados experimentais publicados sobre a distribuição de partículas de SiC em matrizes de alumínio e sua influência na resistência do compósito são revistos neste trabalho. Um modelamento matemático relacionando o material compósito e a distribuição de SiC é muito difícil de ser obtido, mas análises qualitativas indicam que as características microestruturais são muito influenciadas pelos reforços de SiC e sua distribuição. Por exemplo, na matriz adjacente aos reforços de cerâmica há uma realçada nucleação e crescimento de precipitados, especialmente, Mg<sub>2</sub>Si. Desvios na uniformidade da distribuição de reforços podem marcadamente influenciar as características de deformação plástica, embora seus efeitos possam ser negligenciados nas propriedades elásticas. Para o caso da distribuição uniforme, a razão de deformação depende de variáveis físicas e geométricas. Neste caso, o tratamento matemático utiliza técnicas de elementos finitos, método de Eshelby ou mecanismos de discordâncias. O objetivo deste trabalho é mostrar por meio das técnicas de elementos finitos como a distribuição de partículas de SiC em matrizes de alumínio influi nos campos de tensão de longo e curto alcance. Para tanto, recorreu-se ao programa Ansys 5.5, considerando-se apenas cargas térmicas. Primeiramente estudou-se o caso em que as partículas, de forma quadrada e circular, estavam uniformemente distribuídas, procedendo à simulação em regime elástico e, em seguida, analisou-se o caso dos agrupamentos, gerados a partir de disposições aleatórias de partículas, em regime elasto-plástico.*

**Palavras chaves:** *compósitos de matriz metálica, distribuição de SiC em compósitos matriz metálica*

## 1. Introdução

Nos últimos anos, a comunidade científica tem procurado melhorar o desempenho de compósitos de matrizes metálicas. Segundo Taya e Arsenault (1989), os compósitos de matriz metálica têm diversas vantagens que são muito importantes para seu uso como material estrutural, possuindo alta condutividade elétrica e térmica, apresentando alta resistência em ambientes de vácuo, em relação aos polímeros (Yoshimura, 1994), além de poderem ser conformados e tratados como qualquer outra liga metálica (Mourisco, 1995). No entanto, as propriedades mecânicas destes materiais dependem das frações volumétricas, formas, tamanhos e distribuição da fase dispersa, além da microestrutura da matriz.

Nesta área de ciência dos materiais, há uma preocupação constante em representar esse comportamento mecânico dos compósitos por meio de modelamentos matemáticos. No entanto, Withers e Clyne (1993) concordam que, devido à complexidade das interações entre reforços e matriz, é difícil um modelo que represente globalmente a resistência desse material. Além disso, questões, como a distribuição de reforços em matrizes, carecem de modelamento. Segundo pesquisadores consultados (Salvo, 1998; Mortensen, 1998; Tsakirooulos, 1998), um modelamento para a distribuição de reforços seria muito bem vindo, sendo um campo aberto a pesquisas. Assim, este trabalho trata da influência de fatores, tais como microestrutura, forma e distribuição de reforços, na resistência dos compósitos. Para este artigo, a distribuição de tensões ao redor das partículas e dentro dos agrupamentos de reforços foi obtida por meio de elementos finitos, usando o programa Ansys 5.5 e considerando, primeiro a distribuição de tensões térmicas ao redor de partículas igualmente distribuídas e em regime elástico, depois estas tensões em distribuição não uniforme de partículas, submetidas a um regime de tensões elasto - plásticas.

## 2. Compósitos reforçados por partículas

Estes compósitos podem ser classificados em “compósitos de partículas grandes” e “compósitos fortalecidos por dispersão”. A distinção entre os dois, além do tamanho das partículas, está no mecanismo de resistência do material.

As partículas grandes têm dimensões de 0,1 até 50  $\mu\text{m}$  e tendem a restringir o movimento da matriz nas vizinhanças de cada partícula. Assim, a matriz transfere alguma tensão aplicada para as partículas, as quais suportam uma fração da carga (Nardone e Prew, 1985). O grau de resistência mecânica depende da ligação na interface partícula - matriz. As partículas pequenas, compósitos reforçados por dispersão, têm diâmetros entre 0,01 e 0,1  $\mu\text{m}$ . Neste caso, o mecanismo de resistência é similar ao endurecimento por precipitação (precipitação incoerente), com a vantagem de a resistência não desaparecer com a temperatura. A matriz suporta a maior porção da carga aplicada, enquanto as partículas resistem ao movimento de discordâncias.

Em qualquer caso, o módulo de elasticidade do compósito depende da fração volumétrica e do tamanho do reforço, sendo mais dependente da fração volumétrica, embora esta dependência não seja linear (McDanel, 1985).

Em primeira análise, o aumento de resistência mecânica é, portanto, devido à resistência que as partículas de SiC e a densidade de discordâncias ao redor das partículas impõem à movimentação das discordâncias no material.

### 2.1. Uma revisão sobre microestrutura e resistência de compósitos de matriz de alumínio com reforços de SiC

Para Humphreys, Basu e Djazeb (1991) o comportamento mecânico de compósitos não depende apenas da liga da matriz e do reforço, mas também da microestrutura, a qual é função, junto com os dois primeiros fatores, da história do processamento termomecânico do material.

As propriedades mecânicas de compósitos reforçados por fibras contínuas são bem entendidas a partir da teoria de resistência das fibras, por meio da fração volumétrica do reforço e suas propriedades, tais como a sua geometria e módulo de elasticidade, além das características da matriz, estudadas por Kelly e McMillan (1986). Entretanto, em compósitos reforçados por partículas a situação é menos clara e a microestrutura vem a ser um fator relevante.

O refinamento microestrutural e a homogeneização da distribuição de partículas aumentam significativamente a resistência mecânica, à temperatura ambiente, de compósitos que sofreram processo termomecânico. Assim, tratamentos térmicos alteram a densidade de discordâncias e o conteúdo de precipitados, especialmente  $Mg_2Si$ . A combinação de trabalho mecânico e tratamento térmico frequentemente altera o tamanho de grão e a microestrutura do compósito (Humphreys et al, 1991).

O encruamento é outro importante processo de endurecimento, ocorrendo devido a diferenças nos coeficientes de expansão térmica, fazendo as partículas de SiC e os campos de tensão (de curto e longo alcance) interagirem com as discordâncias, reduzindo a sua mobilidade (Meyers e Chawla, 1982). Assim, o encruamento inicial dos compósitos é muito mais alto do que das ligas não reforçadas.

O endurecimento por solução em matrizes de Al - 4%Mg (Humphreys et al 1991), o resfriamento rápido e a recristalização são outros processos que contribuem para a resistência de compósitos de Al/SiC (Miller et al , 1990).

### 2.2. Revisão sobre o comportamento mecânico de compósitos quanto a distribuição uniforme e não uniforme de reforços

Nos últimos anos, o reforço de metais com partículas e fibras têm feito crescer a resistência e dureza, mesmo a altas temperaturas homólogas, dos compósitos. As respostas elásticas do material são bem entendidas, porém para as respostas plásticas, as conclusões não são muito claras. De qualquer maneira, quando se compara compósitos metálicos reforçados por partículas ou “whiskers” com ligas monolíticas, percebe-se que os compósitos apresentam um maior módulo de elasticidade e resistência, porém uma menor ductilidade e tenacidade à fratura.

No caso da distribuição uniforme, as propriedades mecânicas são fortemente dependentes da microestrutura, da morfologia, das dimensões e da fração volumétrica. Neste caso, a resistência mecânica, particularmente, a fluência dependerá de parâmetros físicos e geométricos desses reforços ( Dragone e Nix, 1990).

No entanto, para muitos autores (Taya et al, 1990; Brockenbrough e Suresh, 1990), desvios na uniformidade da distribuição (agrupamentos de reforços) podem influenciar marcadamente as características de deformação plástica, podendo, seus efeitos, serem negligenciados na resposta elástica desses materiais.

Na tentativa de estabelecer os fatores que determinam o comportamento mecânico dos compósitos, vários autores (Taya et al, 1990; Dragone et al, 1990; Brockenbrough et al, 1990; Clegg, 1988; Ananth et al, 1993) citam os mecanismos de resistência desses materiais, tais como transferência de carga da matriz para o reforço, acréscimo de discordâncias no material, tensões térmicas, ligação entre reforços e matriz, nucleação, crescimento e coalescência de vazios na interface entre matriz e reforços, onde, devido à concentração de tensões nas quinas, poderá ocorrer o desligamento do reforço em relação à matriz.

A formação dos agrupamentos parece ser inerente ao processo de fabricação do compósito e o controle da distribuição de reforços é extremamente difícil de ser obtido. O comportamento mecânico dos compósitos é influenciado pelos agrupamentos, variando de acordo com o grau de aglomeração e geometria do reforço (Christman et al, 1989; Tvergaard, 1990).

Para Christman et al (1989), a resistência de compósitos de partículas com distribuição não uniforme parece ser levemente menor que das ligas com distribuição uniforme. Para frações volumétricas baixas de reforço, isto parece ser verdade, no entanto, para frações volumétricas altas, o módulo de elasticidade varia significativamente com a distribuição. A transição entre frações volumétricas baixas e altas depende da forma do reforço e das propriedades elásticas relativas entre as duas fases ( Brockenbrough et al, 1990).

## 3. Simulação em elementos finitos

O compósito estudado é constituído de matriz de liga de Al - Cu (2024) reforçada com partículas de carboneto de silício. O objetivo desta simulação foi determinar os efeitos que a diferença nos coeficientes de expansão térmica entre os constituintes provoca na resistência do material, uma vez que esta diferença produz uma maior densidade de discordâncias ao redor das partículas.

As propriedades físicas da liga de alumínio (Withers e Clyne,1993), usadas na simulação, são: módulo de Young: 73 GPa; massa específica: 2800 Kg/m<sup>3</sup> ; coeficiente de dilatação térmica: 23.6 . 10<sup>-6</sup> C<sup>-1</sup>; coeficiente de Poisson: 0,33; módulo de elasticidade transversal: 50 GPa.

As propriedades físicas do carboneto de silício (Withers e Clyne,1993) estão listadas abaixo: módulo de Young: 450 GPa; massa específica: 3200 Kg/m<sup>3</sup>; coeficiente de dilatação térmica: 4 . 10<sup>-6</sup> C<sup>-1</sup>; coeficiente de Poisson: 0,17; módulo de elasticidade transversal: 190 GPa.

Espera-se que o compósito possua uma combinação dessas propriedades, para ter um bom desempenho enquanto material de engenharia.

Para todos os modelos, usou-se os seguintes parâmetros de temperatura e dimensões de partícula : Temperatura inicial de referência : 500<sup>o</sup>C; Temperatura final : 20<sup>o</sup>C; Dimensão da partícula : L = 0,20 . 10<sup>-6</sup> m

Usou-se o método de elementos finitos dentro do contexto de modelo de célula unitária bi-dimensional cujas condições de simetria e contorno são descritas abaixo:

$$\begin{aligned} u_x &= 0 && \text{(deslocamento em x) ;} && \text{para } x = 0 \\ u_y &= 0 && \text{(deslocamento em y) ;} && \text{para } y = 0 \\ u_x &= -DL && \text{(deslocamento em x) ;} && \text{para } x = 2C + L \\ u_y &= -DL && \text{(deslocamento em y) ;} && \text{para } y = 2C + L \end{aligned}$$

onde DL = (2C+L).23,6 . 10<sup>-6</sup> . 480 (contração da matriz)

Em todos os modelos optou-se por cargas térmicas, para condições de contorno e características do material descritas acima. Conseguiu-se um bom refinamento de malhas para esta etapa de análise em regime elástico.

**3.1. Partículas isoladas**

Considerou-se o modelo de uma partícula quadrada e outro de partícula circular na base de alumínio (Fig. (1)). Neste modelo a dimensão da matriz é C = 10.L com o objetivo de verificar a influência da forma da partícula na distribuição de tensão, ou seja, verificar quão maior é a concentração de tensão na quina da partícula quadrada.

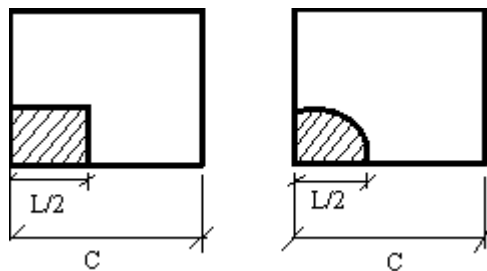


Fig. (1) - Modelos de partículas isoladas, uma quadrada e outra circular em matriz de alumínio

**3.2. Arranjo simétrico pentagonal e arranjo simétrico quadrado de partículas**

Neste arranjo as partículas estão uniformemente distribuídas, nas configurações mostradas na Fig. (2), onde se vê o caso de partículas quadradas e o caso de partículas circulares. O objetivo desta configuração é verificar a influência na distribuição de tensões ao redor de uma partícula devido à presença das outras e qual a diferença nos campos de tensão quando trocamos as formas dessas partículas.

A Fig. (2) apresenta o modelo pentagonal (a, c) e o modelo quadrado (b, d). O objetivo é saber se, trocando a configuração, de pentagonal para quadrado, haverá diferenças na distribuição de tensões e se a forma da partícula para cada tipo de disposição é um fator importante para a determinação dessas tensões.

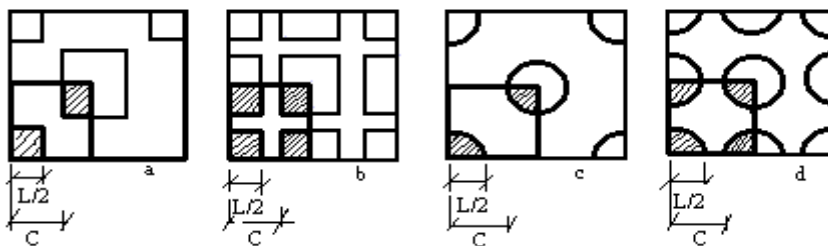


Fig. (2) - Modelo (a,b) com disposição pentagonal de partículas quadradas e circulares em matriz de alumínio e modelo (c,d) representando o arranjo quadrado de partículas quadradas e circulares

Para testar a influência de uma partícula sobre a sua vizinha mais próxima, foram feitas simulações para as duas configurações, nas quais usamos aproximações sucessivas de partículas, variando C de acordo com os seguintes valores: 10,0L ; 5,0L ; 4,0L ; 3,5L ; 3,0L ; 2,5L ; 2,0L; 1,5L. Usou-se como referência somente os efeitos da variação da temperatura e as condições de simetria e de contorno referiram-se às restrições de deslocamento.



Para o presente estudo sobre a influência da distância entre partículas de carboneto de silício, uniformemente distribuídas em matriz de alumínio, optou-se por calcular e plotar as tensões equivalentes de von Mises.

**4. Resultados e discussões**

**4.1. Partículas isoladas**

A Fig. (3) mostra as curvas de isotensão para os casos de partículas quadradas e circulares. Podemos notar que no caso de partículas quadradas, devido às quinas, há alta concentração de tensões ao redor destas, o que produz nos cantos vivos uma deformação plástica, portanto um encruamento acentuado, uma vez que a tensão nessa região é elevada, facilitando os mecanismos de resistência. No entanto, nesta região pode haver nucleação de vazios, mesmo a deformações baixas, levando a interface à degradação, de tal maneira que o desligamento torna-se inevitável (Devorak,1990). Algumas explicações, notadamente de Christman, Needleman e Suresh (1989) levam a crer que a interface seja mais complexa que o que tem sido modelado. Além disto, tensões residuais podem provocar a quebra do reforço e coalescência de vazios. Também nos cantos vivos, devido à concentração de tensões, pode-se ter fluência terciária, levando o material à falha.

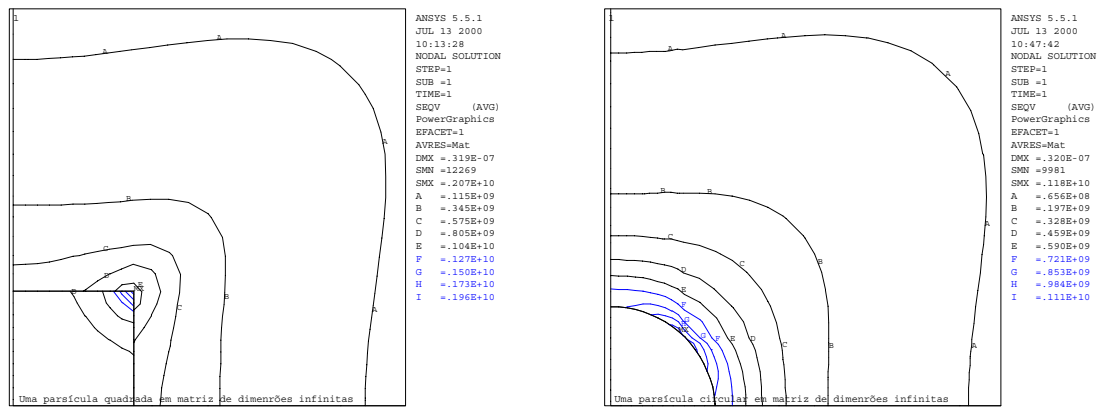


Fig. (3) - Modelo de partícula isolada.

Em relação às partículas circulares, notamos que as tensões nestes casos são menores que àquelas das partículas quadradas, não se esquecendo que é muito difícil encontrarmos partículas perfeitamente circulares. Assim, as partículas quadradas são mais reais, por apresentarem cantos vivos (Christman et all, 1989). Notamos também que a tensão máxima ocorre bem próximo da quina da partícula quadrada e também muito próximo do contorno da partícula circular, o que, neste caso, concordaria com as observações de Shen, Y.L. et all (1994).

Partículas quadradas exibem maior resistência que partículas circulares. As curvas de isotensão das figuras acima mostram pontos onde os níveis de tensão superam muito o limite de escoamento do alumínio (175 MPa), o que levaria o material ao colapso, se não fosse o fato de a matriz permitir, por ser dúctil, grandes deformações plásticas, surgindo altas densidades de discordâncias ao redor das partículas e, assim, aparecendo os mecanismos de resistência do material. Estes mecanismos surgem quando o material, que está sob grande carga, tende a deformar-se plasticamente, movimentando discordâncias, as quais, encontrando as altas densidades de discordâncias ao redor das partículas, apresentam grandes chances de se anularem mutuamente, dificultando, assim, a deformação do material. Além disso, para ligas de alumínio com 4% Mg, aparecem ao redor das partículas, precipitados Mg<sub>2</sub>Si, aumentando a possibilidade de haver endurecimento por precipitação, além de contar com a produção, devido a altas energias de deformação, de discordâncias geometricamente necessárias.

No encruamento há uma faixa longa de tensão, a qual é originada de uma deformação não relaxada na interface partícula - matriz. Esta tensão pode ser avaliada pelo método da inclusão equivalente de Eshelby. Esta tensão elástica alta em torno das partículas favorece a produção de precipitados Mg<sub>2</sub>Si próximo dessas partículas. Os cálculos, segundo Eshelby, não prevêem uma relaxação plástica que sempre ocorre em regiões de alta energia de deformação. Esta relaxação plástica produz as discordâncias geometricamente necessárias ( "punching dislocation": emaranhado de discordâncias que tem a finalidade de aliviar as tensões térmicas - tensões elásticas) ( Clyne e Withers, 1993; Ashby e Johnson, 1969; Taya et all,1990).

**4.2. Arranjos simétricos - Distribuição uniforme de partículas**

A Fig. (4) mostra os efeitos da aproximação mútua de partículas quadradas e circulares na resistência do material compósito, para o caso de configuração pentagonal. Estas aproximações sucessivas foram obtidas, fazendo variar  $C = a_n / L$ , onde  $a_n = 10,0; 5,0; 4,0; 3,5; 3,0; 2,5; 2,0; 1,5$

Para  $C = 10,0L$ , não se notou diferença significativa em relação a  $C = 5L$ . As maiores interações entre partículas ocorreram no intervalo  $1,0 < a_n < 5,0$ .

Usou-se o mesmo método de aproximação mútua entre partículas circulares e os dados de tensões máximas e mínimas foram reunidos na Tab. (1). abaixo e construído o gráfico para comparação.

Tab. (1) - Tensões máximas e mínimas em função da distância C no arranjo pentagonal. Medidas em MPa

C		5,0L	4,0L	3,5L	3,0L	2,5L	2,0L	1,5L
PARTÍCULAS QUADRADAS	SMN	59,0	55,7	52,9	48,6	41,8	29,7	5,57
	SMX	1760	1740	1740	1750	1770	1830	2220
PARTÍCULAS CIRCULARES	SMN	60,5	57,9	55,8	52,6	47,4	38,2	19,9
	SMX	1160	1170	1180	1190	1210	1230	1290

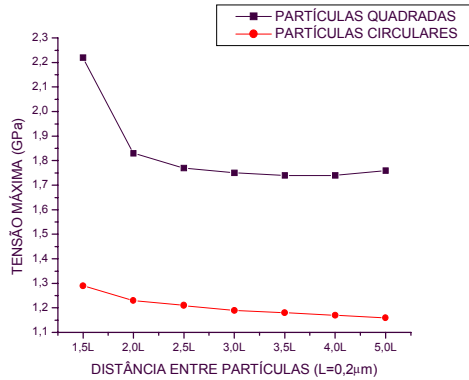


Fig. (4) - Tensões máximas em função da distância entre partículas para o arranjo pentagonal de partículas quadradas e partículas circulares

O gráfico acima (Fig. (4)) mostra que as formas das partículas são determinantes para a diferença entre os níveis de tensões térmicas. As partículas quadradas induzem um valor muito maior de tensão máxima que as partículas circulares. Esta tensão chega a ser aproximadamente 70% maior para partículas quadradas do que para partículas circulares, quando a distância entre as partículas de mesma forma é de 1,5L. Quando nos referimos às tensões mínimas o quadro muda. As tensões mínimas são maiores para as partículas circulares do que para as partículas quadradas. No entanto, estas tensões estão bem abaixo do limite de escoamento do material no ponto em que elas ocorrem, em qualquer um dos casos.

Olhando para os gráficos concluímos que a forma da partícula é mais importante que a distância entre elas, nas condições de distribuição uniforme, pois para as várias aproximações discriminadas na Tab. (1)., as diferenças maiores entre as tensões máximas não chegam a 28% para partículas quadradas e 12% para as partículas circulares. Estes dados estão de acordo com as previsões de vários autores ( Zhirui et all,1993;Virro et all,1990; Ferry et all,1993 )

A Fig. (5) indica os campos de tensão nos casos em que as partículas são quadradas e as dimensões do modelo são 5L e 1,5L, ou seja, nos casos em que as partículas foram bastante aproximadas. Verifica-se, desta maneira, que a distribuição de tensões modifica-se muito. No primeiro caso, para 5L, a interferência entre os campos de tensão gerados por cada partícula individualmente, é praticamente nula, ou seja, quase não há interação entre as partículas. Se compararmos a Fig. (5 a) com a Fig. (3) correspondente, verificamos que a forma do campo de tensões é basicamente a mesma, sendo também pequena a diferença entre os valores de tensão.

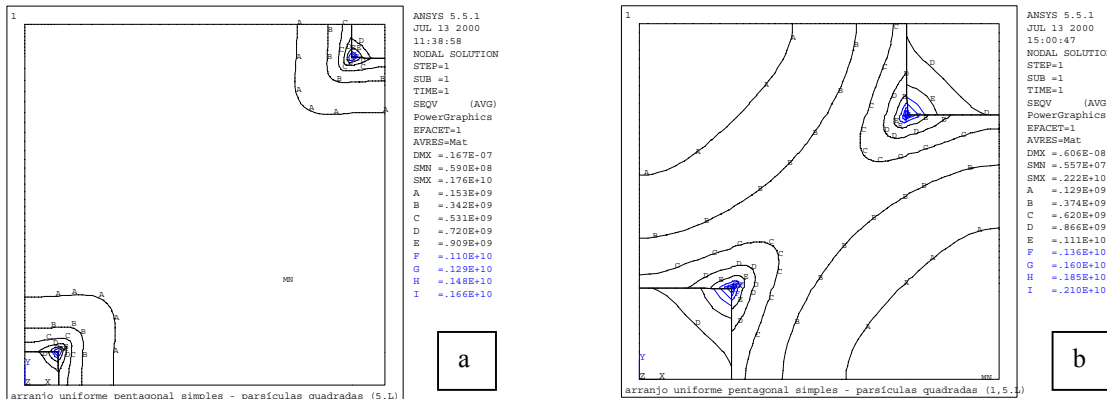


Fig. (5) - Modelo de partículas quadradas.  
(a) Afastamento entre partículas igual a 5L / (b) afastamento entre partículas igual a 1,5L

Analisando a Fig. (5b), podemos verificar a grande interação entre os campos de tensão quando as partículas estão muito próximas. A distribuição de tensões é bem diferente do caso analisado no item anterior, onde tensões maiores ocorrem em pontos mais próximos das partículas, isto é, elas estão concentradas em torno das partículas, enquanto que no caso de partículas mais próximas o "espalhamento" dessas tensões é maior.

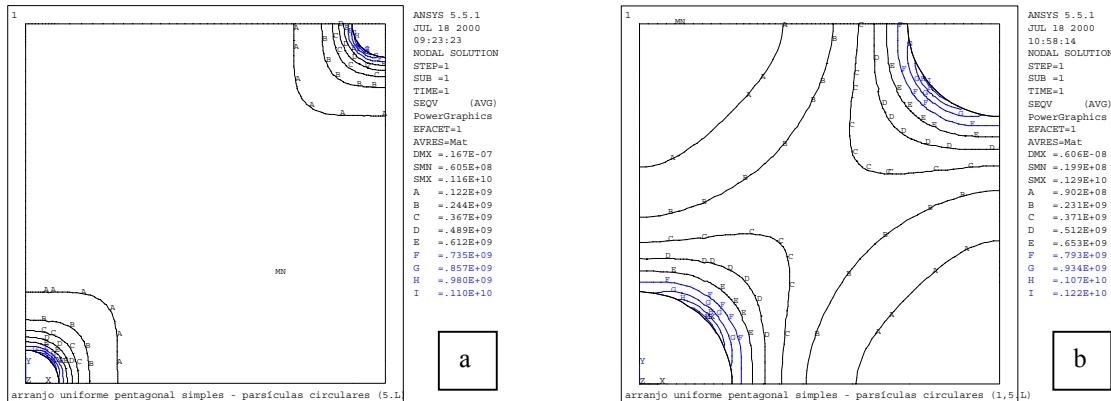


Fig. (6) - Modelo de partículas circulares.  
(a) Afastamento entre partículas igual a 5L / (b) Afastamento entre partículas igual a 1,5L

A Fig. (6) representa os campos de tensão para partículas circulares. Neste caso, também se percebe a influência da aproximação das partículas sobre o campo de tensões. A configuração do campo é parecida com a do caso anterior, porém os níveis de tensão são menores, chegando a ser bem menores em pontos afastados do contorno da partícula para a dimensão de 5,0L. Comparando a forma quadrada de partícula com a forma circular, quando estas estão bem próximas, nota-se um campo de tensão bem mais intenso para as partículas quadradas do que para as partículas circulares, considerando modelos de mesmas dimensões, o que está de acordo com as previsões de Christman et all (1989).

Na configuração seguinte, arranjo quadrado, (Fig. (7) e (8)) verificou-se uma inversão de efeitos. O arranjo de partículas circulares produziu um conjunto de tensões maiores que o arranjo de partículas quadradas, para as várias aproximações efetuadas, contrariando as previsões. A diferença entre tensões máximas para a distância interpartícula de 1,5L é muito maior entre as duas formas de partículas do que quando a distância entre estas é de 5L. Considerando as figuras a seguir, podemos afirmar que o arranjo de partículas quadradas apresenta um bom refinamento de malhas em toda a extensão do modelo, no entanto, na configuração de partículas circulares o refinamento é bom em uma diagonal, porém na outra, as malhas grosseiras não permitiram um bom traçado das curvas de isotensão, influenciando na precisão dos resultados.

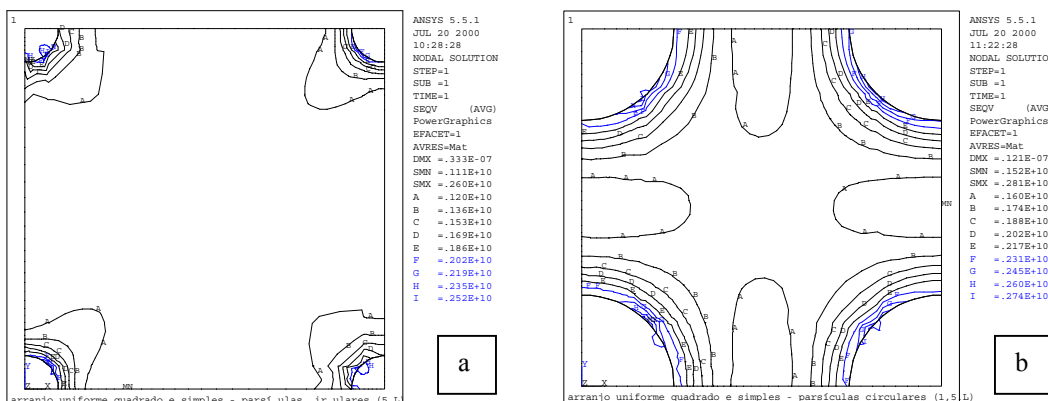


Fig. (7) - Modelo de partículas circulares.  
(a) Afastamento entre partículas igual a 5L (b) Afastamento entre partículas igual a 1,5L

A Fig. (7) indica os campos de tensão para partículas circulares e a Fig. (8) mostra a distribuição de tensões para partículas quadradas, todas obtidas por meio do arranjo quadrado. No modelo de 5,0L, onde as partículas estão muito afastadas entre si, não há quase interação entre os campos de tensão produzidos pelas partículas individualmente, porém quando aproximamos estas partículas nas dimensões indicadas pelas Fig. (7b) e (8b), verificamos uma grande interação entre os campos de tensão.

Observando estas figuras, podemos notar a diferença entre os traçados das curvas de isotensão, a qual ocorre por causa da forma, já que as outras grandezas, físicas e geométricas, mantiveram-se constantes.

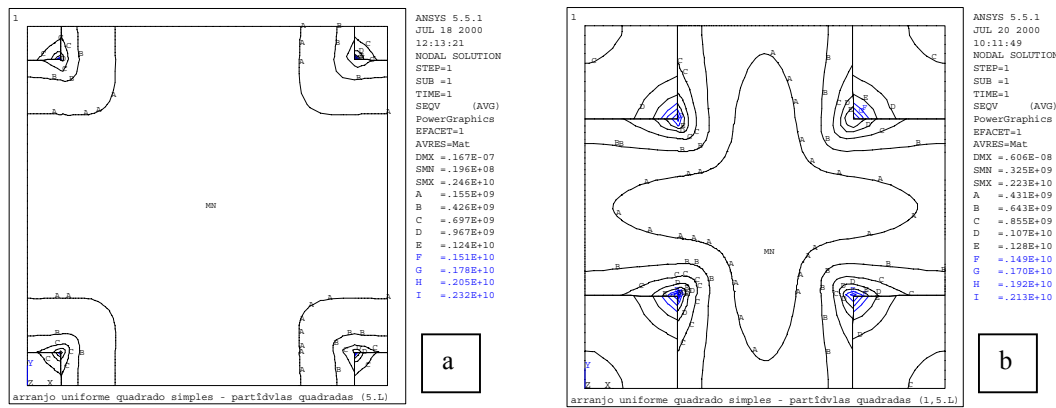


Fig. (8) - Modelo de partículas quadradas.  
 (a) Afastamento entre partículas igual a 5L / (b) Afastamento entre partículas igual a 1,5L

#### 4.4. Comentários

Em alguns casos modelados, especialmente no arranjo quadrado de partículas circulares, ocorreram imprecisões devido às limitações do programa cujo número máximo de nós (8000) não permitiu um grande refinamento de malhas. A análise referiu-se apenas a tensões térmicas devido às diferenças nos coeficientes de dilatação dos materiais, ou seja, o modelo não sofreu a ação de outras cargas que não fossem as térmicas.

Quando comparamos configurações diferentes de distribuição uniforme, percebemos que as tensões térmicas são fortemente afetadas por esta diferença de distribuição, ou seja, no caso do arranjo quadrado, desenvolvem-se tensões muito maiores do que no caso do arranjo pentagonal, para qualquer forma de partícula. Esta previsão está de acordo com vários pesquisadores (Christman et al, 1989; Komenda et al, 1991; Sorensen, 1991; Gehanno et al, 1991) que concordam com a proposição de que a distribuição de partículas influi na resistência do material compósito por afetar a distribuição de tensões na matriz. Além da configuração, a forma da partícula e o seu tamanho alteram o campo de tensões no material, colaborando para o desenvolvimento dos mecanismos de resistência deste. O método de elementos finitos usado neste artigo, baseado na mecânica do contínuo, permite determinar a distribuição de tensões e, assim, estudar a sua influência na resistência do material, sendo que a precisão do método depende das condições fornecidas, o que implicará também num refinamento maior ou menor de malhas. No entanto, este método não é o único, existindo, por exemplo, o princípio da inclusão de Eshelby para a determinação destas tensões.

#### 5. Distribuição não uniforme

Um outro fato importantíssimo é a ocorrência da distribuição não uniforme de reforços. Como na prática as partículas não são exatamente circulares ou perfeitamente quadradas e a distribuição nunca é uniforme, foi feita uma simulação com partículas dispostas aleatoriamente na base de alumínio, contando com formas e tamanhos variados. Isso foi possível usando-se o gerador de números aleatórios do programa Ansys 5.5. A mecânica desta obtenção foi a seguinte:

- 1<sup>o</sup>) Gerou-se números aleatórios que se tornaram os centros das partículas;
- 2<sup>o</sup>) Os números gerados acima tornaram-se origens de sistemas de coordenadas com o objetivo de, a partir dessas origens, gerar-se outros números aleatórios, dentro dos limites de L, que se tornaram pontos dos contornos das partículas;
- 3<sup>o</sup>) Depois de geradas as partículas, ocupando posições aleatórias e com formas e tamanhos diferentes, porém com dimensão máxima igual a L, procedeu-se a produção das malhas e a elaboração das condições de contorno e simetria para a simulação, considerando regime elasto - plástico

Este trabalho mostra a possibilidade de modelar a distribuição não uniforme das partículas, para que se possa ter uma resposta mecânica mais realista do material, estudando o mecanismo de resistência dos compósitos a partir dessa realidade. Para tanto, construíram-se modelos em elementos finitos, onde as partículas são geradas em quantidade, em posições e com formas e dimensões aleatórias. Com algumas mudanças, estes modelos, assim como os anteriores, permitem determinar, ao redor das partículas, no regime linear, as tensões de von Mises, além de permitir análise plástica, a partir das altas tensões térmicas geradas. Nos modelos, o refinamento de malhas está no limite da versão disponível no programa, o qual é, no máximo, de 8000 nós.

A Fig. (9) indica a configuração e o comportamento de tensão obtidos com uma rodada do programa. O objetivo é mostrar o número máximo de partículas que se conseguiu na rodada. A lógica desenvolvida para gerar a malha não permite que haja superposição de partículas, o que leva à eliminação de algumas delas, isto é, pede-se para o programa gerar 50 partículas no modelo. As que se superpõem, sofrerão um processo de eliminação, onde permanecerá apenas uma.

A Fig. (9) mostra alguns agrupamentos e os níveis de tensão que ocorrem ao redor dos reforços nesses agrupamentos. Neste caso apresentado, fez-se a análise no regime plástico. Como a disposição dos reforços não se repete, se forem gerados outros modelos, em cada caso teremos uma distribuição de tensões diferente e, portanto, um comportamento mecânico diferente do material. Neste modelo de distribuição não uniforme, a única carga aplicada é a decorrente das diferenças nos coeficientes de expansão térmica entre o carboneto de silício e a matriz de alumínio. Além das propriedades físicas, já descritas, dos materiais para o modelo em elementos finitos de distribuição não uniforme, vamos listar abaixo os parâmetros de temperatura e os limites máximos de dimensões das partículas, lembrando que as condições de simetria e de contorno aplicadas são as mesmas já definidas no item 3.

- 1) Temperatura inicial de referência: 500°C
- 2) Temperatura final de referência: 20°C
- 3) Dimensão máxima que a partícula deve ter em uma direção:  $L = 0,2 \cdot 10^{-6}$  m
- 4) Dimensão do modelo:  $C = 2,0 \cdot 10^{-6}$  m

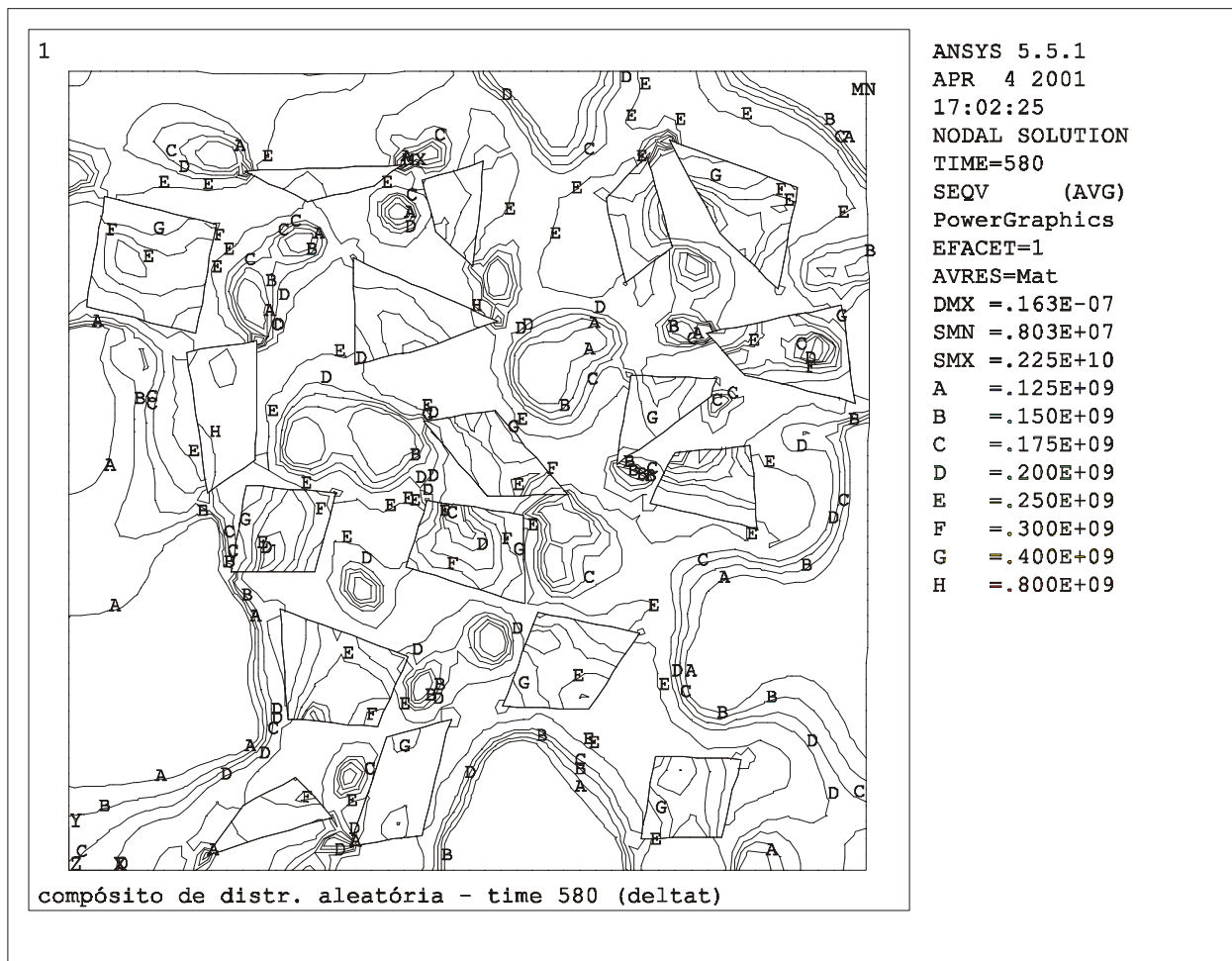


Fig. (9) - Modelo de partículas dispostas aleatoriamente e os campos de tensão gerados por carga térmica

### 5.1. Resultados e discussões

Como se pode perceber na Fig. (9), há concentrações de partículas em regiões da matriz. Estes agrupamentos produzem configurações diferentes nos campos de tensão em relação à distribuição uniforme de reforços, influenciando no comportamento mecânico do material. Muitos autores ( Taya et all,1990; Miller et all, 1990; Dragone et all,1990; Brockenbrough et all, 1990; Christman et all,1989; Tvergaard, 1990) tratam do problema da distribuição e são unânimes em afirmar que a resistência do compósito é função da concentração de partículas. Nestas regiões de grande número de reforços, as densidades de discordâncias são maiores do que em regiões livres de partículas. Resta-nos supor que haverá diferenças de resistência entre estes materiais e aqueles que possuem distribuição uniforme de partículas. Além disto, nos agrupamentos, onde a rigidez do material é maior do que em regiões de menor concentração de partículas, haverá maior possibilidade de aparecerem fraturas na matriz, desligamento entre reforço e matriz, precipitados ( para o caso de matriz de liga de alumínio) e quebra do reforço.

Os fenômenos descritos acima podem ser comprovados, medindo, por meio do modelo, os níveis de tensão nos agrupamentos de partículas. Por meio de uma indexação desses agrupamentos de partículas é possível, considerando

várias rodadas do programa, estabelecer uma correspondência entre os agrupamentos e as tensões desenvolvidas e, portanto, uma relação com os mecanismos de resistência, tal como a formação das altas densidades de discordâncias geometricamente necessárias. Esta indexação representará uma propriedade geométrica ou física do agrupamento, por exemplo, o percentual de área de partícula por unidade de superfície de matriz. Este valor percentual será uma medida do agrupamento de reforços, sendo um meio de se obter uma função entre essa indexação e a resistência do compósito.

## 6. Referências

- Ananth, C.R.; Chandra, N; Murali, K; Garmestani, H. , 1993 - Effect of Inelastic Material Behavior on Residual Stresses in Metal - Matrix Composites - Florida A&M university - Conference : Advanced Composites 93; International Conference on Advanced Composite materials, Wollongong Australia - Publ.: The Minerals, Metal & Materials Society, USA, pp1317 - 1324.
- Ashby, M.F.; Johnson, L. , 1969 - On the Generation of Dislocation at Misfitting Particles in a Ductile Matrix - Phil. Mag. vol. 20, pp 1009 - 1022.
- Brockenbrough, J. R.; Suresh, S. , 1990 - Plastic Deformation of Continuous Fiber - Reinforced Metal - Matrix Composites: Effects of Fiber Shape and Distribution - Alcoa Research Laboratory and Brown University - Scripta Metallurgica et Materialia - Vol. 24, pp325 - 330.
- Christman, T; Needleman A.; Suresh, S., 1989 - An Experimental and Numerical Study of Deformation in Metal - Ceramic Composites- Brown university - Providence- U.S.A.- Acta Metall. V. 37, No. 11, pp 3029- 3050.
- Clegg, W.J. , 1988 - A Stress Analysis of the Tensile Deformation of Metal - Matrix Composites - ICI Advanced Materials, Runcorn , England - Acta Metall. Vol. 36, No 8, pp 2141 - 2149.
- Clyne, T.W.; Withers, P.J., 1993 - An Introduction to Metal Matrix Composites - Cambridge University Press - First Ed.
- Devorak, G. J. , 1990 - Inelastic Deformation of Composite Materials - IUTAM Symposium, Troy, New York - pp 309 - 323.
- Dragone, T.L.; Nix, W.D. , 1990 - Geometric Factors Affecting The internal stress Distribution and High Temperature creep Rate of Discontinuous Fiber Reinforced Metals- Stanford University-U.S.A.- Acta Metall. Vol. 38, No. 10 pp. 1941- 1953.
- Ferry, M; Munroe, P. R.; Crosky, A.; Chandra, T. , 1993 - The Effect of Particulate Distribution on the Grain Size Distribution in an Aluminum 2014 / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PMMC - University of New South Wales - Conference: Advanced Composite 93: International Conference on Advanced Composite Material, Wollongong, Australia - The Minerals Metals & Materials Society, USA, pp 1259 - 1264.
- Gehanno, H; Brechet, Y.J.M. , 1991 - Effect of Particle Distribution on Internal Stresses in a Fibre - Reinforced Composite: An Analytical Approach. - Domaine Universitaire de Grenoble - France - Conference: Metal - Matrix Composites, Processing, Microstructure and Properties - Publ: Riso National laboratory, Materials Department P.O. box 49, DK- 4000, pp 355-360
- Humphreys F. J.; Basu, A.; Djazeb, M.R. , 1991 - The Microstructure and Strength of Particulate Metal - Matrix Composites- Conference: Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties - Publ: Riso National Laboratory, Materials Department, P.O. Box 49, DK - 4000 - Roskilde denmark; pp 51 - 66; 1991.
- Kelly, A.; McMillan, N.H.. - Strong Solids. 3<sup>o</sup> Ed. Oxford Science Publications
- Komenda, J. ; Henderson, P. J. , 1991 - Microstructure and Creep Properties of an Aluminum Alloy / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Fiber Composite - Swedish Institute for Metals Research - Conference: Metal Matrix Composites: Processing Microstructure and Properties - Riso National Laboratory - Materials Department - Roskilde, Denmark, pp 449 - 454
- McDanel, D.L. , 1985 - Analysis of Stress- Strain, Fracture and Ductility Behavior of Aluminum Matrix Composite Containing Discontinuous SiC- Reinforcement- Nasa- Cleveland - U.S.A. Metallurgical Transactions- V. 16A, pp. 1105- 1115.
- Meyers, M. A. e Chawla, K. K. , 1982 - Princípios de Metalurgia Mecânica, 1<sup>o</sup> Ed.- Editora Edgard Blücher Ltda. - São Paulo.
- Miller, W.S.; Humphreys, F.J. , 1990 - Strengthening Mechanisms in Particulate Metal Matrix Composite- Imperial College- London- Scripta Metallurgica - V. 25, pp 33-38.
- Mortensen, A, 1998 - Comunicação Particular - Escola Politécnica de Lausanne - Suíça- mortensen@dmx.epfl.ch.
- Mourisco, A.J. , 1995 - Preparação e Caracterização de Compósito de Matriz de Alumínio 1100 com Partículas de SiC por Metalurgia do Pó - Dissertação de Mestrado- IPEN - São Paulo.
- Nardone, V.C.; Prew, K.M. , 1985 - On The Strength of Discontinuous SiC - Reinforced Aluminum Composites - United Technologies Research Center - U.S.A - Scripta Metallurgica V. 20 pp 43 - 48.
- Salvo, Luc, 1998 - Comunicação Particular - Labo GPM2-ENSPG - Universidade de Grenoble - França - luc.salvo@gpm2.inpg.fr.
- Shen, Y. L.; Finot, M.; Needleman, A.; Suresh, S. , 1994 - Effective Elastic Response of Two - Phase Composites. - Acta Metall. Mater. Vol. 42, No.1, pp 77 - 97.
- Sorensen, Niels, 1991 - Effects of Clustering on the Creep Properties of Whisker Reinforced Aluminum - Conference: Metal - Matrix Composites, Processing, Microstructure and Properties - Publ: Riso National Laboratory, Materials Department P.O. Box 49,DK - 4000, pp 667 - 673.

- Taya, M. ; Arsenault R.J. , 1989 - Metal Matrix Composites - Thermomechanical Behavior - Pergamon Press- First Edition.
- Taya, M.; Lulay, K.E.; Lloyd, D.J. , 1990 - Strengthening of a Particulate Metal Matrix Composite by Quenching- University of Washington - Seattle-U.S.A.- Acta Metall. Vol.39.No.1, pp. 73-87.
- Tsakiroopoulos, Panos, 1998 - Comunicação particular - Universidade de Surrey - Reino Unido - p.tsakiroopoulos@surrey.ac.uk.
- Tvergaard, V. , 1990 - Analysis of Tensile Properties For a Whisker-Reinforced Metal-Matrix Composite- Department of Solid Mechanics- The Technical University of Denmark, Lyngby, Denmark - Acta Metall. Mater. V38, No 2, pp 185 - 194.
- Virro,P; Pilling, J. ,1990 - Superplasticity in Spray Deposited AA - 7475 with SiC Reinforcement - Michigan Technological University - Conference: Superplasticity in Aerospace II, Anaheim, California, USA - The Minerals, Metal & Materials Society, pp 47 - 63.
- Yoshimura, H. N., 1994 - Produção e Caracterização de Compósito de Matriz de Alumínio Reforçada com Partículas de SiC obtidos por Extrusão de Pó - Dissertação de Mestrado- Eng. Metalúrgica E.P. USP- São Paulo.
- Zhirui, W; Tzi - Kang, Z; Lloyd, D. J., 1993 - Stress Distribution in Particulate - Reinforced Metal - Matrix Composite Subjected to External Load - University of Toronto - Metallurgical Transaction A, Vol. 24 A, (1), pp197 - 207.

#### THE INFLUENCE OF PARTICLES DISTRIBUTION ON THERMAL STRESSES IN METAL MATRIX COMPOSITES

Zoroastro de Miranda Boari

IPEN-CNEN, MATERIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY DEPARTMENT, SÃO PAULO

[zoroastr@uol.com.br](mailto:zoroastr@uol.com.br)

Waldemar Alfredo Monteriro

IPEN-CNEN, MATERIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY DEPARTMENT, SÃO PAULO

[wamonte@net.ipen.br](mailto:wamonte@net.ipen.br)

Carlos Alexandre de Jesus Miranda

IPEN-CNEN, NUCLEAR ENGINEERING - STRUCTURAL MECHANICS DEPARTMENT, SÃO PAULO

[cmiranda@net.ipen.br](mailto:cmiranda@net.ipen.br)

**Abstract.** *This work reviews some experimental results that have been published about aluminum matrix reinforced with SiC distribution and their influence in composite material resistance. It is too difficult to obtain a mathematical model relating the composite material and SiC distribution, but qualitative analyses indicate that micro structural characteristics were very influenced by SiC particulate distribution. For example, in the matrix adjacent to the ceramic reinforcement there are an enhanced nucleation and growth of the precipitates, specially Mg<sub>2</sub>Si. Recent studies recognized that deviations from the periodicity of reinforcement distribution can markedly influence the plastic deformation characteristics even when they have a neglected effect on the elastic properties. For over all constructive response of the composite is influenced by the physical and geometrical properties of the reinforcing phases. The finite element method, the Eshelby method and dislocation mechanisms are usually employed in formulation of the constitutive response. The aim of this work is to show the stress distribution around the particles and inside the clusters. The finite element code used for the present study was Ansys 5.5, it was primarily only considered thermal stress distribution around particles equally distributed and evolution of the elastic stresses. Afterwards, this study has analysed the non uniform distribution of particles and the evolution of the elastic-plastic stresses.*

**Keywords:** *metal matrix composites, distribution of SiC in metal matrix composites*

FRICTION DISTRIBUTION COEFFICIENT STUDIES USING ATOMIC FORCE  
MEASUREMENTS ON DIAMOND-LIKE AND MOLYBDENUM DISULFIDE**Lúcia Vieira Santos**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais –LAS/INPE - São José dos Campos/SP

**Vladimir Jesus Trava Aioldi**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais –LAS/INPE - São José dos Campos/SP

**Koshun Iha**

Instituto Tecnológico da Aeronáutica –ITA/CTA - São José dos Campos/SP

**Richard Landers**

Universidade Estadual de Campinas –UNICAMP - Campinas/SP

**Marcos Massi**

Instituto Tecnológico da Aeronáutica –ITA-CTA - São José dos Campos/SP

**Abstract**

In this work molybdenum disulfide ( $\text{MoS}_2$ ) and DLC friction distribution have been studied by LFM (Lateral Force Microscopy) technique for friction measurements. Using RF magnetron sputtering has performed the deposition of  $\text{MoS}_2$  and DLC. The tribological properties of sputtered  $\text{MoS}_2$  and DLC films at nanometer scale have been obtained in AFM (Atomic Force Microscopy) with the tip in contact with the surface, working in the lateral force mode. The lateral force acts on the pyramidal tip attached to the end of the cantilever due to friction or viscous forces, resulting in the cantilever torsion and deflection related to friction magnitude. The relationship among data from friction coefficient, surface composition and crystal structure is presented. Auxiliary characterization techniques as Raman scattering spectroscopy, conventional AFM and X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) for both,  $\text{MoS}_2$  and DLC films, are also presented. This new technique provides new information about the contribution of crystal structure to friction coefficient. Specially, concerning the DLC films it was possible to get an evaluation about the contribution of the hydrogen content as a function of the friction coefficient analyzing on very small area only in a few samples. So that, this new material characterization option related to tribology area deserves special attention.

**Keywords:** *friction coefficient, atomic scale, diamond like-carbon, hydrogen contents*

**Introduction**

In recent time solid lubricant represent an important area of studies involving industrial and space applications (Maillat, 1990, Cunningham, 1995, Briscoe, 1990, Spalvins, et all 1973 and. Lifshitz, et all 1999). These materials become indispensable for many applications related to aggressive and/or vacuum environment.  $\text{MoS}_2$  has been used since 1960's as the best solid lubricant exhibiting a lamellar and hexagonal crystal structure. Nowadays, however, non lamellar hard materials as DLC, exhibiting very low friction coefficient, have been considered and studied by scientific communities as a good alternative for similar and new applications (Grill and Patel, 1993). The mechanism of ultra low friction coefficient has been extensively studied in the last decade and depends on of the both intrinsic and extrinsic parameters of the film and it can be related to tribological parameters by means of molecular structure. Also, it can depend on the atmospheric ambient, the amount of impurities like oxygen and humidity that interfere on the surface and in the bulk of the solid lubricant, Mogne et all (1994). More recently, this effect has been studied by tribochemistry relating the dependence of the surface energy and dangling bond density to the friction coefficient parameters (Liu, 1998; Donnet, 1994 and Grill, 1999). First of all, the conventional friction measurements with "pin-on-disk" technique requires large area of the substrate, and may represent a limitation in understanding the fundamental friction mechanism, so that using LFM technique, friction coefficient can be measured in atomic scale, and intrinsic and extrinsic parameters can be studied separately. Also, this new technique provides more information about the contribution of the crystal structure, (Erlandsson, 1988 and Prioli, 1999) with the new feature of friction information on very small surface area.

Nanoscale and microscale have been performed almost at the same time using the STM and AFM techniques, respectively, for friction measurements (Prioli, 1999; Miyake, 1992; Liu, and Blanpain, 1995). The impressive results, contributed to deflagrate a lot of validation works (Marti, 1990; Meyer, 1992; Neumeister, 1994 and Chen 1995) performing friction coefficient measurements on different kinds and shapes of surfaces, Meyer et all (1992). Because of the non-conductive substrates uses, the AFM technique have been developed fast for several kinds of cantilever, as tungsten tip wire, Erlandsson et all (1998), sheet-like, Marti (1990), and a V-shaped  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , (Neumeister, 1994 and Chen,



1994). Nowadays, a LFM normally used, as an operational option AFM technique is the most conventional one, and have been used to study correlation between frictions and wear in nanoscale measurements, Prioli R. et al (1999). In this work, nanoscale friction coefficients on thin films of DLC, as a hard material, and MoS<sub>2</sub> as a soft material have been examined in atmosphere environment. The proposal was to evaluate the friction coefficient distribution as a function of the environmental contamination, especially on very small area. An estimative of the thin films surface contamination was obtained by XPS analysis. As mentioned above, more specifically, for DLC films new results were evaluated, concerning the hydrogen content in the bulk, that came from the films growth parameters and from the used technique. These last results are particularly important because their help us to decide about the best technique to be, in near term, assembled in our laboratory.

### Concept and Experiments

RF (13.56 MHz) Sputtering and DC Magnetron Sputtering have been used in order to obtain MoS<sub>2</sub> and DLC films on (100) silicon substrate respectively. The substrates were prepared so that these films were obtained with good adherence besides very low roughness, and stored in atmospheric environment, at 60% RH and 298 K, during a couple months. Friction coefficient measurements in nanoscale from LFM technique were performed with a Nanoscope III AFM system. In order to explain better the basic about nanoscale friction, as it is shown in Fig. 1, the most conventional V-shaped Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> cantilever with approximately 30 nm of tip radius has been used. The cantilever can move axially without main axis deformation, but it can induce torsion with movement at 90 degrees with cantilever main axis. Using convenient calculations, this torsion can be related to the friction coefficient. In the first step, morphological analyses were carried out, obtaining a good image in AFM mode where Ra roughness for both films was also figured out. Switching the system to LFM mode lateral force data can be obtained from topological image in the forward and reverse scanning. The friction force can be obtained subtracting these two images point to point. In order to get the friction coefficient the normal force need to be obtained. Normal force corresponds to the addition of adhesion and cantilever bending force because of interaction with the substrate surface. The adhesion force was obtained by moving the sample to the tip and from it by the z piezoelectric holder, Liu et al (1995). The friction coefficient of the interface between the substrate and the cantilever tip correspond to the slope of the best linear fitting of lateral versus normal force, and it has been made by software specifically developed for.

In another side, if one is working in nanoscale, investigations about the surface structure changes, contamination and/or constitution including binding terminations deserve special attention. At this point of view multi-point micro-Raman and XPS analysis were carried out on MoS<sub>2</sub> and on DLC surface mapping the film quality, roughness, etc., and relating them to the friction coefficient distribution.

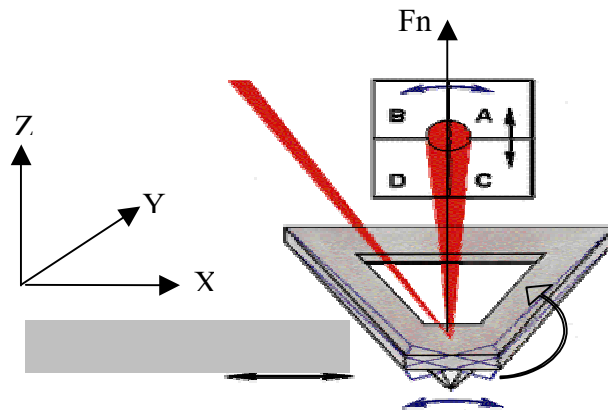


Figure 1. Details of V-shaped cantilever for friction measurements

### Results and Discussions

In order to keep the uniformity measurements MoS<sub>2</sub> and DLC films 10 x 10 mm<sup>2</sup> samples were obtained on silicon substrate with the same preparation prior the films growth, and also the scanning area from 5 x 5 μm<sup>2</sup> up to 0.2 x 0.2 μm<sup>2</sup> have been selected for both films. An example of film morphology from AFM analysis is shown in Fig. 2. The roughness (Ra) for MoS<sub>2</sub> around 12 nm is much higher than that obtained for DLC, around 0.3 nm, but it doesn't change with the scanning area variation. Multi point Micro-Raman analysis on MoS<sub>2</sub> surface shows no variation of the two peaks position (centered at 384 and 407 cm<sup>-1</sup>) point to point; also, no broadening was observed, as is depicted in Fig. 3. The same behavior was observed for DLC film surface. In Fig. 3 a micro-Raman analysis for DLC show a good film with around 40% and 60% for sp<sup>2</sup> and sp<sup>3</sup> bonding respectively. Besides the crystalline structure, some contamination and/or bonding terminations can promote the increase of the friction coefficient. In this case, XPS analysis has been

performed on both films. Fig. 4 shows XPS spectra on MoS<sub>2</sub>. Peaks centered at 232.7 and 162 eV, were observed that correspond to MoO<sub>3</sub>, molybdenum six fold ionized and SO<sub>3</sub> three fold ionized, respectively. These results show the evidence of an oxidized surface, which is very harmful for low friction coefficient. This oxidation certainly occurs because of the storage environments. XPS analysis for DLC thin films shows that C-H around 284 eV is dominant and, also, some oxygen compound appear close to 531.5 eV as it is shown in Fig. 5, On stable surface terminations the friction coefficient as a function of the time and aggressive ambient is much less affected.

At this point the LFM analysis help us to understand better the interesting friction coefficient behavior. For example, MoS<sub>2</sub> surface exhibit a gaussian distribution friction coefficient, as shown in Fig.6. It is observed a wide range of friction coefficient; with around 0.32 mean value and FWHM of 0.035. One can speculate that this effect should be mainly due to oxygen surface contamination as it was found by XPS analysis. The same procedure for friction measurement, was carried out on three points of the MoS<sub>2</sub> sample surface, with different scanning area and the same results were obtained, as shown in Table I. Besides the friction coefficient exhibit a wide range of values, it was found small islands on MoS<sub>2</sub> surface with different friction coefficient values. This effect can explain the wide friction distribution. On DLC films friction coefficient measurements as depicted in Fig 6, show a very narrow friction coefficient distribution. This meaning that, the DLC surface, stored in the same conditions of MoS<sub>2</sub> doesn't change, keeping a stable surface during a long period. The friction coefficient of 0.13 is in very good agreement with macro analysis from literature. This result for DLC films become apparent the necessity to investigate other growth parameters and so to obtain the best conditions of growing. DLC films grown with different hydrogen concentration in precursors gases contribute to different gas content in the bulk of the DLC film. LFM friction coefficient analysis in Fig. 7, presented at this work at the first time, shows that the friction coefficient increase with the hydrogen concentration. It is a very interesting result, because it gives us support to decide a new system of DLC film growth. For example, Ion Beam Assisted Deposition technique (IBAD), as has been shown in the literature, has the best set of parameters of DLC film growth. This technique can provide a very hard surface and very low friction coefficient at very low hydrogen concentration in the bulk of the film. By the way, this technique can provide, also, very big area of deposition.

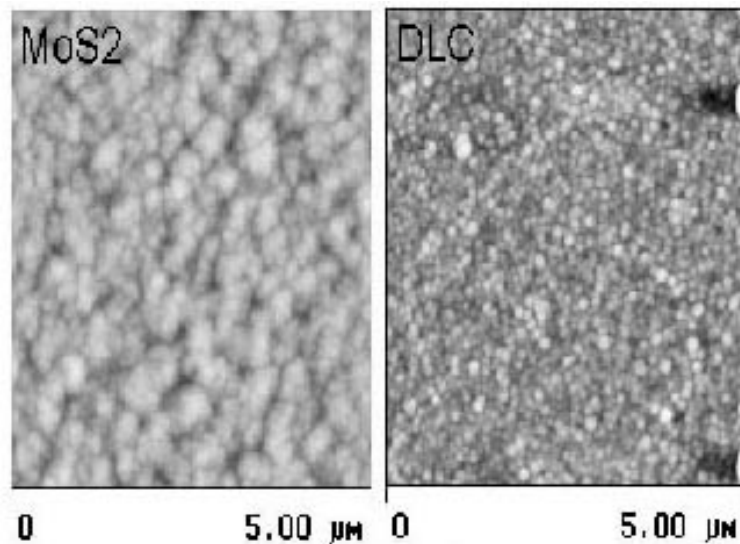


Figure 2 AFM morphology analyses for MoS<sub>2</sub> and DLC thin films

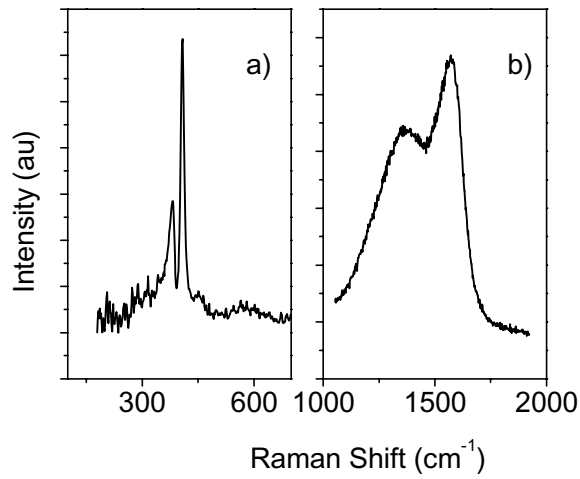


Figure 3. Micro-Raman Scattering Spectroscopy on a) MoS<sub>2</sub> and b) DLC thin film.

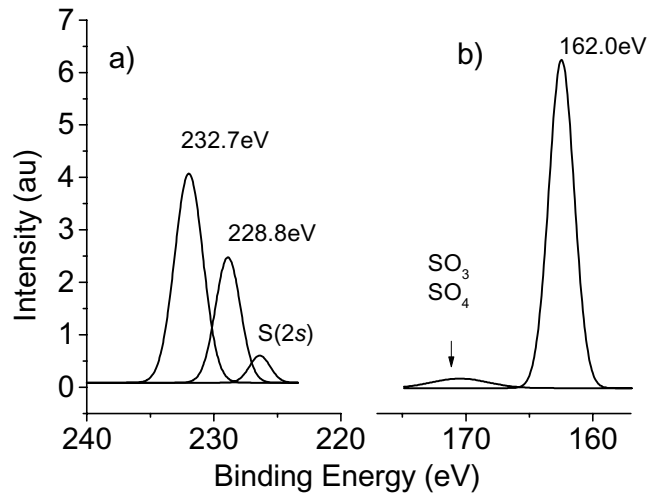


Figure 4. XPS spectra for MoS<sub>2</sub> film oxidized component a) Mo(3d) and b) S(2p).

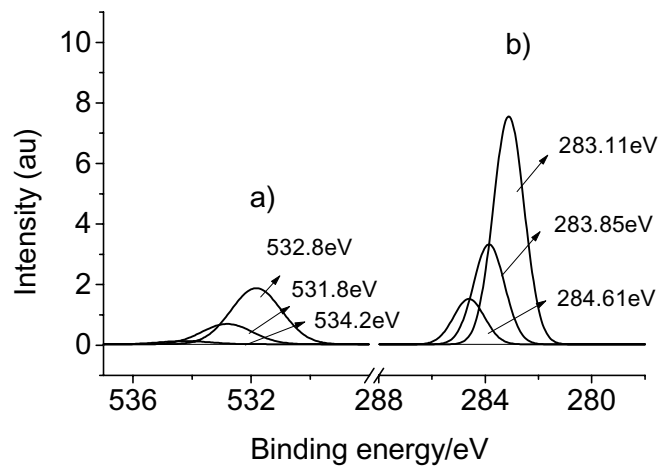


Figure 5. XPS spectra for DLC film a) O(1s) and b) C(1s).

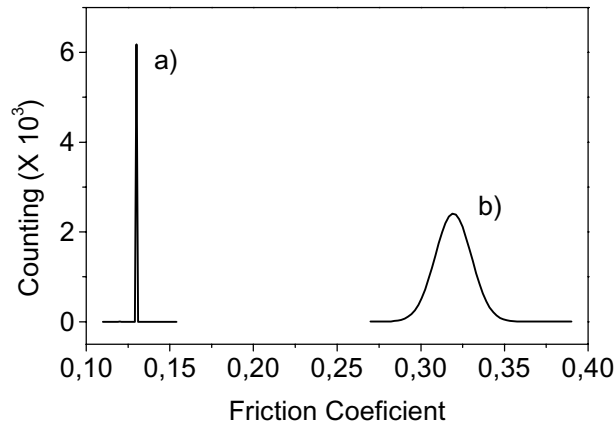


Figure 6. Friction coefficient distribution for a) MoS<sub>2</sub> and b) DLC films.

Table I: Friction coefficient values for the same MoS<sub>2</sub> sample surface

Position	Magnification μm <sup>2</sup>	Average Friction Coefficient
1	5 x 5	0,32
3	0.5 x 0.5	0,32
4	0.2 x 0.2	0.33

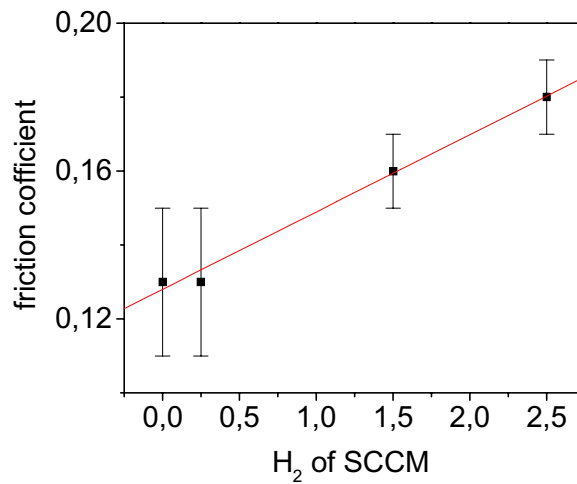


Figure 7. Friction coefficient dependence with the hydrogen concentration in the precursors gas flow.

## Conclusion

AFM technique at LFM mode used for friction coefficient measurement has been performed indicating a good way to identify optimized growth parameters. These results were supported by micro-Raman and XPS analysis, showing a wide field of investigation. The behavior of the LFM technique is the same for soft and hard surfaces. The values found in nanoscale are in good agreement with the macro analysis found in literature. However, the most important results are the possibility of studying the contribution of contamination and/or chemical bond surface termination as a function of the lifetime and also as a function of the growth parameters. Also, because of the very small normal force on surface required for nanoscale analysis, the contribution of the substrate to friction coefficient can be neglected and is possible to study the contribution only from the films surface conditions. At this point one can say that the LFM is a very interesting technique, for friction coefficient measurement independently of the surface condition, soft or hard or even with contamination or different gas content in the bulk. The accuracy of the measurements was good enough to identify the variation of the friction coefficient as function of very low hydrogen concentration in the precursor gas flow.

## Acknowledgements

The authors are very grateful to FAPESP and CNPq for financial support.

## References

- Briscoe, H. M., "Why Space Tribology?" *Tribology International*, vol. 23(2), 67 April (1990).
- Chen, G.Y., Warmack, R.J., Thundat, T. and Allison, D.P., "Resonance Response of Scanning Force Microscopy Cantilevers", *Rev. Sci. Instrum.* Vol. 65(8), 2532 (1994).
- Cunningham, J.M. and Marirrodiga, C.G., "A Piratical Assessment of Data Repeatability & Reproducibility in Tribometer Tests for Space Applications", *Proc. of Sixth European Space Mechanisms and Tribology Symposium, Technopark, Zurich, Switzerland (4-6 Oct 1995), ESA SP-374, August (1995).*
- Donnet, C., Belin, M., Augè, J.C., Martin, J.M., Grill, A. and Patel, V., "Tribology of Diamond Like Carbon Coatings in Various Environments", *Surface and Coatings Technology*, vol.68/69, 626 (1994)
- Erlandsson, R., Hadziioannou, G., Mate, C.M., McClelland, G.M., and Chiang, S., "Atomic Scale Friction Between the Muscovite Mica Cleavage Plane and a Tungsten Tip", *J. of Chem. Phys.*, Vol 89(8), 5190 (1988).
- Grill, A., and Patel, V., "Stresses on Diamond-Like Carbon Films", *Diamond and Related Materials*, vol. 2, 597 (1993).
- Lifshitz, Y. "Diamond-Like-Carbon - Present Status", *Diamond and Related Materials*, vol. 8, 1659 (1999).
- Liu, E., Blanpain, B., Shia, X., Celis, J.P., Tan, H.S., Tay, B.K., Cheah, L.K. and Roos J.R., "Tribological Behavior of Different Diamond-Like-Carbon Materials", *Surface and Coatings Technology*, vol. 106, 72 (1998).
- Maillat, M., and Hintermann, H.E., "Coatings Against Fretting", *Proc. of Fourth European on Space Mechanisms and Tribology Symposium, Cannes, France (20-22 Sep 1989), ESA SP-299, March (1990).*
- Marti O., Colchero, J., and Mlynek, J., "Combined Scanning Force and Friction Microscopy of Mica" *Nanotechnology*, vol. 1, 141 (1990).
- Meyer E., Overney, R., Brodbeck, D., Howald, L., Lüthi, R., Frommer, J., and Güntherodt, H.J., "Friction and Wear of Langmuir Blodgett Films Observed by Friction Force Microscopy", *Phys. Rev. Lett.*, vol. 69(12), 1777 (1992).
- Miyake S., and Kaneko, R., *Thin Solids Films*, vol. 212, 256 (1992).
- Mogne, T.L., Donnet, C., Martin, J.M., Tonck, A. and Millard, J.N., "Nature of Super Lubricating MoS<sub>2</sub> Physical Vapor Deposition Coatings", *Vac. Sci. Technol.* vol. A12 (4), 1998 (1994).
- Neumeister, J. M., and Ducker, W.A., "Lateral, Normal, and Longitudinal Spring Constant of Atomic Force Microscopy Cantilevers", *Rev. Sci. Instrum.* Vol. 68(8), 2527 (1994).
- Prioli, R., Reigada, D.C., Freire, F.L., "Correlation Between Nano Scale Friction and Wear of Boron Carbide Films Deposited by DC Magnetron Sputtering", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 75(9), 1317 (1999).
- Spalvins, T., "Structure of Sputtered Molybdenum Disulfide Films at Various Substrate Temperature", *ASLE Transactions*, vol. 17(1), 1 (1973).

## FORMATION OF DIFFERENT FORMS OF SYNTHETIC DIAMONDS

**Vladimir Prokofievich Poliakov**

Federal University of Parana, Department of Mechanics, C.P. 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Parana, Brazil., e-mail vladimir@demec.ufpr.br

**Carlos José de Mesquita Siqueira**

Federal University of Parana, Department of Mechanics, C.P. 19011, CEP 81531-990, Curitiba, Parana, Brazil., siqueira@demec.ufpr.br

**Spitsyn Boris Vladimirovich**

Moscow Physical Chemical Institute of RAN, Leninski pr., 36, Moscow, Russia, spitsyn@serv1.phyche.ac.ru

**Ermolaev Andrei Alekseevich**

Moscow State Institute for Steel and Alloys (MISiS) Leninski pr, 4, Moscow, Russia; ermolaev@mtu-net.ru

**Abstract.** *There are general regularities in the formation of single crystal (SD) and synthesized polycrystalline diamond (SPD). It is found that the diamond nuclei are formed under high pressure and temperature by the fluctuational or martensitic transition of the graphite crystallites that are contained in the initial carbon material in the presence of metallic melt. The basic difference between SPD formation and SD one is that the initial porous polycrystalline graphite under high P and T far from the line of equilibrium Graphite  $\rightarrow$  Diamante ( $G \rightarrow D$ ) is impregnated with metallic melt with high rate (few seconds). The impregnation of graphite bulk with metallic melt at the total high P in the reaction cell is accompanied by very fast solid phase transformation of graphite lattice to diamond one (martensite transition). This results in a diamond polycrystalline composite with inclusions of metallic phase on the grain boundaries.. The formation mechanism for polycrystalline diamond films with high diamond growth rate is described through the understanding of physical chemical peculiarities near and at the diamond surface under conditions of growth from the highly activated vapour phase, when conditions for the transition of elemental carbon atoms in the form of diamond at the vapour phase and on the growing diamond surface are created.*

**Key words:** diamond films, single and polycrystalline diamonds, mechanical strength.

**1. Introduction**

A major effect of initial carbonaceous materials structure on the formation of SD in the carbon-metal system at high pressure and temperature for the first time was shown by Wenfort (1965) and Kasatochkin, (1970). It was shown experimentally that the yield and size of SD depend on the capacity of the initial carbon material for homogeneous graphitization, i.e., for formation of a graphite structure under heat treatment. According to the colloidal theory of diamond nucleation (Fedoseev, 1979), diamond nuclei ( $sp^3$  bonds) are formed in the metallic melt (metal or alloy) during the fluctuational or martensitic transition of the graphite crystallites ( $sp^2$  bonds) that are present in the initial carbon materials. If the initial carbon material does not contain graphite crystallites of sufficient size ( $r_{\text{cryst}} > r_{\text{crit}}$ ) or if they cannot pass into the metal melt then the formation of diamond nuclei is hindered. Since highly dispersed carbon material, e.g., non-graphitized carbon black, dissolves much more rapidly in metallic melt than does polycrystalline graphite (Poliakov, 1989), then introducing carbon black prior to the metal or alloy, one can control the dissolution of polycrystalline graphite and, hence, the passage of graphite crystallites into the melt. The above-mentioned mechanism was confirmed experimentally by Eliutin, (1987). Indeed, the diamond was not synthesized at all at a certain amount of carbon black dissolved prior to metallic melt.

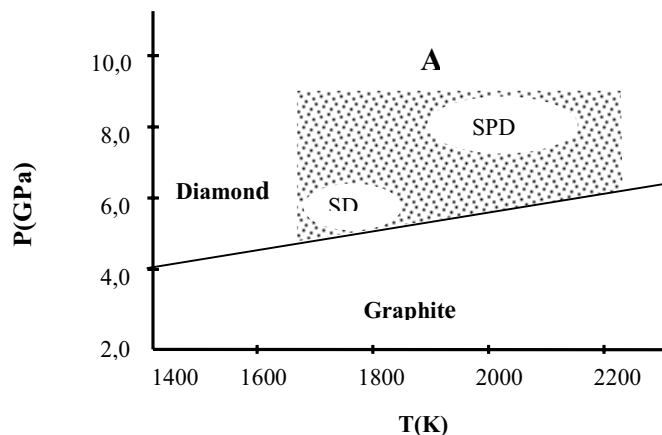


Figure 1. "A" – Region of the commercial high pressure synthesis of diamond from graphite.

SD – single crystal diamond (Bundy, 1995); SPD – synthesized polycrystalline diamond (Vereschagin, 1982; Poliakov, 1997).

It is well known that the area of pressure-temperature carbon diagram for SD growth is near the equilibrium line for the graphite-diamond transition ( $P \geq 4.5$  GPa,  $T \geq 1600$  K) Fig.(1) (Bundy, 1995) and the growth of the large SD ( $> 2$  mm) by diffusion process takes more than a few hours.

On the contrary, the SPD is formed at  $P$  and  $T$  far from equilibrium line (Vereschagin, 1982), and the process of SPD formation with diameter is equal to 5 mm is completed no more than for 10 seconds (Fig.1).

## 2. Formation process of synthesized polycrystalline diamonds

The mechanism of SPD formation had been discussed in the literature (Litvin, 1968; Vereschagin, 1975), but the attention was focused on the discussion of the polymorphic transition graphite-diamond and it was not allowed for transport of metallic melt into the bulk of porous polycrystalline graphite. It was marked (Valov, 1975) that initial graphite prior to be impregnated by various organic liquids did not undergo the transformation to diamond. Impregnation phenomena of graphite with Cu and also Ni-Cr alloy under conditions, when the graphite-diamond transformation did not occur, ( $P > 3$  GPa,  $T = 1500$  K) was found by SEM/EDS method in (Eliutin, 1984). Impregnation process of the graphite with metallic melt in this case is determined by both the value of high pressure (HP) in reaction cell (r.c.) and the value of pressure ( $P$ ) into the pores (por.) of graphite and can be described by Novier-Stokes equation. Under the actual conditions of SPD synthesis ( $P = 7-8$  GPa,  $T \geq 2000$  K) the value of  $\Delta P$  ( $P$  in HP r.c. –  $P$  into the por.) close to the total high pressure in the HP cell (the vapor phase into pores of graphite is highly compressible), while the value of capillary pressure is no more than 0,2 GPa, when the graphite pores have a radius of the order of 10 nm (the value of capillary pressure was calculated on the bases of Novier-Stokes equation) (Eliutin, 1984). It is clear, therefore, that the value of  $\Delta P$  is the dominant factor for the impregnation process, which occurs with high rate. Thus, one can make the conclusion, that the impregnation process is accompanied by very fast solid phase bulk transformation of graphite to diamond ( $sp^2 \rightarrow sp^3$  bonds), in the absence of diffusion in solid (martensite transition) (Palatnik, 1980) and in the absence of the graphite visible dissolution into the metallic melt. This results in a diamond polycrystalline composite, SPD, with inclusions of metallic phase (Ni+15% Mo) on the grain boundaries. The mechanism proposed for SPD formation (impregnation process of graphite with metallic melt + martensite transition of graphite bulk to diamond  $G_s \Rightarrow D_s$ ) allows also to explain the inheritance by SPD (Vereschagin, 1974) of initial graphites and other carbon materials features structures (texture, micro- and macrodefects and etc.).

### 2.1. Mechanism of macrostructure formation in synthesized polycrystalline diamonds

In the work (Poliakov, 1990) it were studied structural changes that occur in carbon material (carbon black obtained by pyrolysis of methane) during heat treatment in the presence of Ni-Mn alloy in high-pressure chambers (HPC) of the "lens" and "toroid" type (Bundy, 1995).

The total high pressure and the existence of shear stresses because of the non-hydrostatic nature of the pressure in the HPC accelerate graphitization (Noda, 1968). Metallographic and X-ray studies of samples obtained at 3,7 – 4,3 GPa and 1750 – 2070 K revealed that they had a texture: the c axis of the crystallites of the carbon material formed was parallel to vertical axis of the HPC. At the pressure rises the nature of the structure of the recrystallized sample changes. At pressures and temperatures higher than 4,3 GPa, 1750 K and 5,5 GPa, 1750 K, respectively, the grain boundaries are arranged in such a way as to form spherical (sphere-like) structures. Samples of spectral purity graphite were also treated thermobarically at 5,5 and 7,7 GPa, 1990 K, in HPC.

At pressure 5,5 GPa the graphite undergoes texturing, similar to that observed in carbon black. At pressure 7,0 GPa the degree of texturing decreases essentially, indicating some change in the pressure field in HPC.

The pressure field in HPC during the formation of diamond polycrystal also depends on the impregnation of graphite bulk with metallic melt at the total high pressure (Poliakov, 1990). Under the conditions of the polymorphic graphite-diamond transformation in HPC the initial graphite undergoes intensive recrystallization which ends in the formation of a spherical texture of the resulting diamond polycrystal of ballas type. The fact that this texture can form at 4,3-7,0 GPa is probably due to the existence of pressure gradients and volume effect of the graphite-diamond transformation, as in the formation of a sphere-like graphite texture during the recrystallization of carbon black. At pressure above 7,0 GPa the sphere-like structure of diamond polycrystals is not formed because the role of the pressure gradients decreases in comparison with the role of the total pressure ( $P > 7$  GPa). The metallic melt, which is adhesion-active with respect to graphite, can fill graphite pores with diameter of 1 nm or less, causing fracturing of the graphite (Rehbinder effect) and, therefore, fragmentation on the final structure of the synthesized polycrystalline diamond.

## 3. The increase of SPD physico-chemical and mechanical properties

Synthesized polycrystalline diamonds (SPD) obtained at high pressures ( $P$ ) and temperatures ( $T$ ) have high values of physico-mechanical properties (hardness, strength, abrasive capacity, etc.) and they are cheaper than the other polycrystalline diamonds, which are produced by methods of sintering. This superhard material is utilized on a large scale in Russia, China and other countries in the production of dies, cylindrical heads, cutting, sawing, grinding and polishing tools, etc.

One must note, that commercial SPD has two serious shortcomings namely, low thermal stability (beginning of oxidation and graphitization at temperatures over 850 K) and visible decrease of mechanical strength after heating. Heating the SPD to temperature above 1020 K results in structural changes which cause a worsening of its mechanical properties. These structural changes are connected with the processes of surface graphitization and oxidation of SPD. That does not allow to use intact SPD and also the diamond powder of grain fraction (250–850 μm), obtained as a result of SPD trituration, on heavy work tools (as those used for processing marble and granite, borehole drilling, etc.) or to replace scarce natural diamonds on tools.

The mechanism of metallic melt with dispersed refractory particle transfer to the bulk of SPD was realized for the increase in mechanical strength of SPD through the addition of particles Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and TiN in the Ni-15% Mo alloy [Poliakov, 1995; Poliakov, 1998]. Experimental data of SPD strength dependence on the content of dispersed dopes in the initial alloy are explained, apparently, by the influence of these particles on the strength of the SPD non-diamond phase.

The latest experimental results [Poliakov, 1997; Poliakov, 2001] have shown the possibility for the essential increase in thermal stability (resistance to oxidation of the SPD) and preservation in mechanical strength of the SPD up to higher temperature through the addition of refractory particles (TiB<sub>2</sub>, BN<sup>cub</sup>) in an initial Ni + 15% Mo alloy (Fig. 2, 3).

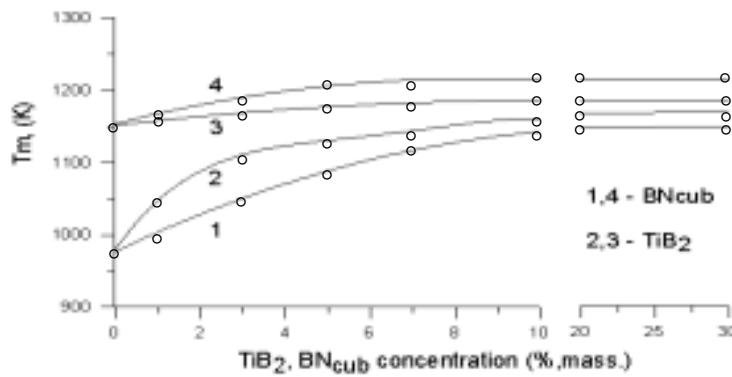


Figure 2. Dependence of minimum temperature ( $T_m$ )\* of diamond polycrystals drop of strength on TiB<sub>2</sub> (BN<sup>cub</sup>) content in an initial alloy (1,2 – air, 10 min; 3,4 – vacuum, 20 min) (Poliakov, 1997).

\* - The ability of the SPD to keep its mechanical strength after heating, was estimated by determining the  $T_m$  up to which SPD can be heated (during 10 min in air and 20 min in vacuum), with a drop of strength less than 20 % of its initial value.

Before, it was determined [Poliakov, 1997], that the rise of TiB<sub>2</sub> content in an initial alloy Ni + 15% Mo up to 10% leads to the increasing of resistance to oxidation which is characterized by the increasing of  $T_o$  ( $T_o$  – minimal temperature of oxidation) from 910 up to 1040 K and by decreasing of  $\Delta m/m$  from 22% to 11%. The further rise of TiB<sub>2</sub> content does not change the characteristics of SPD oxidation (Fig. 3). The same character of oxidation takes place when the initial alloy with TiB<sub>2</sub> also contains cubic boron nitride (BN<sup>cub</sup>). The results obtained were explained by the formation of boron oxide B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as protective layer from oxidation and graphitization of the SPD and by the decrease of thermal stresses level arising at heating in the SPD.

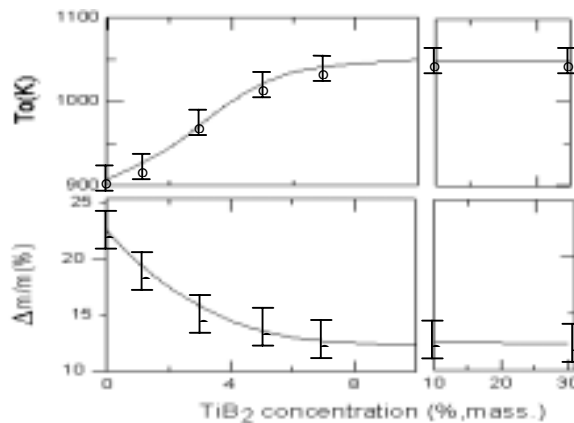


Figure 3. The influence of TiB<sub>2</sub> content in initial alloy on the minimal temperature of oxidation ( $T_o$ ) and polycrystal loss of mass ( $\Delta m/m$ ) (Poliakov, 1997).



The other reason for the increase on  $T_m$  is the decrease of residual stresses level in SPD after heating and therefore the diminution of probability of heat treatment cracks formation in diamond grains as  $BN^{cub}$  has thermal expansion coefficient close to the one of diamond. Under condition of diamond phase prevention of oxidation and grafitization ( $TiB_2$ ) and of the decrease of residual stresses ( $BN^{cub}$ ) it is possible the further increase  $T_m$  of the SPD. In fact, the use of initial alloys containing simultaneously  $TiB_2$  and  $BN^{cub}$  allows to synthesize the SPD keeping their strength properties after heating up to 1290 K (Fig.4).

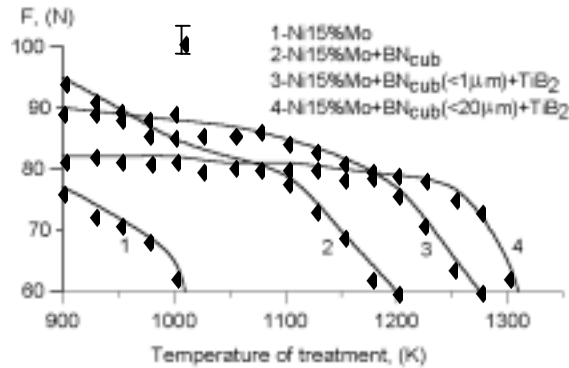


Figure 4. The influence of heat treatment (air 10 min.) and initial alloy composition on SPD strength (40/45 mesh, 400/315  $\mu m$  grit size) (Poliakov, 1997).

#### 4. Formation of polycrystalline diamond films by method of activated chemical crystallization

##### 4.1. Chemical crystallization

Growth of epitaxial and polycrystalline diamond films from the vapour phase became possible as a result of the research for new methods of diamond synthesis in its thermodynamically metastable state (Fig.5). Such great interest in new methods of diamond synthesis originates mainly from the superior properties of diamond (hardness, strength wear and etc.) which are extreme (maximal or minimal) in comparison to any other known substance.

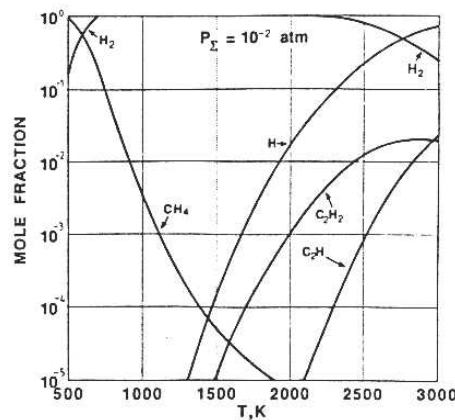


Figure 5. Thermodynamic equilibria in the diamond-hydrogen system in the 500 – 1500 K range and in the graphite-hydrogen system in the 1500 – 3000 K range, at a total pressure of  $10^{-2}$  atm (Spitsyn, 1994).

Chemical crystallization of diamond means that the master process is carbon liberation and crystallization occurs in the course of carbon containing compound decomposition. Chemical changes may take place in the volume of the crystallization medium and at its boundary with the growing crystal.

For the first time Spitsyn and Derjagium (Spitsyn, 1956) proposed to use thermal decomposition at a temperature of 900° C of relatively unstable gaseous compounds such as tetrabromomethane and tetraiodomethane.

According to the original concept for growth of a highly metastable molecule like diamond, the following is necessary:

- to conserve the orientational effect of its surface atom valencies, and
- to use initial carbon – containing molecules with  $sp^3$  bonding to attach to the surface of carbon atoms in a complementary manner.

A similar approach for regrowing diamond was filed in 1958 in two U.S. patents (Eversole, 1958; Eversole, 1958). Growth of new diamond at a surface of a diamond seed was suggested through thermal decomposition of methane,

CH<sub>4</sub> – H<sub>2</sub> mixtures, and other simple methyl-containing organic molecules, and carbon monoxide as well. Ranges of working pressures and temperatures were 10<sup>-4</sup> to 100 atm and 600 to 1600° C, respectively. Diamond seed crystals were heated in the following ways: with the aid of an optical furnace, by radio-frequency induction, by a resistive furnace and by laser heating.

The processes of diamond growth were carried out with equal or approximately equal diamond substrate temperature and gas phase temperature. The pressure and temperature were held constant in time. Such processes can be called isothermal stationary chemical crystallization of diamond. The simplest isothermal chemical crystallization of carbon can proceed in two ways, according to the overall formulae:



However isothermal chemical crystallization of diamond film has two serious shortcomings: rather low linear growth rate ( $\leq 5.2 \times 10^{-3} \text{ nms}^{-1}$ ) and co-deposition of non-diamond carbon along with diamond-film growth. The latter process eventually stops the growth of diamond altogether.

#### 4.2. Activated chemical crystallization

A major goal in the development of activated chemical crystallization was to overcome the low diamond growth rate. The main reason for it is that isothermal chemical crystallization usually requires a rather high activation energy for the heterogeneous process of decomposition of the carbon-containing molecule to elemental carbon in the form of diamond at the growing diamond surface. It was stated, that the energy of activation of diamond growth by methane decomposition is too high 56 – 58 kcal<sup>-1</sup>, and this restricts the diamond growth rate. For increasing the latter, Spitsyn and Smol'yaninov (Spitsyn, 1971) proposed the use of products of high-temperature equilibrium reactions between graphite and hydrogen as carbon-containing precursors for diamond crystallization.

It is very interesting to consider data on the thermodynamic limit of the graphite-hydrogen chemical interaction. The equilibrium content of the vapour phase near the surface of the graphite source of carbon was calculated by methods of chemical thermodynamics (Spitsyn, 1990). The plot of the calculated data for a total pressure of 10<sup>-2</sup> atm is given in Fig. (5). This figure demonstrates that the most prevalent components of the equilibrium vapour phase in the graphite-hydrogen system at  $T > 1500 \text{ K}$  are molecular hydrogen, atomic hydrogen, acetylene (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) and ethenyl (C<sub>2</sub>H). Their relative contents at 2500 K are equal to about 0.80, 0.19, 0.01 and 0.001 molar fractions, respectively.

Now is obvious that the proposed high-temperature, high-gradient chemical transport reaction (Spitsyn, 1971) is the first and simplest method for the chemical crystallization of diamond from an activated vapour phase. Its principal setup is presented in Fig. 6.

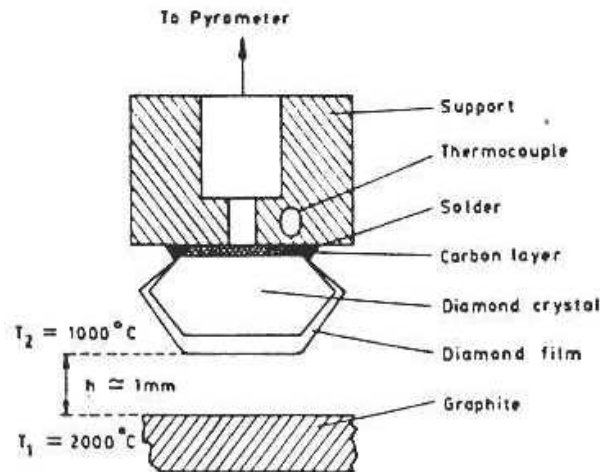


Figure 6. Setup of a high-temperature, high-gradient chemical transport reaction (HGCTR) in the system: graphite-hydrogen-diamond.

Because there is a very narrow gap between the graphite and the diamond surfaces (Fig. 6) and high rates of diffusion at high temperature, the active gas medium near the diamond surface will be roughly the same as that near the graphite surface. Such a mixture of very active components such as atomic hydrogen and highly active hydrocarbon molecules and radicals can exist only because of permanent generation of active gas at the graphite source surface.

Under conditions of such special chemical transport reaction the first artificial epitaxial diamond films, with a growth rate of 1 μm/h, were obtained as early as 1966.

To date the different elaborated methods for the preparation and control of an activated vapour phase may be subdivided into several categories, according to the technique of gas phase activation. These include thermal, electrical (different kind of discharges): dc, radio-frequency, microwave, chemical (activation in the course of oxidation of C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> by oxygen) and photochemical (laser short-wavelength light activation of gas and/or substrate surface (Rebello, 1993).

The most popular and standard method for epitaxial and polycrystalline diamond film growth is the hot-filament method. As show in Fig. (7), it is an extension of the original idea of the chemical transport reaction. Since the temperature of the filament is typically about 2000° C, the equilibration of the initial CH<sub>4</sub>/H<sub>2</sub> must give analogous products (e.g., C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) as in chemical transport reaction, where equilibration (Fig. 2) starts with pure hydrogen and pure graphite as initial substances.

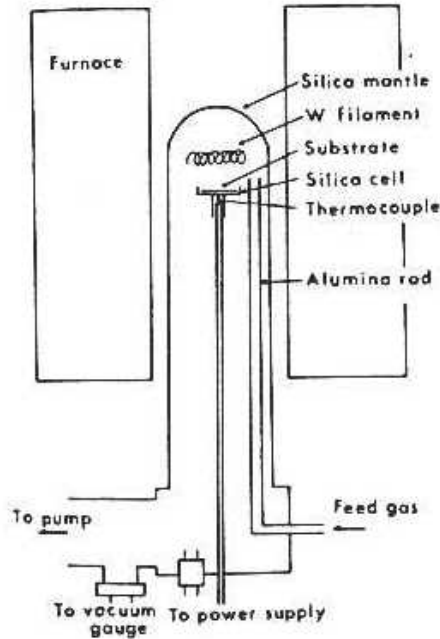


Figure 7. Schematic representation of a reactor with tungsten hot filament activation of CH<sub>4</sub>-H<sub>2</sub> gas mixture.

The first stage of conversion of the initial methane is its interaction with the most representative and most active agent of the vapour phase – viz. atomic hydrogen:



But secondary reactions may produce acetylene which obviously plays a comparable role to methyl in many methods for activated chemical crystallization of diamond. The real content of the vapour phase in its bulk and at the very surface of the growing diamond film depends on several parameters (Spitsyn, 1991).

The substrate temperature has a major influence on diamond growth kinetics, and also on the crystallite orientations on a growing diamond surface. Its irradiation by electrons or photons and impurities in the vapour phase can have major kinetical effects.

The growing surface of the diamond film has a temperature greatly different (usually this temperature is much less) from that in the vapour phase. The activated vapour phase may be defined as a non-equilibrium, non-isothermal and extremely low-temperature plasma.

In this case chemically active molecules, radicals with enhanced translational, rotation and vibrational electron energies, can simultaneously interact with the growing diamond surface together with ions, electrons and photons.

The formation mechanism for polycrystalline diamond films with high diamond growth rate can be described through understanding of physical chemical peculiarities near and at the diamond surface under conditions of growth from the highly activated vapour phase, when conditions for the transition of elemental carbon atoms in the form of diamond (*sp*<sup>3</sup>-bonds) at the vapour phase and on the growing diamond surface are created.

### 4.3. Nucleation and growth of polycrystalline diamond films

For many years, a dream of researchers was to synthesize artificial epitaxial diamond film by continuous growth of single crystal diamond on a seed.

In the first proposed methods of chemical crystallization, carbon atoms were to be supplied to a diamond single crystal substrate in the form of carbon tetrabromide and carbon tetraiodide ( $\text{CrB}_4, \text{Cl}_4$ ) or in the form of methane, simple methyl-containing organic compounds or carbon monoxide (Eversole, 1958; Eversole, 1958, Spitsyn, 1956). Diamond seed crystals typically were in the form of 0 to 1  $\mu\text{m}$  diamond powders. After the first experiments concerning growth of new diamond on diamond seed crystals, it was established that these processes were not free of shortcomings.

Although these and other first processes (for example, Trefilov, 1983) had a rather low growth rate (about  $10^{-3}$   $\mu\text{m}/\text{h}$ ), they were not selective and were accompanied by non-diamond carbon co-deposition.

Growth of polycrystalline diamond films with thicknesses from 1  $\mu\text{m}$  and more become possible only after the emergence of diamond synthesis from an activated vapour phase. One example is high-temperature chemical transport reaction. Produced in the gap between the graphite and diamond surface (Fig. 6), the medium includes carbon-compound particles serving as growth precursors in the mixture with active etchants (Fig. 5). The most active of these are atomic hydrogen (simplest free radical) and probably, vibrationally excited hydrogen molecules. Such agents are able to etch graphitic and amorphous carbon at high temperature, and so diamond growth can proceed. But, as was found experimentally in both cyclical (Angus, 1971) and stationary (Spitsyn, 1991) conditions, atomic hydrogen containing media interact preferentially with non-diamond carbon. The diamond with its compact structure interacts very slowly with partially dissociated hydrogen (at a rate less than  $10^{-2}$   $\mu\text{m}/\text{h}$ ) up to  $1000^\circ\text{C}$  (Bouilov, 1986).

The remarkable difference in the interaction of diamond and non-diamond phases with the vapour phase is the main reason for selective (without graphite co-deposition) growth of epitaxial diamond film on diamond substrates and just diamond-particle self-nucleation on non-diamond substrates.

The above-mentioned reasons are crucial ones for diamond growth selectivity in the stationary sustaining mixture of growing ( $\text{C}_2\text{H}_2, \text{CH}_3, \dots$ ) and etching ( $\text{H}, \text{OH}, \dots$ ) species, as illustrated schematically in Fig. (8). The potential growth rates (positive rates) of diamond and graphite through hydrocarbon-precursor decomposition may be of the same order of magnitude (Fig. 8), but the reactivities of diamond and graphite with etching agents (negative rates, Fig. 8) differ drastically. So stationary net processes favour a positive growth rate of diamond and etching (i.e. a negative growth rate) of graphite and other kinds of non-diamond carbon. For purely kinetic reasons, although diamond is a metastable phase, it is able not only to grow, but also self-nucleates on foreign (non-diamond) surface. Under the same conditions all other carbon phases, including thermodynamically stable graphite, have no prospect to nucleate and to grow. Such selectivity to the diamond-directed processes is illustrated in Fig. (8) qualitatively.

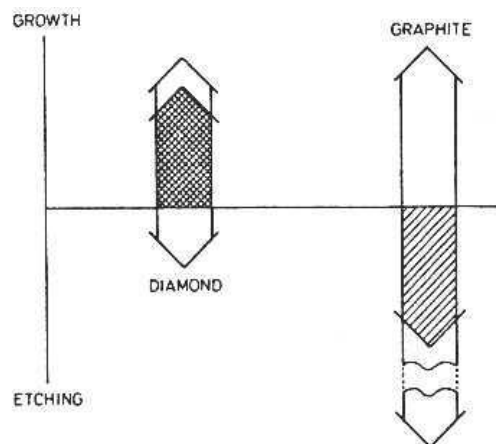


Figure 8. Relationship between rates of growth and etching processes for diamond and graphite. The gaseous crystallization medium contains as growth components ( $\text{C}_2\text{H}_2, \text{CH}_3, \dots$ ) and etching components ( $\text{H}, \text{OH}, \dots$ ) which can result in a prevailing of growth processes for diamond and etching ones for graphite.

Self-nucleation and growth of polycrystalline diamond films on non-diamond substrates gave an opportunity to study a wide diversity of CVD diamond phenomena.

The initial stages of diamond formation on a non-diamond substrate are chemical and physical-chemical interaction of the activated vapour phase with the substrate surface. On substrates with a high solubility for carbon and/or the ability to form carbides initially after contact of the substrate surface with the gaseous media, an important part of the incident carbon is not converted to diamond but interacts chemically with the substrate (Joffreau, 1988).

This first non-stationary step is followed by a second non-stationary step, viz. diamond self-nucleation. Obviously this process, in the case of substrates not forming carbides, such as Cu and Au, must be less favourable because of rather weak metal – carbon interaction and low carbon solubility in the metal, compared with carbide-forming substrates, like Si, Mo, W, Nb and Ta (Joffreau, 1988). Carbide interlayer formation usually takes place in the last case. The interlayer between the diamond film and silicon is amorphous SiC at a process temperature of about  $1000^\circ\text{C}$  and crystalline at much higher temperatures.

This second non-stationary process of diamond growth lasts until the formation of a continuous polycrystalline diamond film occurs.

Under most typical conditions of diamond formation from the vapour phase, diamond nucleation takes place on the substrate surface, not in the volume of the vapour phase. This conclusion is supported by a number of experimental facts. Under comparable conditions, typical nucleation densities on non-carbide-forming and carbide-forming substrates are of the order of  $10^3$  and  $10^6$  nuclei/cm<sup>2</sup> (Deryagin, 1979), respectively.

Self-nucleated diamond microcrystals are observed presumably at scratches, micro-steps and other geometrical and/or energetic surface irregularities.

“Spontaneous” nucleation is usually not enough for the formation of a continuous (pinhole free) diamond film with thickness on the order of 1 µm or less. That is why there have been developed several different methods for the control of the number of diamond nuclei per unit area of substrate surface.

One of the obvious approaches is to apply small diamond powder particles directly onto the substrate surface.

The most commonly used technique is the ultrasonification of the substrate in diamond or silicon carbide [Kim, 1991] powder by suspension in liquids. Usually this pretreatment enhances the diamond nucleation density at the Si surface from approximately  $10^5$  to about  $10^8$  cm<sup>-2</sup>.

A very effective approach to nucleation density enhancement has been found by a special choice of deposition (or crystallization) process parameters. Nucleation density is strongly enhanced by electron bombardment in a dc-plasma CVD reactor. On mirror polished Si wafers a nucleation density of about  $0.5 \times 10^8$  cm<sup>-2</sup> (after 0.5 h of deposition) has been achieved. Approximately the same nucleation density resulted from scratching the surface by diamond powder.

Substrate temperatures do not strongly affect the nucleation density (Hag, 1991).

Vapour phase content strongly affects the diamond nucleation probability. If the standard MW process is started for several minutes with a 40% CH<sub>4</sub> – 60% H<sub>2</sub> mixture and then continued with the usual ~1% methane in hydrogen, a resulting nucleation density of the order of  $10^{10}$ - $10^{11}$  diamond nuclei per cm<sup>2</sup> on a silicon surface is attainable (Hag, 1991).

#### 4.4. Application of polycrystalline diamond films

The prospects for synthetic diamond film application are predetermined by: its excellent list of properties; the technological flexibility of activated chemical crystallization, and finally; the possibility to combine synthetic films with diamond or non-diamond materials and products.

All these properties are important for present and future application of vapour-grown diamond in the form of dielectric and semiconductor diamond film. It may be used in the form of coatings, free films and plates, and also as part of composite materials (biomaterials and others).

Vapour grow diamond films and separate diamond microcrystals are very wear-resistant and abrasive.

So the most obvious application for thin (of order of a few micrometers) and thick (100 and more micrometers) polycrystalline diamond films is wear-resistant coatings for cutting tools (Yoshikawa, 1991). Especially desirable and effective are thicker (100 to 500 µm) diamond films for turning aluminium-silicon and other non-ferrous alloys in the machining industry

#### 5. Conclusions

The above review accumulates only part of the basic approaches to the investigation of formation and characterization of synthesized polycrystalline diamonds and polycrystalline diamond films. The authors have sought to demonstrate a strong cross-linking growth (formation) / characterization problems with applicability of these superhard materials in many areas of modern science and technology.

#### 6. Acknowledgments

The authors would like to express their thanks to Mechanical Engineering Department of Federal University of Parana (Brazil), Moscow Physical Chemical Institute of RAN and Moscow State Institute for Steel and Alloys (Russia), that favoured the authors in completion of this paper.

#### 7. References

- Angus, J.C.; Gardner, N.C.; Pofertl, D.J.; Chauhan, S.; Dyble, T.J. and Sung, P., 1971, Sinteticheskie. Almazы, Vol. 3, pp. 38-42; presented at Int. Conf. On Applications of Synthetic Diamonds in Industry, Kiev.
- Bouilov, L.L.; Alexenko, A.E.; Botev, A.A. and Spitsyn B.V., 1986, “Dissociation of Molecular Hydrogen under Low Vacuum”, Sov. Phys. Chem., 302 p.
- Bundy, F.P., 1995, “Mechanical Behavior of Diamond and Other Forms of Carbon”, MRS Symposium Proceeding, Vol. 383, pp.11-17.
- Deryagin, B.V.; Spitsyn, B.V.; Bouilov, L.L., et al., 1979, Dokl. Akad. Nauk SSSR, Vol. 244, pp. 388-390.
- Eliutin, V.P., Poliakov, V.P., Fedoseev, D.V. and Loladze, N.T., 1987, “Effect of Amorphous Carbon on the Nucleation

- and Growth of Diamond Crystals”, Doklady Akademii Nauk SSSR, Vol. 297, No 4, pp. 853-857, (in Russian), 1987, Sov. Phys. Doklady, Vol. 32, No 12, December, pp. 1013-1014; 1988 American Institute of Physics.
- Eliutin, V.P., Poliakov, V.P., Shalimov, M.D., 1984, “Issledovanie Processa Obrazovaniia Polikristallicheskix Almazov”, Doklady Akademii Nauk SSSR, Vol. 275, No 1, pp. 135-139.
- Eversole, W.G., 1958, US Pat. 3030187, “Synthesis of diamond”.
- Eversole, W.G., 1958, US Pat. 3030188, “Synthesis of diamond”.
- Fedoseev, D.V. and Deryagin, B.V., 1979, “O Nukleacii Almazov”, Kolloidnyi Jurnal, Vol. 41, No 1, pp. 750-754.
- Hag, S.; Sawage, J.A. and Tunnicliffe, D.L., 1991, in “Applications of Diamond Films and Related Materials”, eds. Tzeng Y.; Yoshiikawa, M. and others, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, pp.405-407.
- Joffreau, P.O.; Haubner, R. and Lux, B., 1988, J. Ref. Hard Metals, Vol. 7, pp. 186-189.
- Kasatochkin, V.I.; Shterenberg, L.E.; Slesarev, V.N. and others, 1970, “Zavisimost Sinteza Almazov ot Prirody Isxodnogo Syria”, Doklady Akademii Nauk SSSR, Vol. 194, No 4, pp. 801-804.
- Kim, J.W.; Baik, Y.J. and Eun, K.Y., in “Applications of Diamond Films and Related Materials”, eds. Tzeng Y.; Yoshiikawa, M. and others, Elsevier Science Publishers, Amsterdam, pp.339-401.
- Litvin, Iu.A., 1968, “O Mexanizme Obrazovaniia Almazov v Sistemax Metall – Uglerod”, Neorganicheskie Materialy, Vol. 4, No 2, pp. 175-177.
- Noda, T., 1968, “The influence of shear stresses in the reaction cell on graphitization of diamond”, J. Carbon, No. 6, pp.125-128.
- Palatnik, I.S.; Gladkih, L.T.; Arinkin, A.V., 1980, “O Mexanizme Obrazovaniia Polikristallov Sinteticheskix Almazov”, Sverhtverdye Materialy, No. 1, pp.7-13.
- Poliakov, V.P.; Eliutin, V.P.; Terentev, S.A., 1989, “Interaction of Graphite and Carbon Black with NiMn Melt at High Pressure”, Doklady Akademii Nauk SSSR, Vol. 1, No 307, 1, pp.110-113 (In Russian), 1990, Sov. Phys. Dokl., Vol. 34 (7), July 1989, American Institute of Physics.
- Poliakov, V.P.; Eliutin, V.P.; Polushin N.I. and others, 1990, “Effect of the Recrystallization of Carbon Materials in High Pressure Chamber on the Structure of Synthesized Diamond Polycrystals”, Doklady Akademii Nauk SSSR, Vol. 311, No 3, pp. 613-616 (in Russian), Sov. Phys. Dokl., Vol. 35, No 3, March, 1990, pp. 294-296, American Institute of Physics.
- Poliakov, V.P.; Ermolaev, A.A.; Laptev, A.I., 1995, Rossiyskaia Nauchno-Tehnicheskaja Conferencia, MGTAU, Moskva, Tesizy Dokladov, Novye Materialy i Technologii, pp. 168-171.
- Poliakov, V.P., 1997, “Mechanism of different types synthetic diamond formation”, Congresso International de Tecnologia Metalurgica e de Materiais, São Paulo. Anais de 2 CITMM, São Paulo, ABM, CD.
- Poliakov, V.P.; Potemkin, A.A.; Ermolaev, A.A., 1997, “The Influence of Catalyst Composition on the Oxidation Process of Carbonado Type Synthesized Polycrystalline Diamonds”, Advanced Performance Materials, No 4, pp. 297-304.
- Poliakov, V.P.; Skury, A.L.; Ermolaev, A.A.; Poliakova, M.M., 1998, “The influence of refractory particles ( $Al_2O_3$ , TiN) on the mechanical strength of carbonado type synthesized polycrystalline diamonds”, Diamond and Related Materials, No 7, pp. 422-426.
- Poliakov, V.P.; Ermolaev, A.A.; Laptev, A.I. and Potemkin, A.A., 2001, “The Influence of Boron Compounds Particles ( $TiB_2$ ,  $BN^{cub}$ ) on the Thermal Stability and the Mechanical Strength of Synthesized Carbonado After Heating”, Manuscript has been accepted for publication in Diamond and Related Materials (07.03.2001).
- Rebello, H.D.; Subramaniam, V.V. and Sudarshan, T.S., 1993, Appl.Phys.Lett., Vol.62, p. 899-900.
- Spitsyn, B.V. and Deryagin, B.V., 1956, “A Technique of Diamond Growth on Diamond’s Face”, Inventor’s Certificate 339, 134, (URSS).
- Spitsyn, B.V. and Smol’yaninov, 1971, USSR Author’s Certificate N 987912, Appl. 1533329/23-36, filed April 21.
- Spitsyn, B.V., 1990, “Thermodynamic Equilibria in the Diamond-Hydrogen System at High Temperature and Low Pressure”, J.Cryst. Growth, Vol. 99, pp. 1162-1165.
- Spitsyn, B.V., 1994, “Growth of Diamond Films from the Vapour Phase”, Handbook of Crystal Growth, Vol. 3, Chapter 10, pp. 401-455.
- Spitsyn, B.V., 1991, “Applications of Diamond Films and Related Materials”, eds. Y. Tzeng; M. Yoshikawa and others, Mater. Sci. Monogr., Elsevier Science Publishers, Amsterdam, Vol. 73, p.475-478.
- Trefilov, V.I.; Tesner, P.A.; Savvakina, G.I., 1983, “Epitaxial Growth of Monocrystalline Diamond”, Dokl. Akad. Nauk SSSR, Vol. 273, pp.1431-1433.
- Valov, I.I.; Kalashnikov, Y.A.; Gumenin, A.V.; Shalimov, M.D., 1975, “Vliianie Nekotoryx Veschestv na Process Perexoda Grafita – Almaz v Prisutstvii Metalla”, Almaz i Sverhtverdye Materialy, No 6, pp.1-2.
- Vereschagin, L.F.; Apollonov, B.N.; Borovikov N.F. and others, 1974, “Elektronno-mikroskopicheskoe issledovanie polikristallicheskixalmazov”, Kristallografia, Vol. 19, pp.655-659.
- Vereschagin, L.F., Kalashnikov, Y.A., Shalimon, M.D., 1975, “The mechanism of transformation of carbon containing substances to diamond under static conditions”, High temperature – high pressure, Vol. 7, No 1, pp. 41-47.
- Vereschagin, L.F., 1982, “Sinteticheskie Almaz i Hidroekstruziia”, Moskva, Nauka, pp.7-8.
- Wenfort, R.H., 1965, “The Behaviour of Some Carbonaceous Materials at Very High Pressures and High Temperatures”, J. Phys. Chem., Vol. 69, No 9, pp. 3063-3069.
- Yoshikawa, M., 1991, “Applications of polycrystalline diamond films in the machining industry”, Diamond Films Technol., Vol. 1, pp. 1-3.

## A RELAÇÃO ENTRE O TAMANHO DE PARTÍCULAS E MISTURAS GASOSAS NO PROCESSO DE NITRETAÇÃO DA LIGA $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ EM PLASMAS

**Carlos A. Queiroz**

PGMAT – UFSC / CEFET/SC - Florianópolis-SC/ [queiroz@pg.materiais.ufsc.br](mailto:queiroz@pg.materiais.ufsc.br)

**Abio V. A. Pinto**

Depto. Física – UFSC, 88040-900 / Florianópolis-SC/ [abio@materiais.ufsc.br](mailto:abio@materiais.ufsc.br)

**Ted R. Taylor**

Depto. Física – UFSC, 88040-900 / Florianópolis-SC/ [taylor@newcite.com.br](mailto:taylor@newcite.com.br)

**Cristiano Ritter Garcia**

Engenharia de Materiais – UFSC / Florianópolis – SC / [trabcris@bol.com.br](mailto:trabcris@bol.com.br)

**Resumo.** A indução de reações tipo sólido-gás permite a introdução de átomos intersticiais em ligas da família TR-MT (TR/Terras-Raras, MT/Metal de Transição) e se tem observado que, se a liga original possuir propriedades magnéticas, o intersticial produzido pode melhorar significativamente as propriedades magnéticas da liga mãe. Embora diversos gases tenham sido testados ( $\text{H}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{N}_2$ , etc.) o melhor desempenho, até o momento, está reservado ao  $\text{N}_2$ . Dentre as ligas mais promissoras temos  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ , cujo intersticial  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$  ( $x=2,6$  a  $3$ ), exibe propriedades magnéticas tais que o potencializam como candidato em aplicações como material magnético permanente. Buscando otimizar o processamento, investigou-se ajuste da relação tamanho de partícula/tempo de processamento. Partículas de tamanhos de  $180\ \mu\text{m}$  a  $38\ \mu\text{m}$  foram processadas na pós-descarga de plasma excitado por microondas. As atmosferas gasosas utilizadas foram:  $\text{N}_2$ ,  $(\text{N}_2 + \text{H}_2)$  e  $(\text{N}_2 + \text{H}_2 + \text{CH}_4)$ . Os parâmetros físicos do material processado foram caracterizados como se segue: difratometria de raios-X; a quantidade de N absorvido, pelo ganho de massa; as propriedades magnéticas foram medidas usando um magnetômetro de amostra vibrante. Os resultados obtidos neste trabalho indicam que, com a redução controlada do tamanho de partículas e escolha adequada de misturas gasosas, a minimização do tempo de processamento pode ser alcançada sem a degradação das figuras de mérito magnético, diferentemente do relatado em outros processamentos.

**Palavras chave:** nitretação, composto  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ , material magnético duro.

### 1. Introdução

Uma melhoria considerável nas propriedades magnéticas na liga  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$  é alcançada se o intersticial  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$  for produzido. Ainda que outro intersticial possa ser produzido através da reação sólido-gás, como por exemplo, com o  $\text{H}_2$ ; as melhorias nas figuras de mérito magnético ficam mais evidenciadas quando do uso de gases como  $\text{N}_2$ ,  $\text{CH}_4$  ou de misturas  $(\text{N}_2 + \text{H}_2)$ , conforme citado por Christodoulou(1993). No caso particular da liga  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ , Katter(1990) menciona: temperatura de Curie  $T_c = 390\ \text{K}$ ; polarização de saturação,  $J_s = 1,10\ \text{T}$ ; e anisotropia planar, enquanto que o intersticial  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$  tem:  $T_c \approx 740\ \text{K}$ ;  $J_s \approx 1,54\ \text{T}$ ; e anisotropia uniaxial. Estes valores de propriedades magnéticas intrínsecas são comparáveis, ou superiores, aos obtidos com ímãs de composição  $\text{N}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  posicionando o intersticial  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_3$  como candidato às aplicações para produção de ímãs permanentes.

Na forma convencional, a produção do intersticial ocorre com o gás mantido em um reator com: volume constante; pressão em torno de  $10\ \text{MPa}$ ; sendo o reator mantido num forno à temperatura ao redor de  $720\ \text{K}$ ; e por tempos de processamento (nitretação) da ordem de  $4 \cdot 10^5\ \text{s}$  ( $10^2$  horas). Uma possibilidade interessante, que está sendo investigada pelos autores, é do uso da pós-descarga de plasmas de  $\text{N}_2$  excitados por microondas. Em trabalho recente o autor(2000) relatou sobre a possibilidade de produção de intersticiais  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$  na pós-descarga de plasmas de  $\text{N}_2$ ,  $(\text{N}_2 + \text{H}_2)$  e  $(\text{N}_2 + \text{H}_2 + \text{CH}_4)$ . Com a técnica de processamento por plasma em misturas gasosas conseguiu-se reduzir os tempos de processamentos para valores da ordem de  $2,4 \cdot 10^3\ \text{s}$  (Um ganho de mais de duas ordens de grandezas em relação à técnica de processamento a volume constante.); e observou-se um enriquecimento das figuras de mérito magnético. Mesmo nas condições de

processamento em plasma, por ter em vista a baixa difusividade do  $N_2$  na rede do  $Sm_2Fe_{17}$ , procura-se reduzir os tamanhos das partículas para que a produção dos intersticiais ocorra em tempos operacionalmente aceitáveis. Todavia uma situação de compromisso entre o aumento da superfície livre da amostra a ser processada e os efeitos de degradação da liga mãe, conforme citado por Pauw(1997); (principalmente amorfização e oxidação, devidas à moagem) deve ser perseguida. Em trabalhos precursores se demonstrou a possibilidade de produção de intersticiais, em plasmas excitados por microondas, em partículas de tamanho de diâmetro médio menor que  $38 \mu m$ ; num tempo de processamento em torno de  $2,4 \cdot 10^3$  s.

Neste contexto, parece oportuno investigar a alteração das figuras de mérito magnético em intersticiais produzidos como função da distribuição do tamanho de partículas e de misturas gasosas no ambiente de pós-descargas do reator de plasma. Observamos uma melhoria das figuras de mérito magnético, em ordem crescente, com o uso dos ambientes gasosos:  $N_2$ ,  $(N_2 + H_2)$  e  $(N_2 + H_2 + CH_4)$ , principalmente nas partículas de diâmetro médio menor que  $63 \mu m$ .

## 2. Experimental

O pó de  $Sm_2Fe_{17}$  é obtido através da fragilização do lingote pelo método HD (*hydrogen decrepitation*) seguida de leve moagem manual com a liga protegida sob tolueno. O tolueno é evaporado e o pó obtido é então peneirado obtendo-se amostras nos seguintes intervalos de diâmetro médio: (1)  $TP > 180 \mu m$ ; (2)  $106 \mu m < TP < 180 \mu m$ ; (3)  $90 \mu m < TP < 106 \mu m$ ; (4)  $75 \mu m < TP < 90 \mu m$ ; (5)  $63 \mu m < TP < 75 \mu m$ ; (6)  $63 \mu m < TP < 38 \mu m$ ; e (7)  $TP < 38 \mu m$ . Em ato contínuo à moagem, o pó das amostras será acondicionado em vasilhame próprio sendo novamente mergulhado em tolueno para proteção, evitando-se assim o contato prolongado com o ar.

Para cada processamento uma fração do pó (ao redor de 100 mg por amostra) é retirada do tolueno, secada sobre convecção forçada, medida a massa e levada ao reator. Antes do início do processamento realiza-se a etapa de retirada de gases da amostra/reator por um intervalo de tempo em torno de  $6 \cdot 10^2$  s. Um diagrama de blocos esquemático, do sistema de processamento desenvolvido, é apresentado na Figura (1).

Para efeito elucidativo é conveniente descrever o conjunto em sub sistemas:

- A unidade de vácuo composta da bomba de vácuo e medidor (baratron).
- O reator, composto por: gerador de microondas; da cavidade ressonante; tubo de quartzo para confinamento do plasma; porta amostra; unidade de aquecimento e termopar de monitoramento/controle.
- Unidade de monitoramento, controle e alimentação elétrica.
- A unidade de alimentação gasosa.

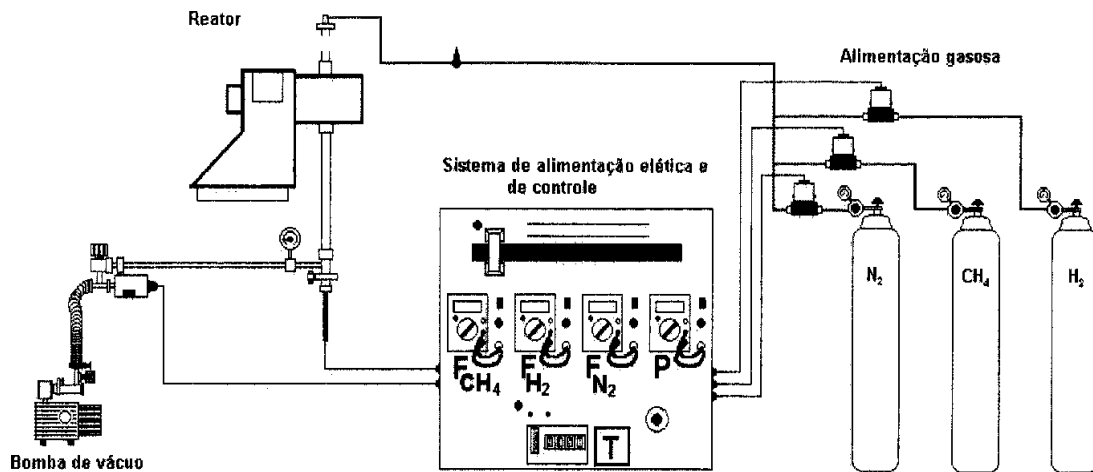


Figura 1. Diagrama geral do sistema de processamento da liga  $Sm_2Fe_{17}$ .

Controladores de pressão (P), temperatura (T), fluxo de  $N_2$  ( $F_{N_2}$ ), fluxo de  $H_2$  ( $F_{H_2}$ ) e de  $CH_4$  ( $F_{CH_4}$ )



Para a produção dos intersticiais foram fixadas as seguintes condições: temperatura no interior do reator 728 K; pressão no interior do reator 2,0 torr, 0,27 kPa; massa das amostras  $1,0 \cdot 10^{-4}$  kg; fluxo de  $N_2$ ,  $\text{fluxo}(N_2) = 40$  sccm, ( $1 \text{ sccm} = 2 \cdot 10^{-8}$  kg/s); tempo de tratamento do  $Sm_2Fe_{17}$ , nitretação,  $2,4 \cdot 10^3$  s. Quando do uso das misturas gasosas:  $\text{fluxo}(N_2 + H_2) = 60$  sccm;  $\text{fluxo}(N_2 + H_2 + CH_4) = 80$  sccm, sendo que o tempo de utilização do metano no processo (para um fluxo fixo de  $40 \cdot 10^{-8}$  kg/s [20 sccm]) foi igual a  $3 \cdot 10^2$  s.

Para as medidas de momento magnético foram confeccionadas amostras esféricas para uso no magnetômetro de amostra vibrante (VSM) (diâmetro da amostra  $[4,2 \pm 0,1] \cdot 10^{-3}$  m). Para a produção de amostras com alinhamento magnético o pó processado é misturado a um polímero, acondicionado em uma forma esférica, e posto para curar em um campo de 1,5 T. O erro estimado para as medidas de momento no magnetômetro é inferior a 2 % do valor nominal. Alterações estruturais após a formação do intersticial foram avaliadas por difratometria de raios-X, difratômetro PHILIPS, modelo X'PERT-MDP, com radiação Cu-K $\alpha$ . A quantidade de nitrogênio intersticial é estimada pelo ganho de massa na amostra após a nitretação usando uma balança analítica com resolução de 0,05 mg.

## 2. Resultados e Discussões

Nos gráficos das Figuras (2) e (3) apresentamos um resumo comparativo das medidas magnéticas efetuadas no decorrer da experimentação. Ali estão apresentados os valores das polarizações magnéticas, nas direções de fácil ( $J_f$ ) e de difícil ( $J_d$ ) magnetização, como função das diversas granulometrias usadas e para os diversos tipos de mistura gasosa experimentados. Os subscritos indicativos nas curvas têm o seguinte significado: *nn*, não nitretado;  $N_2$ , ambiente gasoso com nitrogênio puro;  $(N_2+H_2)$ , mistura gasosa com nitrogênio e hidrogênio; e  $(N_2+H_2+CH_4)$ , a mistura gasosa com nitrogênio, hidrogênio e metano. Dos gráficos é possível extrair alguns resultados preliminares gerais: (1) independentemente do tipo de mistura utilizada na produção dos intersticiais, a redução do tamanho das partículas conduz, monotonicamente, à redução das polarizações ( $J_f$  e  $J_d$ ); (2) o efeito da nitretação é tanto mais efetivo, para o decréscimo da polarização, quanto mais completas são as misturas empregadas. Conforme Shen(1996), uma estimativa do grau de nitretação, alcançado no processamento duma amostra, pode ser, grosso modo, dada pelo decréscimo do parâmetro  $J_d$ , posto isso, claramente a Figura (3) evidencia que o decréscimo granulométrico das amostras contribui, decisivamente, no processo de nitretação.

Uma estimativa do grau de anisotropia magnetocristalina pode ser alcançada pela medida da grandeza  $\Delta J = J_f - J_d$ , daí verificamos pelo exame destes gráficos que, tanto a redução do tamanho do grão, quanto o uso da mistura  $(N_2+H_2+CH_4)$ , contribuem significativamente para o aumento deste importante parâmetro.

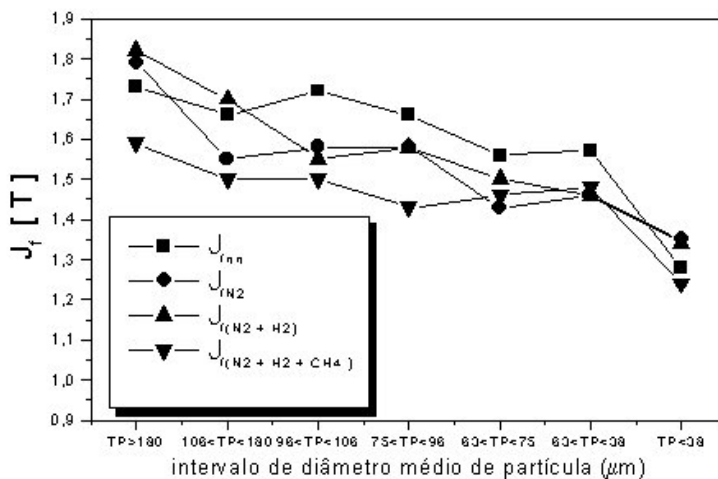


Figura 2. Dependência da polarização na direção fácil ( $J_f$ ) em função do intervalo de diâmetro médio das partículas e das misturas gasosas usadas.

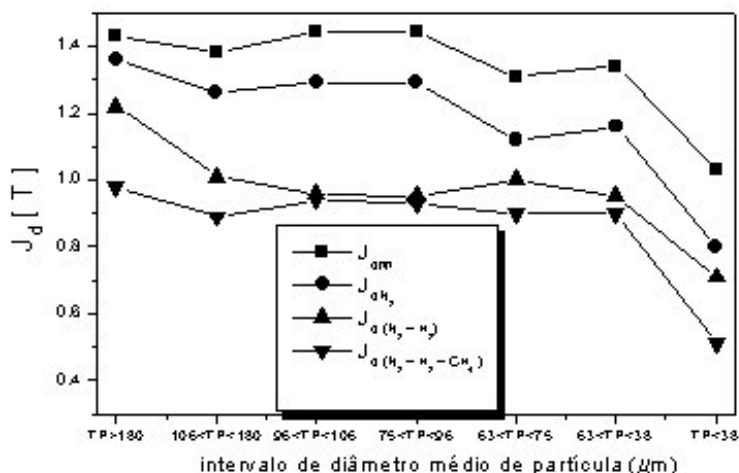


Figura 3. Dependência da polarização na direção dura ( $J_d$ ) em função do intervalo de diâmetro médio das partículas e das mistura gasosas usadas

Este desempenho destacado do parâmetro  $\Delta J$  no intersticial produzido com misturas gasosas contendo metano, pensamos, deve ser creditado à ação do  $CH_4$  (que dissociado pelo plasma) tem ação na redução de óxidos presentes nas paredes internas do reator, bem como sobre as superfícies livres das partículas de  $Sm_2Fe_{17}$  quando de sua entrada no reator. Resultados semelhantes, mas mais modestos, foram também obtidos com misturas contendo apenas nitrogênio e hidrogênio. Neste contexto, a ação do hidrogênio é menos efetiva na redução dos óxidos presentes no reator.

Uma observação, que considerada relevante, poderá ser alcançada na análise do gráfico na Figura (2). No caso específico da liga não tratada, observa-se uma redução de 1,75 T para 1,35 T no valor de  $J_f$  à medida que sua granulometria da amostra é reduzida. No entanto é corrente na literatura que o processo de pulverização do lingote de  $Sm_2Fe_{17}$  induz, entre outros efeitos, à oxidação da liga e formação de Fe- $\alpha$  com conseqüente aumento de  $J_f$ . Este resultado, aparentemente paradoxal, pode ser esclarecido com base na micrografia, de uma distribuição de partículas, apresentada na Figura (4) onde os tamanhos abrangem o intervalo descrito nos eixos das abscissas dos gráficos (2) e (3).

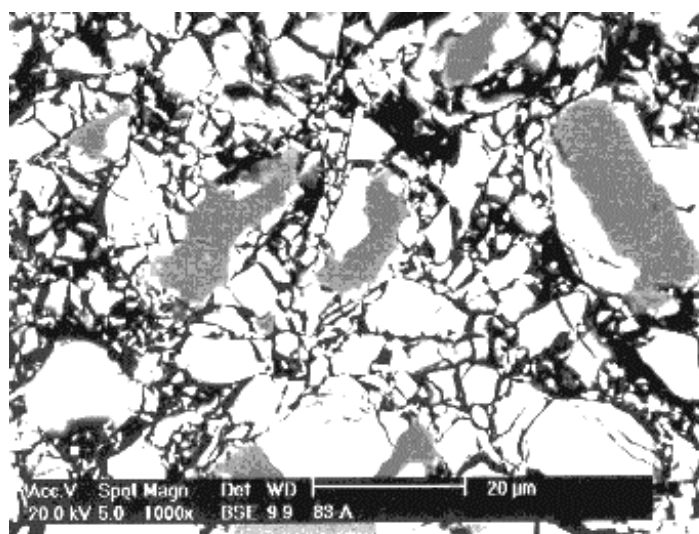


Figura 4. Micrografia do pó de  $Sm_2Fe_{17}$

Observa-se que as partículas menores são mais claras (indicando a existência da fase rica em  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ ), em contraposição às partículas maiores e mais escuras (indicando a ocorrência de  $\text{Fe-}\alpha$ ). Esta constatação qualitativa é corroborada pela análise dos difratogramas apresentados na Figura (5), onde a área sob o pico indicativo do  $\text{Fe-}\alpha$  claramente decresce à medida que a granulometria do pó é reduzida. Isso se constitui em forte indicativo que o processo de seleção de tamanhos de partículas, através do peneiramento, pode conduzir ao isolamento, no pó fino, da fase rica em  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$  do material retirado do processo de moagem.

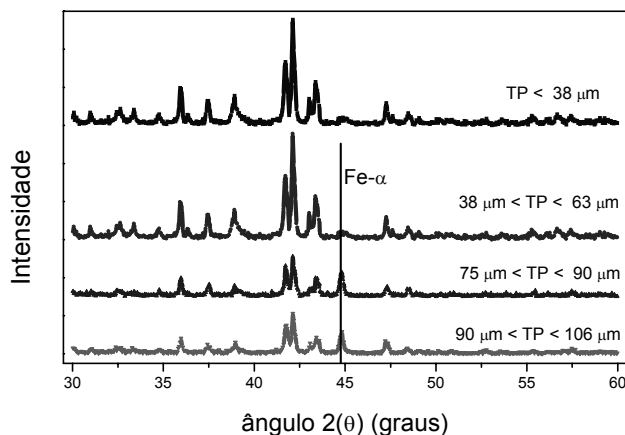


Figura 5. Evolução de difratogramas de raios-x do pó da liga  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$  para diversas granulometrias.

Na Figura 6 apresenta-se a evolução do ângulo de espalhamento de raios-X para dois picos mais intensos, nos difratogramas de pó. Os sub-índices  $p$  e  $s$  referem-se respectivamente ao primeiro e segundo picos de maior intensidade nos difratogramas (na região ao redor de  $42^\circ$ ), os demais sub-índices fazem referência às misturas gasosas anteriormente codificadas.

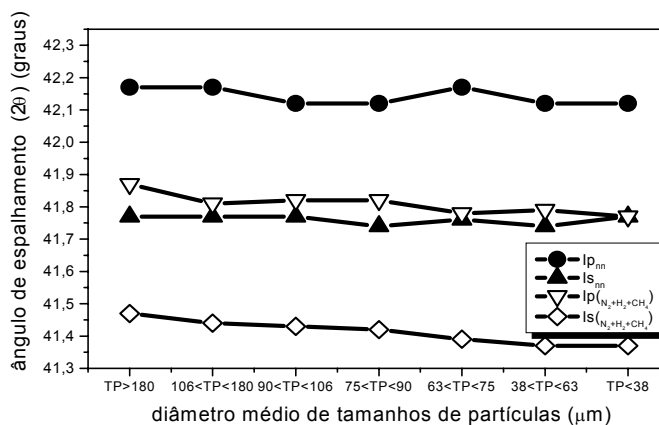


Figura 6. Evolução do ângulo de espalhamento de raios-X para picos característicos e de maior intensidade para a liga tratada e não tratada.

Observa-se um deslocamento, para baixos ângulos, dos picos mais intensos, como função do tipo de processamento, mas não se observa, dentro do erro intrínseco de posicionamento do pico, qualquer modificação na posição do pico como função do tamanho médio das partículas (talvez à exceção da mistura contendo o metano). Esta é mais uma evidência da relevância em se explorar, via plasma, as potencialidades latentes das misturas gasosas no processamento.

Uma avaliação da quantidade de nitrogênio retido nos interstícios da fase  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ , foi feita pela medida da variação da massa da mostra antes e após o processamento. O valor médio para o acréscimo de massa, para o caso da liga tratada na mistura ( $\text{N}_2+\text{H}_2+\text{CH}_4$ ), foi de 2,4 %, o que conduz à composição  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ ,  $x \approx 2,1$ . Há aqui que se considerar a precariedade de uma tal estimativa, devido à dispersão dos dados experimentais motivada, principalmente, pelas dificuldades de manuseio do porta amostra no ambiente do reator. A dificuldade é tanto maior quanto menor for a granulometria do pó.

#### 4. Conclusões

A maximização das figuras de mérito dos intersticiais  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$  produzidos em plasma gerado por microondas com alimentação por fluxo de misturas gasosas foi alcançada com misturas ( $\text{N}_2+\text{H}_2+\text{CH}_4$ ) e em escala menor com misturas ( $\text{N}_2+\text{H}_2$ ) e em partículas menores que 63  $\mu\text{m}$ . Este desempenho diferenciado das misturas gasosas, em relação ao  $\text{N}_2$ , na produção dos intersticiais é creditado à ação redutora do C e H atômico sobre o oxigênio adsorvido no interior do reator. Ainda que o processo de moagem, para a redução de tamanho de partículas, possa induzir a degradação da liga, nas condições experimentais estabelecidas neste trabalho se mostra que, o processo de peneiramento, usado na separação de tamanhos de partículas, possibilita uma acentuada redução da quantidade de Fe- $\alpha$  nas amostras de pó fino. Diante do que apresentamos, tudo indica que é promissora a perspectiva da exploração de misturas gasosas, via plasma, bem como explorar a possibilidade de produção amostras com tamanho de partículas ainda menores que 38  $\mu\text{m}$ .

#### 5. Referências

- Christodoulou, C.N., Takeshita, T, 1993, “ Preparation, structural and magnetic properties and stability of interstitial  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$ -carbonitrides, *Journal of Alloys and Compounds*, 198 (1993) 1-24
- Katter. M, Wecker J., Schyultza L., Grössinger R.,1990, “ Magnetocrystalline anisotropy of  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_2$  “, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 92 (1190) L14-L18
- Pauwn, V., Lemarchand, D., Malandain, J.J., A structural and kinetic of oxidation of the intermetallic  $\text{Sm}_2(\text{Fe},\text{Co})_{17}$  compound for permanent magnets”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 172 (1997) 269-276.
- Queiroz, C.A., Pinto, A.V. A. , Taylor, T.R, Hammes, G., 2000, “Processamento de Pós Metálicos em Reatores de Plasma”, Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 422-428, Natal, RN, Brasil.
- Shen, N.X, Zhang, Y.D., Budnick, J.J., Hines, W. A., “ X-ray diffraction an magnetization studies on  $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}$  and its nitrides”, 1996, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 162 (1996) 165-270

# MATERIALS SELECTION FOR MECHANICAL DESIGN: BASIC METHODOLOGY AND CASE STUDY

Sydney Ferreira Santos

Department of Materials Engineering - Federal University of São Carlos  
Via Washington Luís, Km 235, CEP: 13565-905  
e-mail: [psfs@iris.ufscar.br](mailto:psfs@iris.ufscar.br)

Maurizio Ferrante

Department of Materials Engineering - Federal University of São Carlos  
Via Washington Luís, Km 235, CEP: 13565-905  
e-mail: [ferrante@power.ufscar.br](mailto:ferrante@power.ufscar.br)

*This paper presents a modern methodology of materials selection, based on the use of the so-called "Materials Selection Maps" and Merit Indices. The Maps are two-dimensional spaces in which "balloons" representing classes and sub-classes of materials are suitably positioned and where the orthogonal axis are materials properties related to the particular materials selection objective. As for Materials Indices (or "figures of merit"), these are performance measurements of the material in a specified system. Normally, a merit index is a ratio of two or more quantities: those which have to be maximised are the numerator and those which have to be minimised form the denominator. The association between materials properties, maps and merit indices provides a powerful tool for materials selection, which is illustrated in the present paper together with a formal procedure of materials selection using decision matrices. An illustrative case study (materials selection for spur gears) is used to show the most important issues concerning materials selection.*

*Key Words: Materials selection, merit indices, materials properties maps, decision matrices, mechanical design.*

## 1. Introduction

Materials selection (MS) is an interdisciplinary activity, which exhibits interfaces with all classes of engineering skills (materials, mechanical, chemical, etc.). Moreover, typical MS activities require not only technical knowledge but of other nature as well, such as economics, marketing, environment impact, etc. Therefore, any MS decision-making process needs professionals with a wide range of different expertise aggregated into teamwork, combining different bodies of knowledge around a common problem.

The interdisciplinary character of MS occupies two different levels: the former can be called the "internal" level, belongs to the engineering field, deals with the technical requirements related to design, specifications, properties, etc. and constitutes all that is necessary under the engineering point of view. It must be integrated with process selection (PS), thus joining engineers having different types of knowledge. The second level, or "external", is more complex, since multiple interactions between different issues, such as design, materials, process capabilities, market size and nature, cost, environmental impact and other constraints, either technical, or non-essentially technical, must be taken account (Clark et al., 1997). It is apparent that the expertise required for decision-making processes at the external level must be found outside the strictly engineering team, which is only sufficient to deal with the internal level.

This paper focuses only the internal level of MS and the extent the internal relationships of that level is shown schematically in Fig.(1) which illustrates the interactive or feed-back relationships joining design and MS around a common objective. In this figure, it can also be seen that product development, or the path going from idea to final product, is composed by a number of steps, each of them associated to a particular form of knowledge and requiring different information patterns. For instance, starting with market requirements, both cost and production scale can be defined thus providing inputs for decisions such as process selection and cost composition (manufacturing, materials, maintenance, etc.). Moreover, knowledge of the demands that the environment exerts upon the product is related to overall performance, life expectancy and maintenance requirement, among others. For instance, a corrosive environment can create conditions for stress-corrosion attack in a component under load, a particular situation that has to be taken account by design and stress analysis. Finally, it must be born in mind that the above-mentioned activities depend on information related to expected performance, which in its turn is related to market requirements. In conclusion, Fig.(1) summarises the steps needed to produce an object and show that four major considerations are invoked in such task: (i) the function - what the object is supposed to do?; (ii) what is the environment in which it operates? (iii) what is its durability?; (iv) is the cost of this solution compatible with market expectations ?

The evolution of MS from a semi-empirical task to an organised, almost scientific methodology, took place during early eighties. Before this, texts on the subject usually consisted of lists of materials properties with few generalising attempts such as: materials for high temperature applications, materials for wear resistance, and so forth. Among the first modern textbooks on MS the authored by Ashby and Jones (1980) and by Charles and Crane (1984) must be mentioned. These texts contain criteria to whose MS can be conducted in an organised and piecemeal way, establish rules regarding decision-making procedures and introduce the concept of merit indices (MI) which will be discussed below.

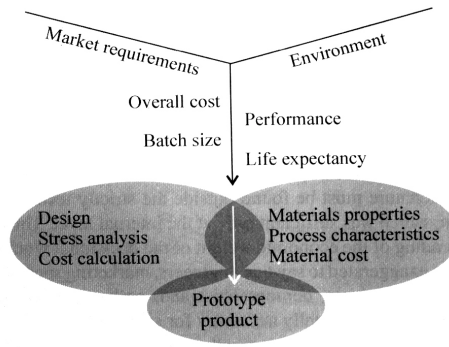


Figure 1. Schematic representation of a typical product development procedure, showing boundary conditions and functional relationship between design, product and materials selection.

## 2. Main Concepts of Materials Selection

### 2.1. Objectives

MS activities can be carried out having multiple objectives, each characterised by a different approach requiring its particular strategy. The following list gives some examples:

- Cost Reduction: options can include change of construction materials, viz. polymers replacing steels in the automotive industry;
- Meeting New Service Conditions or more severe working conditions: for example, increase in temperature and pressure in a chemical reactor;
- Weight Reduction: This is a universal objective for everything which is mobile;
- Materials vs. Process: There are cases in which materials substitution must be carried out in order to allow the adoption of a more suitable fabrication process;
- New Materials: complete redesign of the product or device may be necessary in order to fully exploit the new material properties.

### 2.2. Macroscopic and Microscopic Approaches

The meaning of the here denominated *macroscopic* and *microscopic* approaches is illustrated in Fig. (2), which uses as example a MS event in which a particular aluminium alloy was selected. Besides mechanical properties, a number of process-dependent specifications must be taken into account. The complexity of this MS event can be appreciated remembering that there are approximately 600 different aluminium alloys and a variety of manufacturing and fabrication routes. If we take into account that within the mechanical properties range of the chosen alloy, a number of steels, composites, magnesium alloys titanium alloys and other materials can also fit, it can be concluded that the initial choice is enormously large. Figure (2) is a schematic of the sequence of steps and constraints, which are common to the majority of MS events. Therefore, it follows that a macroscopic approach has to be adopted on the left-hand side of the Fig. (2) so as not to miss any opportunity in terms of candidate materials. This has to be gradually changed toward a more detailed procedure - the microscopic approach - while the decision-making process moves towards the right hand side (Ferrante et al., 2000).

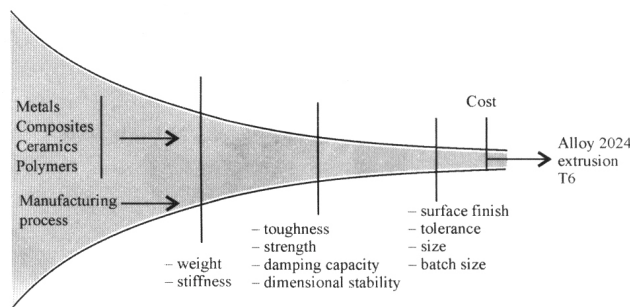


Figure 2. The funnel-like shape of a typical MS procedure and some of the decision steps along the way.

### 2.3. Materials Properties Maps and Merit Indices

Compilation and organisation of materials properties are the task of data banks, which can be very simple like tables, or very complex like modern software. Graphic display is particularly interest since it makes possible to plot properties (or combination of properties) in orthogonal coordinate system X and Y, thus creating *Materials Properties Maps* (MPM), which permit rapid comparison of large numbers of candidate materials. This representation was developed by M.F. Ashby (1989) and is exemplified in Fig. (3) for the particular case of Young Modulus vs. Density. It must be mentioned that all sort of material combinations can be chosen in the production of MPM. Since 1994, the MPM can be created using a very friendly-user software (Cambridge Materials Selector software, 1994).

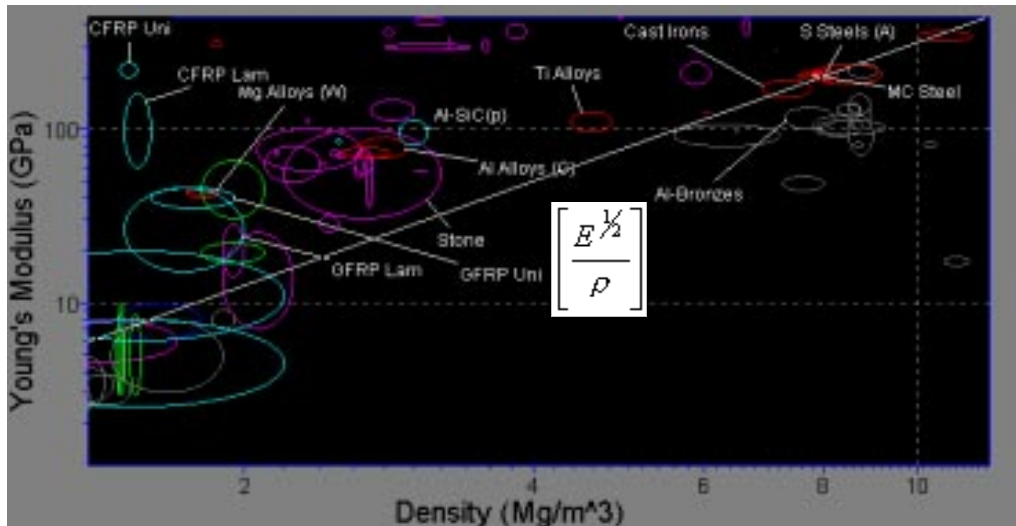


Figure 3. Young's Modulus (E) vs. density (ρ) Material Property Map.

Another important concept in MS is the *Merit Index* (MI), an algebraic formula expressing a compromise between two characteristics or properties of the material. In general, it is a fraction in which the numerator is the property that has to be maximised and the denominator is the property that has to be kept as low as possible. In some situations it can be a product, or even a single property. For example, taking a MS event in which the criteria is stiffness and the objective is minimal weight the MI is  $[E^n/\rho]$ , where the exponent depends of the loading mode and the product classification (beam, tie, column, plate, etc.). In the example, the best material is that which exhibits the larger IM value. The MI deduction methodology will be shown further on, in the case study here provided.

In order to use efficiently the MPM as a MS tool, two different "reading modes" should be adopted:

**Diagonal reading:** used to locate materials, represented by (x,y) points in the XY space, with respect to a constant MI line of interest. Thus materials lying along a particular line will have the same MI; those above and below will have higher and lower values, respectively.

**Orthogonal reading:** this reading mode is useful to compare the property that has to be maximised. For instance, cast iron and GFRP lam. (glass fibers reinforced polymer, laminated) have approximately the same value of the MI,

as can be seen in fig. (3). The  $IM = \left[ \frac{E^{1/2}}{\rho} \right]$  is the correct choice for square-section beam under bending load.

Despite both materials having identical values of IM, the cast iron beam will have a smaller cross-section area than the GFRP beam, due to its larger Young's Modulus value.

### 3. Case Study - Materials Selection for Spun Gears

In this case study, the *objective* is *weight minimisation* of a spun gear and the *restriction* is *proper support of the bending stress* on the gear tooth, which is the critical stress that this machine component supports. The bending stress in a spun gear tooth is shown in Fig. (4).

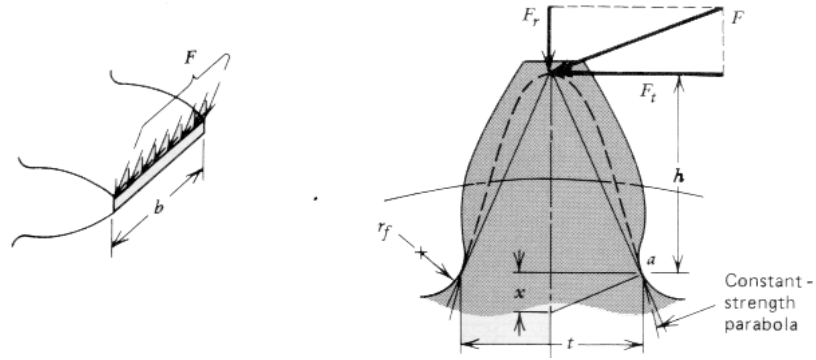


Figure 4. Bending stress in a spur gear tooth. Comparison with a constant-strength parabola (adapted from Juvinal and Marshek, 1991).

A simple method to carry out this analysis makes use of the Lewis equation (Juvinal and Marshek, 1991, Faies, 1978, Shigley, 1977). Its important to note that this simplified method do not consider some important points of gears design like degree of shock, stress concentration at the base of the tooth, accuracy and rigidity of mounting, and so on. Nevertheless, this method is sufficient to the present MI deduction.

Lewis Equation is deduced from the assumption that the loaded tooth is similar to a cantilever beam under bending, as shown in Eq. (1).

$$\sigma = \frac{M \cdot c}{I} \quad (1)$$

Where  $M$  is the bending moment;  $c$  is the distance between the neutral axis and the surface of the beam and  $I$  is the moment of inertia.

Bending moment in the spur tooth is obtained by the following equation:

$$M = Ft \cdot h \quad (2)$$

Where  $Ft$  is the tangential force component applied to the tooth;  $h$  is the height of the constant strength-parabola, and:

$$c = \frac{t}{2} \quad (3)$$

Where  $t$  is the tooth width.

Substituting eqs. (2) and (3) in (1), gives:

$$\sigma = \frac{6 \cdot Ft \cdot h}{b \cdot t^2} \quad (4)$$

Where  $b$  and  $t$  are the tooth thickness and width, respectively.

$$t = \left( \frac{6 \cdot F \cdot h}{b \cdot \sigma} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (5)$$

The tooth mass can be calculated by eq. (6):



$$m = \rho \cdot V \quad (6)$$

where  $\rho$  is the density and  $V$  is the tooth volume. The volume ( $V$ ) of the tooth is the area of the constant strength-parabola plus the tooth thickness  $b$  as can be seen in fig. (4).

$$V = A_{Parab} \cdot b = \frac{4}{3} \cdot \left( \frac{t}{2} \right) \cdot h = \frac{2}{3} \cdot t \cdot h \cdot b \quad (7)$$

Substituting equation (7) in (6), we obtain eq. (8) which describes the tooth mass:

$$m = \frac{2}{3} \cdot \rho \cdot t \cdot h \cdot b \quad (8)$$

By similar triangles, see Fig. (1), eq. (9) can be deduced:

$$\frac{t/2}{x} = \frac{h}{t/2} \therefore \frac{t^2}{4} = hx \therefore h = \frac{t^2}{4x} \quad (9)$$

Substituting eqs. (5) and (9) in (5), eq. (10) results, finally giving the MI for the spun gear:

$$m = \frac{2}{3} \cdot \rho \cdot t \cdot b \cdot \left( \frac{t^2}{4x} \right) = \frac{1}{6} \cdot \rho \cdot b \cdot \frac{t^3}{x} = \frac{1}{6} \cdot \rho \cdot \frac{b}{x} \cdot \left( \frac{6 \cdot Ft \cdot h}{b \cdot \sigma} \right)^{3/2}$$

$$m = \frac{b}{6 \cdot x} \left( \frac{6 \cdot Ft \cdot h}{b} \right)^{3/2} \cdot \left[ \frac{\rho}{\sigma^{3/2}} \right] \quad (10)$$

Consequently, to minimise the gear weight an MI, equal to  $\left[ \frac{\sigma^{3/2}}{\rho} \right]$ , has to be maximised.

Figure (5) shows an Elastic Limit vs. Density Map on which the line of the above determined MI was superimposed. This was positioned such as pass through the ellipse of the low alloy steels (LA Steels) since this material class is commonly used for gear manufacture. In other words, it is a reasonable start-point for the selection. Another important concept is that the aforementioned line runs through identical values of the IM; thus all materials along it have the same index, materials above it have larger values and materials located below have smaller IM.

By orthogonal and diagonal reading, it is possible to select some candidate materials, which will be ranked in the formalisation step, whose description forms the next section.

#### 4. Formalisation Procedure of the Materials Selection Process:

The best material for any particular application is not necessarily that exhibiting the larger MI, but the one that has the best set of desirable properties. The tools employed in the formalisation of MS processes are the *decision matrices*, which can be qualitative, semi-quantitative or quantitative (Bourell, 1997). One of the most interesting decision matrix used in MS is the Pahl and Beitz method, which allows quantitative evaluation of alternatives (candidate materials) using weighted criteria or factors.

The establishment of these weighting factor values is a typical multidisciplinary task, involving engineers, designers, marketing and cost specialists. Its a very delicate step in which the boundary conditions of the whole project have to be established and quantified according to the available data.

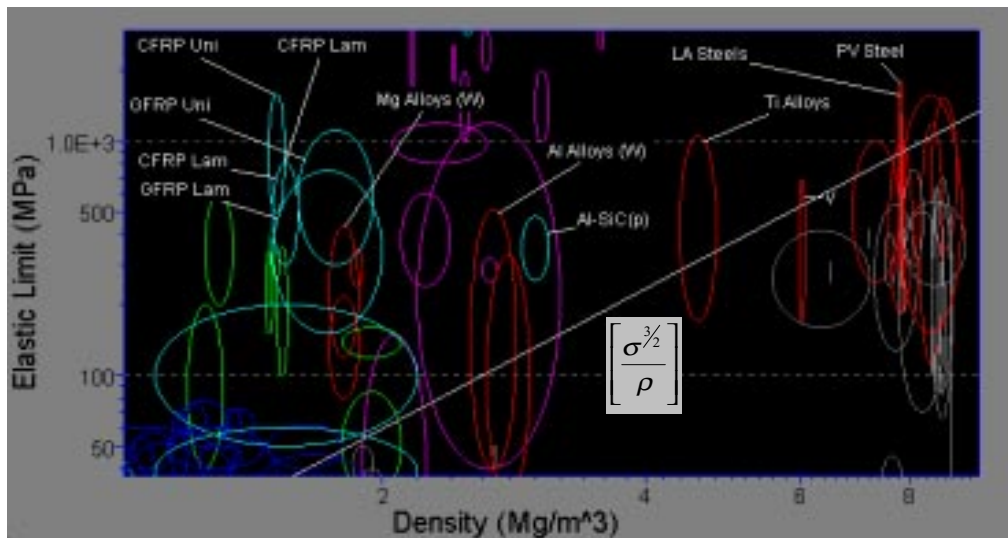


Figure 5. Elastic limit versus density map and the MI line of the spur gear.

The Pahl & Beitz method can be described as follows:

- (i) The functional description of the product and the criteria or requirements are arranged on a “tree”, composed by two or more levels. There are *n* criteria and *k* candidate materials;
- (ii) The tree is similar to a conventional organogramme, which each level is subordinate to the higher order level. Therefore, criteria of the same order are arranged on horizontal lines, all belonging to the same level. Figure (6) shows the tree for the spur gear requirements.

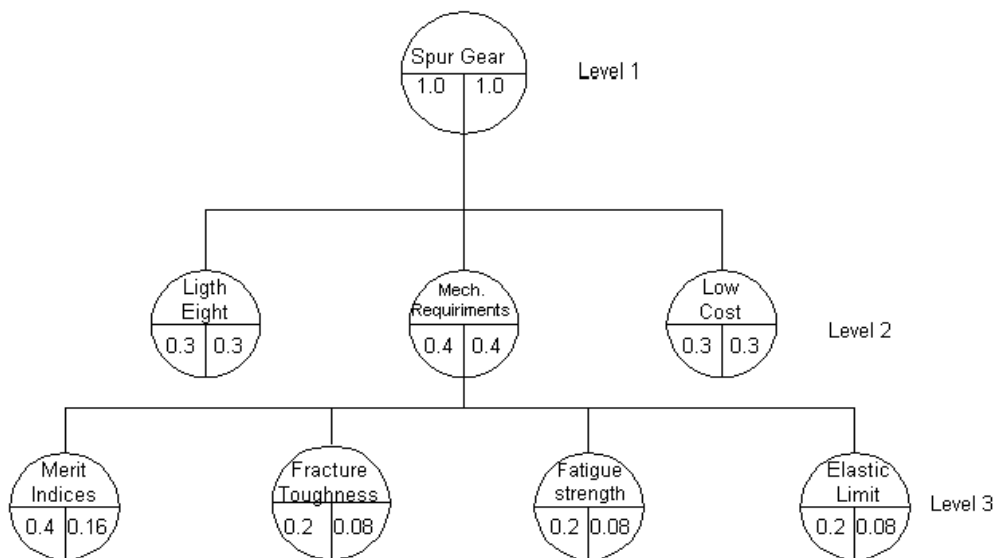


Figure 6. Pahl and Beitz objective tree for a spur gear.

- (iii) Higher levels express the basic requirements. Lower levels contain secondary or ancillary selection criteria;
- (iv) To each criteria it is assigned a value (*v<sub>ij</sub>*), taken from the value scale shown in Tab. (1). Therefore, there are (*k*).(*n*) values to assign;
- (v) Each criteria is multiplied by a weighting factor (*w<sub>ij</sub>*) which is deployed under it. In each level the sum of these factors equals 1.
- (vi) For any criteria of order *n*, with *n* ≥ 2, the correspondent weighting factor (*w<sub>ij</sub>*) is the product of the weighting factor associated to the parent criteria of level immediately superior, that is, level (*n*-1), with the weighting factor associated to the criteria in consideration.

Table 1 - Value scale for the Pahl and Beitz method.

Value ( $v_{ij}$ )	0	1	2	3	4
Meaning	Unsatisfactory	Just tolerable	Adequate	Good	Very Good

The final rating is given by summing all weighted values for the candidate material  $i$ ; this is called the *Overall Weighted Value* ( $OWV_i$ ). It is customary to normalize  $OWV_i$ 's to 1 by dividing by the maximum value ( $v_{max}$ ) and the sum of the weighting factors. In this case we obtain the so-called *Weighted Property Index* ( $WR_i$ ) shown in Eq. (11):

$$WR_i = \frac{\sum_{j=1}^n W_j \cdot v_{ij}}{v_{max} \cdot \sum_j W_j} \tag{11}$$

where normally:

$$\sum_{j=1}^n W_j = 1 \tag{12}$$

In this case study, the Pahl and Beitz scale will be replaced by the exactly property values. This modification, proposed by Ferrante, Santos and de Castro (2000), has the advantage of remove the subjectivity associated to the assessment of qualities, such as "excellent", "very good", etc. Table (2) summarises materials, properties and IM's.

Table 2 - Properties and IM of Candidates for the Spun Gears Materials Selection Study

Material	$\sigma_y$ [MPa]	$\rho$ [Mg/m <sup>3</sup> ]	$\sigma_f$ [MPa]	$K_{IC}$ [MPa.m <sup>1/2</sup> ]	$\frac{\sigma^{3/2}}{\rho}$ [ $10^3 \cdot N^{3/2}/g$ ]	Cost [ $10^3 \cdot \text{£}/m^3$ ]
CFRP <sup>1</sup>	1300	1.55	900	33	30240	108.5
GFRP <sup>2</sup>	480	1.86	255*	37	5654	14.88
Ti-6 <sup>A</sup> 1-4V	830	4.4	620	91	5434	88
Al 2024 T4	330	2.8	116	39	2140	2.8
AISI 4130 steel	1500	7.8	450*	70	7448	4.68

(1) Carbon fiber reinforced polymer processed by Hercules Inc. (AS4 fiber / 3502 epoxy resin; 55% volume of fiber); (2) Glass fiber reinforce polymer E-710 S-Glass reinforced epoxy resin; (\*) Estimated properties; Sources of materials properties are: Charles and Crane (1984), Ferrante (1996) and Laramee (1993).

Despite their acceptable MI values, as shown in Fig. (5), magnesium alloys, Al-SiC composites and polymers were disregarded due to their low  $K_{IC}$  values ( $< 25 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ).

In Tab. (2) materials cost was assigned in  $\text{£} / \text{m}^3$  (Libras per cubic meter) unit which is equal to materials cost in  $\text{£} / \text{kg}$  (available in the Cambridge Materials Selector database) multiplied by the materials density. This is a more suitable form to assign materials cost due to assumption that the spur gear dimensions are constant (consequently the gear volume is constant).

Table (3) summarises quantitatively the procedure described from (i) to (vi) and includes the previously explained modification made on item (iv).

Finally, Tab. (4) contains the normalised data of the evaluation criteria of each candidate material. Normalisation was performed by dividing each value by the maximum figure.

As it can be seen, the largest  $WR_i$  belongs to the CFRP composite, followed by the AISI 4340 steel. Some important aspects have to be considered when a composite is selected: (i) properties normalisation of such materials is lacking or is still very poor; (ii) composite properties are very sensitive to the product shape; therefore products exhibiting complex design need to be carefully tested to avoid service failures; (iii) composites, especially CFRP, are expensive materials and its adoption depends of a careful analysis of the marketing requirements. In the present case study, only a moderated restriction concerning low cost was adopted.

## 5. Final Comments

Materials selection is an interdisciplinary activity that calls for the combination of a number of engineering expertises. This can be called the internal level of activities, but it also displays an external level concerned with non-technical issues, such as marketing and techno-economical forecast. The systematic approach, using *merit index* and *materials properties maps*, is due to M.F. Ashby and today presents the most advanced methodological procedure available to materials selection. Originally conceived as an educational tool, its evolution into very friendly-user software combined with a large number of technical data permits its application to any real situation. Following the Ashby approach, this paper presented a case based on a typical mechanical component. Nevertheless, the method here presented can be applied to a wide range materials selection cases.

The employment of decision matrices to formalise the materials selection procedure is very useful when numerous selection requirements are simultaneously present. Its central feature is the identification and quantification of the weighting factors. The decision matrix used in the case study here presented can be considered an improvement to the original Pahl and Beitz method, since only numerical data were used instead of subjective value scales.

The use of materials properties maps embodies the macroscopic approach and integrates the merit indices into the selection process, assuring that no opportunity was lost, even though in a number of cases the selection process is restricted from the initial stage to a class or sub-class of materials. Another practical aspect that militates against the macroscopic approach is the fact that industries invest large sums of money in some specific product, related machinery and technologies, thus limiting the choices.

Some critical materials selection steps, which have to be carefully observed are: (i) The MI deduction, very simple in a number of case can be quite complex in others. Special care have be done with very simplified models of the system under study, which can result in an incorrect MI; (ii) The assignment of weighting factors, that is, the establishment of priorities, is a complex step. Commonly, the correct quantification of these factors depends not only on technical reasons but on techno-economical and marketing requirements as well; (iii) Process selection, which was not the object of the present paper, increases the constrains of the selection procedure. Indeed, the relationship between materials and process selection is a very complex task and there is still a scarcity of adequate tools (computational and methodological) dedicated to an integrated material + process SM treatment. In some cases, especially in very large scales of production, process selection can be a more critical task than materials selection. In these cases, a different approach has to be used, with priority to the process variables.

Table 3: Pahl and Beitz - Based Decision Matrix for the Spur Gear.

Criteria			Material 1 CFRP			Material 2 GFRP			Material 3 Ti-6Al-4V			Material 4 AA 2024 T4			Material 5 AISI 4340 steel		
Primary Considerations	No.	Evaluation Criteria	$v_{1j}$	$W_{1i}$	$W_{1j} \cdot v_{1j}$	$v_{2j}$	$W_{2j}$	$W_{2j} \cdot v_{2j}$	$v_{3j}$	$W_{3j}$	$W_{3j} \cdot v_{3j}$	$v_{4j}$	$W_{4j}$	$W_{4j} \cdot v_{4j}$	$v_{5j}$	$W_{5j}$	$W_{5j} \cdot v_{5j}$
Weight (0.4)	1	Low Weight*	0.645	0.3	0.194	0.556	0.3	0.167	0.227	0.3	0.068	0.357	0.3	1.07	0.128	0.3	0.038
Mechanical Requirements (0.4)	2	Merit Indices	30240	0.16	4838	5654	0.16	905	5434	0.16	869	2140	0.16	342	7448	0.16	1192
	3	Fracture Toughness	33	0.08	2.64	37	0.08	2.96	91	0.08	7.28	39	0.08	3.12	70	0.08	5.6
	4	Fatigue strength	900	0.08	72	255	0.08	20.4	620	0.08	49.6	116	0.08	9.28	450	0.08	36
	5	Elastic Limit	1300	0.08	104	480	0.08	38	830	0.08	66	330	0.08	26	1500	0.08	120
Cost	6	Low Cost** ( $10^{-3} \text{ m}^3 / \text{£}$ )	0.0092	0.3	0.0028	0.0672	0.3	0.0202	0.0114	0.3	0.0034	0.3571	0.3	0.1071	0.2136	0.3	0.0641

(\*) Assuming that the spur gear has constant dimensions, the component mass can be replaced by the materials density. The minimum weight criteria is assigned as the inverse of the material density ( $1/\rho$ ). The minimum cost criteria is assigned as the inverse of the material cost ( $\text{£} / \text{m}^3$ ).

Table 4: Normalized Data of Evaluation Criteria for each Candidate Material.

Criteria	Material 1 CFRP	Material 2 GFRP	Material 3 Ti-6Al-4V	Material 4 AA 2024 T4	Material 5 AISI 4340 steel
Proportional Values (%)					
1- Low Weight	100	86.08	35.05	55.15	19.59
2- Merit Indices	100	20,66	19,84	7,81	27,21
3- Fracture Toughness	36,26	40,66	100	42,86	76,92
4- Fatigue strength	100	28,33	68,89	12,89	50
5- Elastic Limit	86,67	31,67	55	21,66	100
6- Low Cost ( $\text{£}/\text{m}^3$ )	2.61	18.86	3.17	100	59.85
$WR_i^*$	425.54	226.26	281.95	240.37	333.57

\* As mentioned previously, the Pahl and Beitz scale was replaced by the properties values which were normalised by the maximum weighted value. Therefore  $WR_i$  is the sum of this normalised weighted values (proportional values).

## 6. References

- Ashby, M.F., Jones, D.R.H., 1980, "Engineering Materials 1 - An Introduction to Their Properties and Applications", Pergamon Press, 278p.
- Ashby, M.F., 1989, "On the engineering Properties of Materials". Acta metall. Vol. 37, No.5.
- Bourell, D.L., 1997, "Decision Matrices in Materials Selection". in ASM Handbook, Vol. 20, pp. 291-296.
- Cambridge Materials Selector software, 1994, version 2.02, Granta Design LTD.
- Charles, J.A., Crane, F.A.A., 1984, "Selection and Use of Engineering Materials". Butterworth-Heinemann, 336p.
- Clark, J.P., Roth, R., Field III, F.R., 1997, "Techno-Economic Issues in Materials Selection". in ASM Handbook, Vol. 20, 950p.
- Faires, V.M., 1978, "Elementos Orgânicos de Máquinas", 2<sup>a</sup> Ed, Vol.2, Livros Técnicos e Científicos., 651p.
- Ferrante, M., Santos, S.F., Castro, J.F.R., 2000, "Materials Selection as an Interdisciplinary Technical Activity: Basic Methodology and Case Studies". Materials Research, Vol. 3, No. 2, pp.1-9.
- Ferrante, M., 1996, "Seleção de Materiais", Editora da UFSCar, 326p.
- Juvinal, R.C., Marshek, K.M., 1991, "Fundamentals of Machine Components Design", 2<sup>nd</sup> Ed., John Wiley & Sons Inc., 804p.
- Laramee, R.C., 1993, "Forms and Properties of Composite Materials", in: Engineering Materials Handbook, Vol. 1, ASM International, 983p.
- Shigley, J.E., 1977, "Mechanical Engineering Design". 3<sup>th</sup> Ed., McGraw-Hill Inc., 695p.

# Determinação das Tensões Residuais em Aço AISI 8620 Cementado, Temperado e Revenido

**Humberto T. S. Ogata**

Mestrando pela Universidade Federal do Paraná  
Robert Bosch Ltda  
Av. Juscelino K. de Oliveira, 11800 - CP 3014  
81450-902 – Curitiba PR

**Ana Sofia C. M. d'Oliveira, PhD**

**Paulo S. C. P da Silva, PhD**

Departamento de Engenharia Mecânica  
Universidade Federal do Paraná  
Centro politécnico - CP 19011  
81531-990 – Curitiba - PR

## *Resumo*

Tensões Residuais (TRs), resultantes do processamento, exercem uma influência significativa no desempenho mecânico de componentes, particularmente quando sujeitos a mecanismos de falha dependentes de condições locais, tais como, fadiga, fratura frágil e corrosão-sob-tensão. No caso de peças cementadas, a influência das TRs se torna particularmente crítica no caso de componentes de paredes finas. Neste caso, é possível ocorrer o que se conhece como “cruzamento das camadas”, condição particularmente danosa para a resistência à fadiga. Este trabalho apresenta valores de TRs, obtidos por difração de Raios-X, na superfície de lâminas finas de aço tipo AISI 8620, cementadas, com espessura variando de 0,5 mm a 10 mm. Os resultados mostram a influência da dureza de núcleo nas TRs na superfície da lâmina, em particular quando a “profundidade efetiva de cementação” é maior do que metade da espessura. A influência de tratamentos de revenido também é apresentada.

**Palavra Chave - Cementação - Tensões residuais - Aço 8620**

## 1. Introdução

Peças cementadas de parede fina podem apresentar redução significativa na vida em fadiga quando a especificação da profundidade da camada ou as condições de tratamento térmico conduzem ao que se conhece na prática industrial como “cruzamento das camadas”. Isto equivale a uma dureza no núcleo superior ao limite para determinação efetiva da camada de cementação, a saber, 550 HV1, segundo Norma DIN 50 190.

Este efeito é normalmente atribuído a influência das tensões residuais (TRs) na superfície da peça. Como se sabe, a transformação do núcleo ocorrendo antes da transformação da superfície durante a têmpera de uma peça cementada garante tensões compressivas na superfície, com o conseqüente efeito benéfico na resistência à fadiga. Quando a espessura do núcleo não é suficiente ou, no caso limite, inexistente, haveria uma inversão das TRs na superfície, conduzindo a valores trativos e prejudicando a vida em fadiga. Este efeito foi investigado neste trabalho medindo-se as TRs através da técnica de Raios X em lâminas de aço tipo AISI 8620 com diferentes espessuras, mantendo-se as mesmas condições de cementação para produzir a mesma profundidade efetiva de camada endurecida.

Particularmente interessante é o efeito do tratamento de revenido sobre as TRs nas lâminas com espessuras intermediárias.

## 2. Conceitos Fundamentais em Difractometria de Raios-X

Os métodos de difração para determinação de tensão residual medem os ângulos nos quais a máxima intensidade difratada ocorre quando uma amostra é irradiada com raios-x ou nêutrons. Destes ângulos se obtêm o espaçamento interplanar dos parâmetros de rede irradiados utilizando-se a lei de Bragg. Se o material está tensionado, os valores do espaçamento serão diferentes daqueles não tensionados e a diferença será proporcional a tensão, agindo nos planos. Desta forma podemos, então, usar a teoria da elasticidade para determinar a tensão residual ou aplicada agindo nos planos.

### 2.1 Difração de Raios-X:

Quando um metal está tensionado as deformações elásticas se manifestam na rede cristalina dos grãos individuais.

A tensão aplicada, externa ou residual, quando menor que o limite de escoamento, é tomada como uma deformação na plano interatômico. As técnicas de difração de raios-x são capazes de medir estes espaçamentos interatômicos, os quais são indicativos da macro tensão a que o metal está submetido. Os valores da tensão são obtidos destas deformações elásticas nos cristais por meio do conhecimento das constantes elásticas do material, assumindo-se que estas tensões são proporcionais a deformação. Os mais importantes parâmetros envolvidos na mecânica da difração de raios-x são descritos pela lei de Bragg,

$$n\lambda = 2d \sin \theta \tag{1}$$

Onde:

$n = n.^{\circ}$  inteiro

$\lambda =$  Comprimento de onda da radiação difratada

$d =$  Espaçamento dos planos atômicos

$\theta =$  ângulo de Bragg

Em todas as aplicações onde a determinação de “d” for requerida, ou  $\lambda$  ou  $\theta$  deverá ser conhecido. Na maioria das aplicações práticas, nas quais se inclui análises de tensões residuais,  $\lambda$  é constante e conhecido e  $2\theta$  deverá ser o parâmetro medido.

Da teoria da elasticidade temos que a equação que relaciona a tensão superficial em qualquer direção, definida por um ângulo  $\psi$ , para a deformação  $\epsilon$  na direção  $(\phi, \psi)$  e as tensões principais na superfície como demonstrado por vários trabalhos (Dieter, 1979; Noyan, 1989 e Munhoz Jr, 1983) é dada por:

$$\epsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} + (\sigma_{\phi} \sin^2 \psi) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \tag{2}$$

Esta equação basicamente relaciona os princípios da difração de raios-x com as relações tensão-deformação e pode ser reescrita como:

$$\sigma_{\phi} = \frac{d_{\psi} - d_1}{d_1} \left( \frac{E}{1+\nu} \right) \frac{1}{\sin^2 \psi} \tag{3}$$

Onde  $d_{\psi}$  = espaçamento interatômico para os planos cristalino cuja normal é definida pelos ângulos  $\phi$  e  $\psi$ .

$d_1$  = espaçamento interatômico dos planos cristalinos paralelos a superfície da amostra.

Uma vez que a diferença entre  $d_{\psi}$  e  $d_1$  é muito pequena, da lei de Bragg temos:

$$\frac{\Delta d}{d} = \cotg \theta \quad \text{ou} \quad \frac{\Delta d}{d} = \cotg \theta \left( \frac{\Delta 2\theta}{2} \right) \tag{4}$$

E a Eq. (3) poderá ser reescrita como:

$$\sigma_{\phi} = (2\theta_1 - 2\theta_{\psi}) \frac{\cotg \theta}{2} \left( \frac{E}{1+\nu} \right) \frac{1}{\sin^2 \psi} \frac{\pi}{180} \tag{5}$$

Na prática, o valor de  $\cotg \theta$  é considerado uma constante e seu valor é aproximado por  $\cotg \theta_1$  ou  $\cotg \theta_0$ , quando conhecido  $\theta_0$ . No caso do aço, quando usualmente se mede  $2\theta$  para os planos (211) de martensita ou ferrita, adota-se  $2\theta = 155,8^{\circ}$ . Essa aproximação leva a um erro desprezível para medição onde a diferença  $(2\theta - 2\theta_{\psi})$  é pequena. No caso do aço esse valor de  $2\theta$  raramente ultrapassa  $1,5^{\circ}$ .

Pode-se escrever, então a Eq (5) de forma simplificada.

$$\sigma_0 = k(2\theta_1 - 2\theta_{\psi}) \tag{6}$$

Onde  $k =$  fator de tensão

$$k = \frac{\cotg \theta}{2} \left( \frac{E}{1+\nu} \right) \frac{1}{\sin^2 \psi} \frac{\pi}{180} \tag{7}$$



Portanto para obter-se o valor de  $\sigma_0$  basta determinar o valor do ângulo de difração  $2\theta$  com a amostra na posição  $\psi = 0$  e o ângulo de difração  $2\theta_0$  com a amostra girada em um ângulo  $\psi$ . O valor de tensão residual na direção desejada é o valor da diferença dos dois ângulos multiplicado pelo fator de tensão “k”, característico do material de amostra e das condições experimentais.

### 3. Materiais e Métodos

#### 3.1 Materiais e Processos Utilizados:

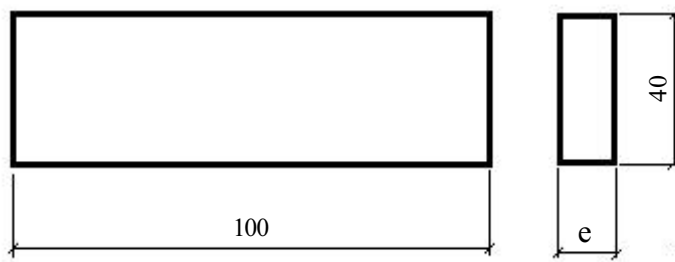
As amostras utilizadas foram obtidas a partir de aço de construção mecânica, laminadas a frio, do tipo AISI 8620, com a composição química mostrada na Tab. (1).

Tabela 1 - Composição Química

		Elemento - % em peso							
		C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni
Nominal	Max	0,18	0,70	0,15	-	-	0,4	0,15	0,40
	Mín	0,23	0,90	0,30	0,035	0,04	0,60	0,25	0,70
Obtido		0,20	0,77	0,18	0,023	0,030	0,55	0,15	0,46

As amostras foram obtidas a partir do aço laminado a frio, com o comprimento destas coincidente com o sentido da laminação da barra. A geometria das amostras utilizadas está ilustrada na Fig. (1)

Figura 1. Geometria dos corpos de prova



Foram executadas três séries de corpos de prova para cada espessura “e”. As séries foram submetidas ao mesmo tratamento térmico e a mesma seqüência de processo, conforme Tab.(2)

Tabela 2. Seqüência e parâmetros do tratamento térmico

Operação	Descrição	Parâmetro
Cementação	Temperatura / tempo	980°C / 700 min
	Teor de carbono	0,95 %
Têmpera	Temperatura / tempo	850°C / 60 min
	Teor de carbono	0,8 %
	Temperatura do óleo de têmpera	50/60 °C
Lavar	-	Solução alcalina – 60/70 °C
Sub-zero	Temperatura / tempo	- 196 °C/ 10 min
Revenimento	Temperatura / tempo	180°C /60 min

Para os tratamentos de cementação e têmpera foi utilizado um forno de câmara (com tanque de óleo acoplado) com atmosfera controlada. Para o sub-zero foi utilizada uma cuba criogênica com nitrogênio líquido e para o revenimento, um forno de câmara com atmosfera a base de nitrogênio gasoso.

A atmosfera do forno é do tipo endotérmico feito a partir da reação de propano e ar em gerador de gás externo com composição química padrão. O teor de carbono da atmosfera é controlado por meio de sonda de oxigênio.

A preparação das amostras, antes da medição de tensão, foi feita com água e desengraxante alcalino em uma solução a 3%. Para a medição da tensão residual foi utilizado um difratômetro de raios da marca “Rigaku” específico para a medição de austenita retida e tensão residual com regulação de parâmetros conforme mostrado na Tab. (3)

Tabela3. Parâmetros para medição de tensão residual.

Descrição	Parâmetro
Método	2 exposições
Raios	Cr-K $\alpha$
Filtro	Vanádio
Plano de difração	(211) $\alpha$ -Fe
Ângulos incidentes	151/157°
Janelas	Tipo Foller
Tensão do tubo	20 KV
Corrente do tubo	5 mA

### 3.2. Resultado dos Testes

A tensão residual, a austenita retida e a dureza das três séries de amostras foram examinadas após a têmpera e após o revenimento. A medição da profundidade da camada cementada e a avaliação da estrutura somente foram feitas após a operação de revenimento por tratar-se de exames destrutivos. Os resultados destes exames estão mostrados na Tab. (4).

Tabela 4. Resultados dos exames x espessura dos corpos de prova

	Unidade	Identificação do Corpo de Prova											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Espessura do CP	mm	10	9	8	7	6	5	4	3	2	1,5	1	0,5
Dureza na superfície	HRC	62,8	63,0	62,5	63,1	62,9	61,0	62,8	63,0	63,0	62,9	62,5	63,4
Camada cementada	mm	1,8	1,7	1,9	1,9	1,7	1,9	c/c*	c/c*	c/c*	c/c*	c/c*	c/c*
Austenita retida	%	< 10											

c/c\* - camada cruzada

Para a determinação da camada cementada considerou-se que o valor limite da dureza é 550 HV1. A camada final obtida é de cerca de 2 mm, conforme inicialmente planejada.

Observar que os corpos de prova mais finos não apresentam o núcleo original, isto é, a camada cementada está cruzada nestes corpos de prova. De maneira inversa, os corpos de prova mais espessos apresentam o núcleo original como mostrado na Fig. (2).

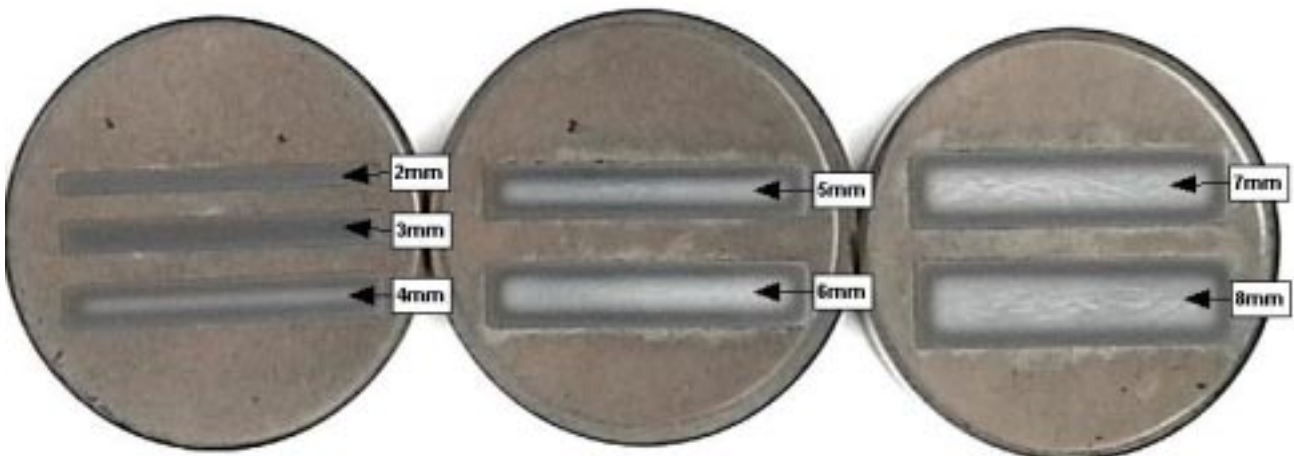


Figura 2. Corpos de prova com aumentos de 25x, ataque de nital a 3%.

A medição da austenita retida no difratômetro de raios apontou um teor médio de 25% nos corpos de prova após a têmpera, evoluindo para teores < 10% após a operação de sub-zero e revenimento.

As Fig. (3) e Fig. (4) apresentam a estrutura metalográfica da camada cementada dos corpo de prova n.º 3 e n.º 9, respectivamente.

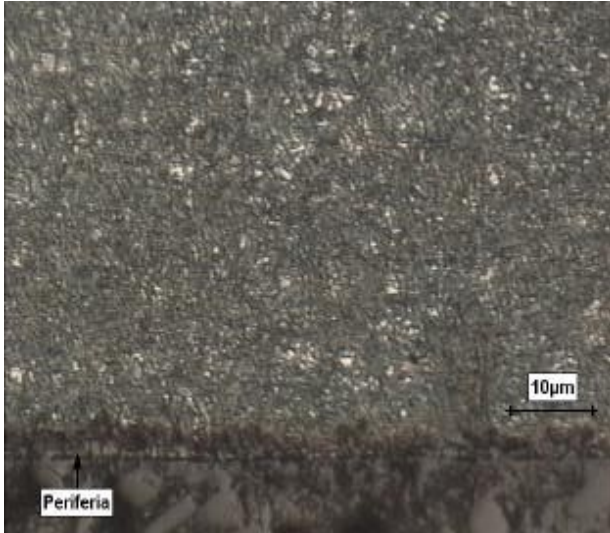


Figura 3. Micrografia da camada cementada do corpo de prova n.º 3 com ampliação de 200 x, ataque de nital a 3% - martensita e poucos carbonetos.



Figura 4. Micrografia da camada cementada do corpo de prova n.º 9 com ampliação de 200 x, ataque de nital a 3% - martensita e carbonetos.

As microestruturas apresentadas, típicas de um aço AISI 8620 cementado, temperado e revenido, mostram que nenhuma anormalidade ocorreu durante a aplicação do tratamento térmico. Tanto o tamanho da agulha de martensita, quanto o tamanho e a distribuição dos carbonetos e da austenita retida são resultados característicos do tratamento térmico aplicado nas condições descritas na tab.(2) acima.

Os resultados da tensão residual das três séries de amostras estão mostrados na Tab. (5). Os valores apontados representam a média da leitura dos três corpos de prova de cada série, tomadas antes e após o sub-zero e revenimento.

Tabela 5. Valores da tensão residual

Unidade		Identificação do Corpo de Prova											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Tensão residual após têmpera	MPa	-220	-200	-190	-160	150	120	300	310	420	280	230	240
Tensão residual após revenimento	MPa	-230	-210	-190	-210	-150	-130	230	320	370	200	260	220

Os valores da Tab. (5) acima podem ser melhor representados na forma gráfica conforme Fig. (5).

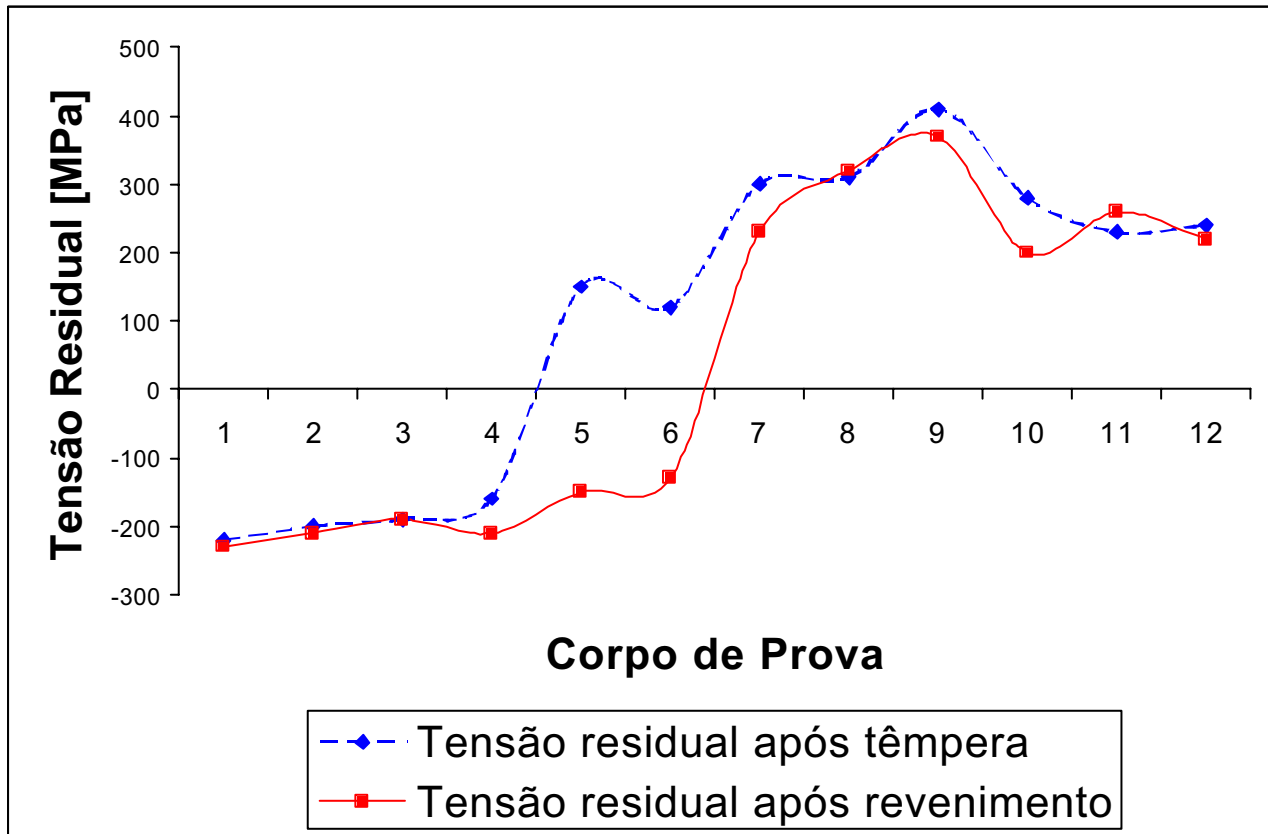


Figura 5. Valores da tensão residual

#### 4. Conclusões

Para o aço tipo AISI 8620, nas condições de tratamento térmico descritas acima, pode-se concluir:

- a – Após a têmpera em óleo, as TRs na superfície das amostras são compressivas para espessuras de núcleo aproximadamente igual ao dobro da profundidade efetiva de cementação.
- b – Para espessuras de núcleo entre 1 e 2 vezes a profundidade efetiva de cementação, as TRs passam de trativas para compressivas após o revenido a 180°C.
- c – Para camadas cruzadas, isto é, núcleo com dureza igual ou superior a 550 HV1, as TRs são trativas após a têmpera e não sofrem inversão após revenido a 180°C.

#### 5. Agradecimentos

À Robert Bosch do Brasil Fabrica de Curitiba, nas pessoas dos Srs. H. Heber e W. Miccoli, que possibilitaram a realização e apresentação deste trabalho

Aos colegas de trabalho Sr. Souto Rocha, Ivan Silva e Sérgio Medeiros pela execução do tratamento térmico, preparação e fotografia dos corpos de prova.

#### 6. Referências

- Dieter, George Elwood, 1979, “Mechanical Metallurgy”, 2ªed, McGraw-Hill Book Company, Nova York.  
 Silva, Paulo Sérgio Carvalho, 1999, “Comportamento Mecânico de Materiais Metálicos”, UFPR.  
 Noyan, I.C.; Cohen, J.B, 1987, “Residual Stress - Measurement by Diffraction and Interpretation”, Springer-Verlag, New York.

- Timonshenko, S.P, 1975, “Resistência dos Materiais”, 3ªed, Livros Técnicos e Científicos editora S.A., Rio de Janeiro.
- Callister Jr., William D., “Materials Science and Engineering”, 4ª ed., John Willey & Sons Inc., New York, EUA.
- Cullity, B.D., 1967, “Quantitative Analysis (Multiphase) - Elements of X-Ray Diffraction”, New York – EUA.
- Unterweiser, Paul M. et alii, “Heat Treater's Guide – Standard Practices and Procedures for Steel”, Ohio – EUA.
- Prevey, Paul S., “X-Ray Diffraction - Residual Stress Techniques - Diffraction Methods”, Lambda Research, Inc. pp. 381 - 392
- Norton, John T., 1973, “X-Ray Determination of Residual Stress - Material Evolution. pp. 21 – 41.
- Ebert, L. J., 1978, “The Role of residual Estress in the Mechanical Performance of Case Carburized Steels – Metallurgical Transactions, Vol. 9. pp. 1537-1551.
- Bond, William B., 1966, “X-Ray Diffraction of the Residual Stress Level in an AMS 6260 (SAE 9310) Carburized Case”, Norelco Reporter, 13 pp.18-35.
- Munhoz Jr., Dorival, 1983, “Determinação de Tensões Residuais e Austenita Retida em Aços Cementados Usando Difração de Raio – x”, São Carlos, UFSCar.
- Metals Handbook, 1964, “Heat Treating, Cleaning and Finishing - American Society for Metals - Metal Park, 8ª edition, Ohio.
- Döle, H. & Cohen, J. B., 1980, “Residual Stresses in Ground Steels - Met. Trans. A, 11 pp. 159-164.
- Taylor, A., 1968, “X-Ray Metalography - Nova York, 2ª edição, Mac Graw- Hill Book Company.
- Rudd, C.O., September, 1992, “Residual Stresses and Their Measurement”, Exp. Mech, 25 , pp. 193 - 197.

## Measurement of Residual Stresses in Carburized AISI 8620 Steel

**Humberto T. S. Ogata**

Mestrando pela Universidade Federal do Paraná  
Robert Bosch Ltda  
Av. Juscelino K. de Oliveira, 11800  
81450-902 – Curitiba PR - CP 3014

**Ana Sofia C. M. d'Oliveira, PhD**

**Paulo S. C. P da Silva, PhD**

Departamento de Engenharia Mecânica  
Universidade Federal do Paraná  
Centro politécnico - CP 19011  
81531-990 – Curitiba - PR

### *Abstract*

Residual Stresses (RSs), resulting from processing, have a large influence on the mechanical behavior of components, particularly when subjected to failure mechanisms which depend on local conditions, such as fatigue, brittle fracture or stress-corrosion-cracking. In the case of carburized parts, the influence of RSs becomes particularly critical for thin walls, when overlapping carburized cases may result, with a detrimental influence on the fatigue resistance. This paper presents RSs results, obtained by X-Ray diffraction, measured on the surface of carburized sheets of AISI 8620 steel, 0.5 mm to 10 mm thick. The results show the influence of core hardness on the RSs at the surface, particularly when the “effective case depth” is larger than half the thickness. The influence of a stress relieving treatment at 180oC is also reported.

**Keywords - Carburization - Residual Stresses - AISI 8620 Steel.**

## Laser Surface Melting of an Al-Cu Based alloy

A.S. C. M. d'Oliveira, F. P. Weber

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná  
Centro Politécnico, Curitiba/PR, 81531990

[sofmat@demec.ufpr.br](mailto:sofmat@demec.ufpr.br), [fabweber@demec.ufpr.br](mailto:fabweber@demec.ufpr.br)

A.Almeida

Departamento de Engenharia de Materiais, Instituto Superior Técnico  
Av. Rovisco Pais, Lisboa, Portugal

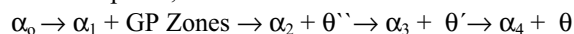
**Abstract:** Improved surfaces properties can be achieved by Laser treatments, involving changes either on the chemical composition or surface microstructure. The present work fits on the later category, as laser surface melting was used to alter surface features of an Al-Cu based alloy 2011-T4. It is aimed to characterize the influence of processing speed and overlapping of tracks on the microstructural features. Experimental procedures included the use of optical microscopy, to evaluate microstructure alterations; mechanical characteristics were assessed by, transverse and longitudinal Vickers microhardness profiles. Results showed a fine dendritic structure typical of the fast solidification rates involve, together with a surprising reduction on surface hardness as compared to the unmelted material. Further heat treatment of the laser surface melted specimens was done in order to better understand the microstructural changes identified.

**Keywords:** laser surface melting, laser processing, Al-alloys, Al-Cu alloys

### 1. Introduction

Laser surface processing presents an unique feature for surface treatment as it allows to treat small localised areas. Surface properties can be changed with or without altering the surface composition. Among the treatments that do not involve changes on the surface chemical composition, one can mention heating and melting. The former is extensively used in steels for surface hardening. In aluminium alloys, as no allotropic transformation is present, surface hardening can be obtained by localised laser surface melting. With this treatment, hardening has been attributed to a microstructural refinement due to the rapid solidification rates involved (Antona et al. 1987, Luft et al. 1987, Steen, 1991); as the flow stress depends on the cell size and this is inversely related to the solidification rate, it is expected an increase on hardness as the laser processing velocity is increased.

In this work microstructural and mechanical features of a laser treated Al-Cu based alloy are analysed. It is known (Porter and Easterling, 1997) that Al-Cu alloys have their properties alter through a sequence of precipitation, starting with fully coherent GP zones, up to the fully incoherent Al<sub>2</sub>Cu  $\theta$  precipitate. The full precipitation sequence, including the transition phase, can be written as:



where  $\alpha_0$  is the initial supersaturated solid solution,  $\alpha_1$  is the composition of the matrix in equilibrium with GP zones,  $\alpha_2$  the composition with equilibrium with  $\theta''$ , up to  $\alpha_4$  which is the composition of the matrix after the precipitation of the stable incoherent  $\theta$  precipitate. This transition phases form because they have lower activation energy barrier for nucleation than the equilibrium phase, and they affect the performance of the alloy.

### 2. Experimental Procedures

A Al-Cu alloy, 2011 on the T4 condition (natural aged) was used in the present study. Chemical composition of the as received material is presented on table 1.

**Table 1– Chemical composition of the as received material**

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ti	Ag
2011(%)	0.1	0.15	4.0-5.2	0.2-0.5	0.15-0.55	0.15-0.35	0.4-1.0

Laser surface melting was done using a 3Kw CO<sub>2</sub> laser, cw. Three processing conditions were tested, in order to evaluate the effect of the processing speed. Processing parameters are listed on table 2. Overlapped parallel tracks were melted for each processing velocity, on substrate of 60mmx40mmx15mm.

**Table 2– Laser processing parameters**

Scan velocity	Other Parameters
v=20mm/s	• Power = 1500 w
v=40mm/s	• LASER beam diameter = 1,5mm
v=60mm/s	• Gas: Ar
	• Overlapping: 33%

Standard procedures were used to prepare metallographic specimens. A solution of nitric acid, fluoridic acid and water was used to reveal the microstructure. Microstructure on the transverse and longitudinal sections of the processed material was analysed by optical microscopy. Mechanical features of the microstructure developed were evaluated, on the transverse section, by Vickers (0.5) microhardness profiles, transverse and longitudinal to the processed surface.

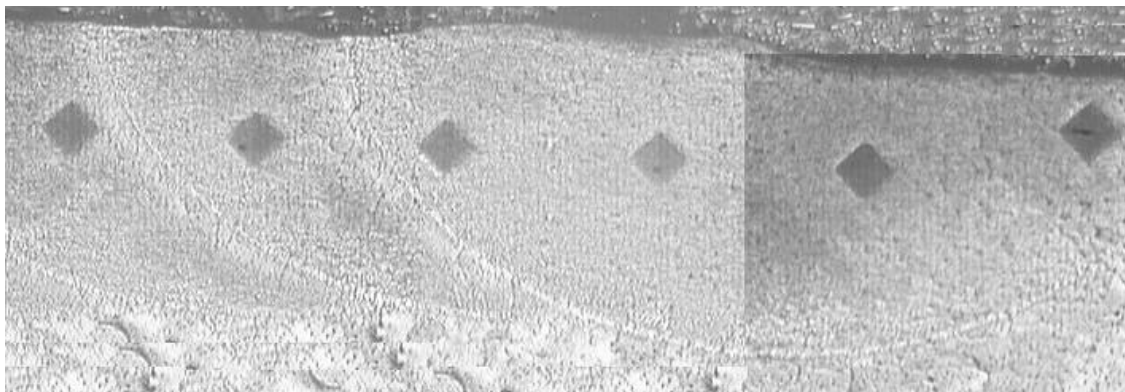
**3. Results and Discussion**

**3.1. General features**

Surface remelting was assessed on the bases of metallographic observations evaluating the maximum depth and width of the remelted layer, for each of the scan velocities used. Results corresponding to the width and depth of the treated regions are presented on table 3. As expected the larger processed areas were obtained with the slowest processing speed used. This behaviour can be understood, if one bears in mind that the slowest the processing speed, the longest the interaction time between the laser beam and the specimen (Steen 1991).

**Table 3- Features of the laser melted region**

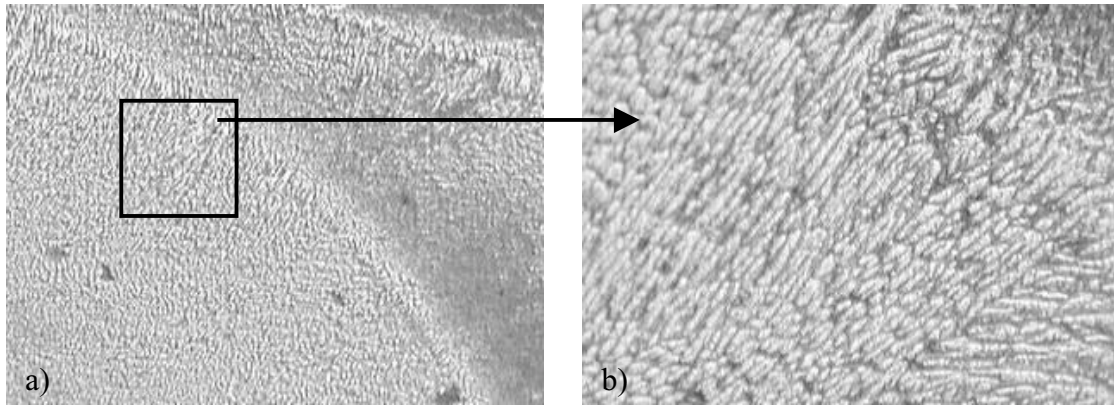
Scan velocity	Depth (µm)	Large (µm)
20mm/s	1000	3000
40mm/s	500	1575
60mm/s	400	1250



**Figure 1-General view of the transverse section of the melted region specimens of 40mm/s-50x**

A typical transverse cross-section microstructure is shown on fig. 1. Treated region can be easily identified by the observed microstructural changes. The observed microstructure consist of columnar grains that had grown epitaxially from the unmelted substrate. The structure is cellular dendritic in accordance with the literature, as a consequence of the thermal gradients and solidification rates expected. The lighter areas correspond to the α-Al slid solution whereas the precipitates are confined to the dendritic regions (darker regions), as shown in fig. 2. The observed microsegregation occurs during solidificatin when the solute is rejected at the interface and a boundary layer enriched in solute builds up in the liquid immediately ahead the solidification front. Due to the enrichment of the solute at the solid liquid interface the formation of precipitates occurs in the interdendritic spaces, depleting the dendritic matrix of Cu.

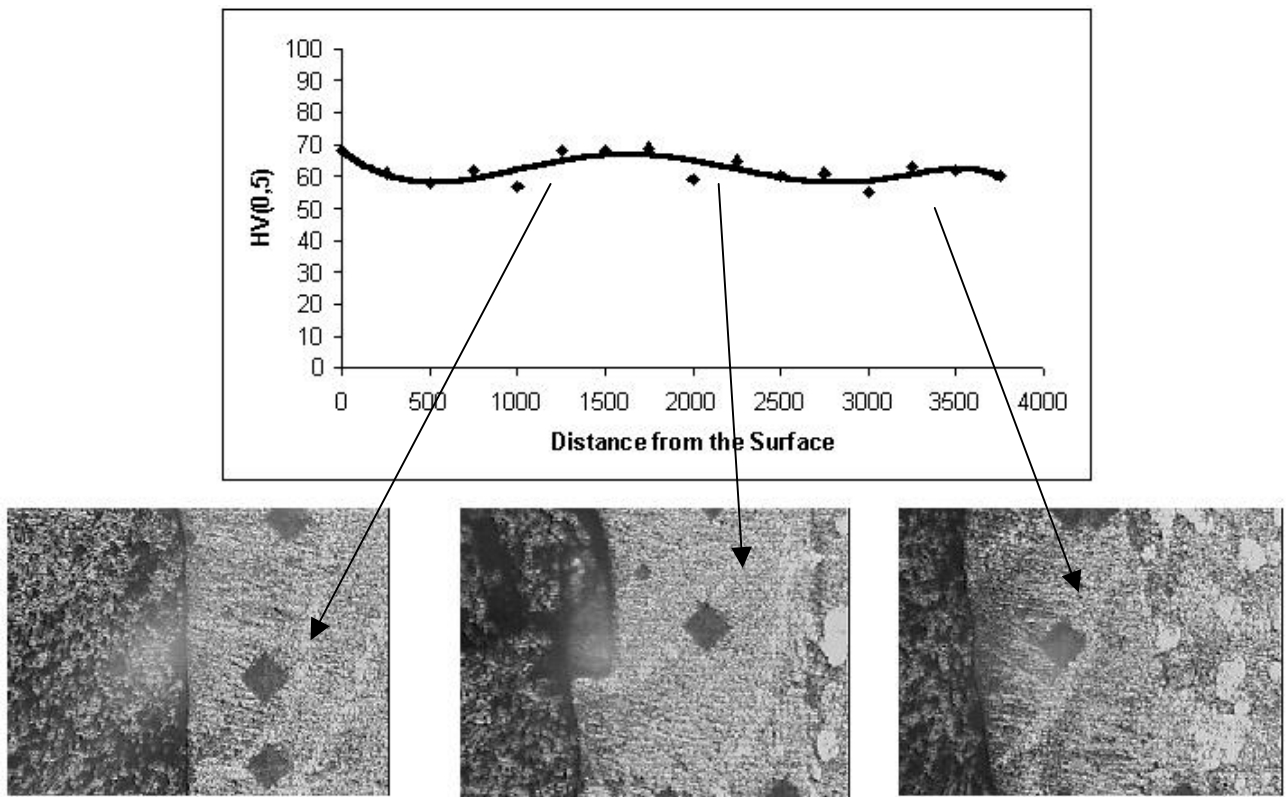
The overlapping regions can clearly be identified by the lighter ‘ lines’ on the micrographs, corresponding to a coarser microstructure, fig. 2. Liu et al. (1996) have found that PFZs (precipitation free zones) are present on the surface between the tracks, contributing to the different respond to the etching solution used.



**Figure 2 – Coarse microstructure on the overlapped regions a) 100x, b) same region 400x**

**3.2. Microhardness**

Longitudinal microhardness profile, Hv(0.5), 100µm from the surface, and its correlation with the microstructure were done on the transverse section of the melted specimen. All scan velocities tested followed the same behaviour. Results corresponding to the processing velocity of 40mm/s are presented on fig. 3. A decrease on hardness as a consequence of the overlapping procedure can be identified. The mentioned coarsening of the microstructure on the overlapping areas, reducing the amount of interdendritic regions, together with the observation of Liu et al. (1996), that this are PFZs regions, can be responsible for measured behaviour.



**Figure 2 - Vickers microhardness profile across the transverse section of the material submitted to laser surface melting for the specimens of 40mm/s, showing the low hardness region.**



An overall view of the effect of the remelting treatment of the Al-Cu based alloy used, can be obtain by the transverse section microhardness profiles, fig. 4. A detail analysis of these data suggested the existence of three regions: near the surface a, surprising, low hardness region, followed by an area of higher hardness. For distances from the surface over 3000µm scattered hardness values were measured, probably due to the natural age condition, on which the material was received. This behaviour is maintained for the three processing speeds.

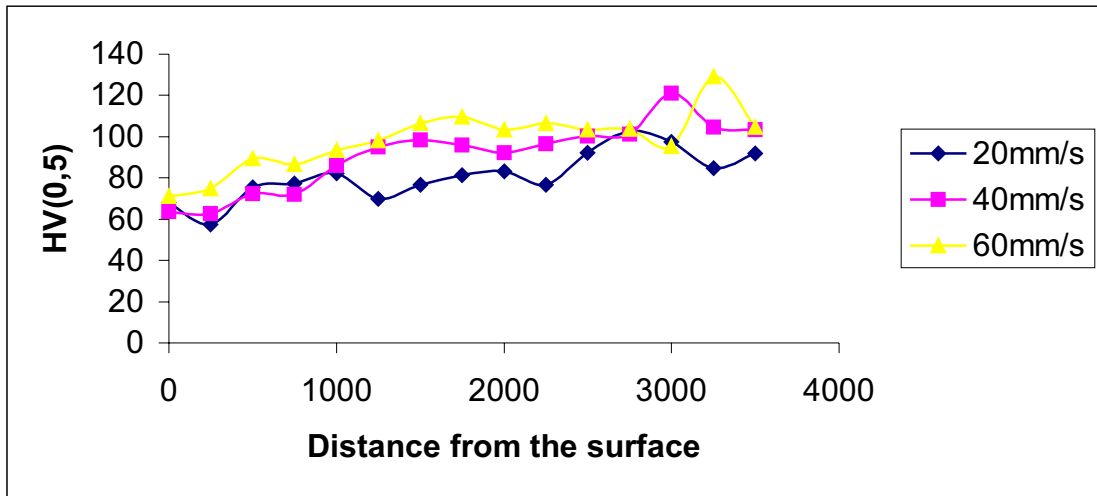


Figure 4 - Vickers microhardness profile across the transverse section of the material submitted to laser surface melting for the different processing speed.

The observed behaviour can be attributed to an eventual solubilization treatment induced by the rapid solidification rates involved on the laser. In this case one should expect an increase on hardness if the melted specimen were submitted to an ageing treatment. Figure 5 shows longitudinal hardness profiles measured on the transverse section of melted specimen, after being submitted to an ageing treatment at 200°C, for different periods of time. As all specimen exhibited the same behaviour, only results for one of the scan velocities used, 40mm/s, are presented. Although still lower than the hardness measured for the as received material, an increase on hardness values was obtained even for the shortest precipitation time used. Contributing to the thesis that solubilization had occurred during laser surface melting. The differences between the hardness values measured on the as received material and after ageing treatment can be due to the type of precipitate present in the material (Porter and Easterling 1997).

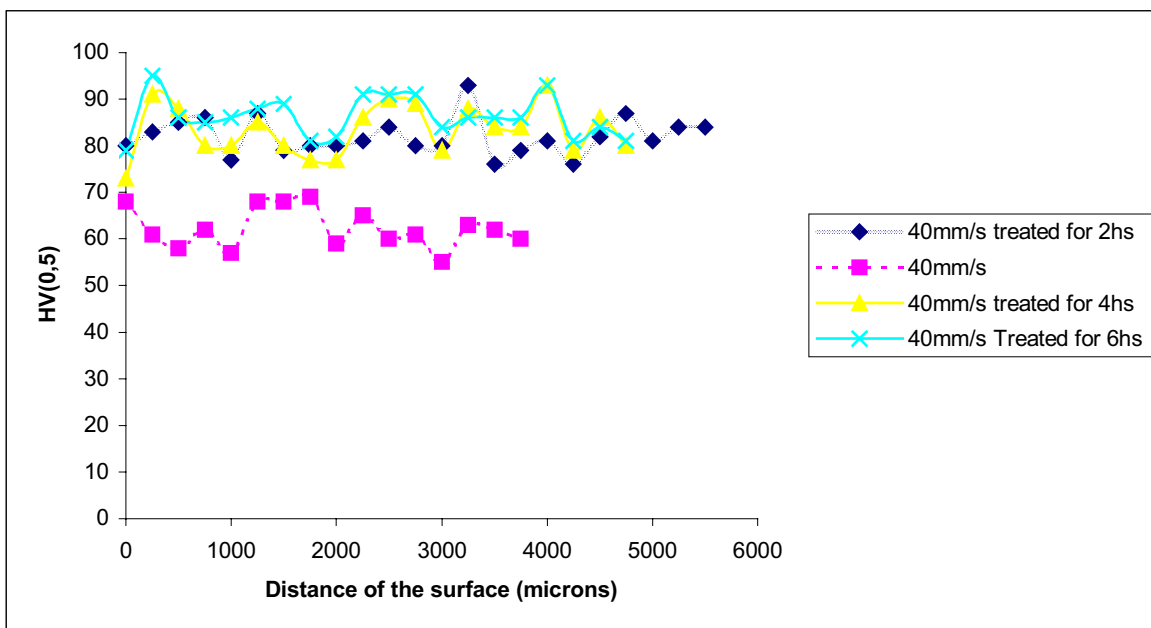


Figure 5 - Vickers microhardness profile across the transverse section of the material submitted to laser surface melting after the precipitation treatment.

The observed decrease in hardness after laser surface melting can also be explained by the work of Noorhuis and Hosson (1993), who studied the effect of laser scan velocity, conducting tests over a wide range of velocities (from 1,25mm/s up to 250mm/s). While comparing surface hardness and laser scan velocity they have found a parabolic shape graph, with a minimum hardness value for scan velocities of 5 mm/s. They suggested the existence of two scan velocity regimes, low velocity and high velocity. Within the former no significant precipitation is observed, as a consequence of the decreasing vacancy concentration with decreasing laser scan velocity. On the high scan velocity regime an increase in hardness is expected, as a consequence of the cell size decrease and of the observed precipitates. According to the reported results, the scan velocities used in this work lie on the same type of regime, as such no significant differences in the behaviour of the material should be expected.

#### 4. Conclusions

Large area laser processing by overlapping tracks results in segregation (PFZs) and coarsening of the microstructure at the overlap regions.

For the conditions tested, Laser surface melting leads to a solubilization of the Al-Cu based alloy tested, this results in a decrease in surface hardness.

#### 5. Acknowledgements

The authors would like to thank the Laser Processing Laboratory of Instituto Superior Técnico, Lisboa/PORTUGAL for processing the samples used in this work, in particular prof. Rui Vilar.

#### 6. References

1. Antona, P.L., Appiano, S., Moschini, R. (1987) "Laser Surface Remelting and Alloying of Aluminum Alloys" Proceedings of the European conference on Laser Treatment of materials, p.133-145.
2. Luft, U., Bergmann, H.W., Mordike, B.L. (1987) "Laser Surface Melting of Aluminum Alloys", Proceedings of the European conference on Laser Treatment of materials, p.147-162.
3. Laser Material Processing, W. M. Steen, Springer-Verlag, 1991, 266p .
4. Phase transformation in Metals and alloys, D.A. Porter and K. E. Easterling, Chapman & Hall, 1997, 514p.
5. Noorhuis, J., De Hosson, J.T.H.M. (1993) "Microstructure and Mechanical Properties of a Laser Treated Al Alloy" *Acta metallurgica et materialia*, vol41, n7, p1989-1998.
6. Liu, Z., Watkins, K.G., McMahon, M.A. and Steen, W. M. (1996) "Characteristic and Corrosion behaviour of the overlapped area in Laser surface melted and alloyed aluminium alloys", Proceedings of the Laser Materials processing Conference, ICALEO'96, vol81, p. A151-A160

# CARACTERIZAÇÃO DE RESÍDUOS INDUSTRIAIS COMO MATÉRIA PRIMA PARA ELABORAÇÃO DE TIJOLOS

**Koslowski, Luciano André**<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Mestrando, UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA-UDESC/CCT/Curso de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais, Depto Engenharia Mecânica, 89.223-100, Joinville-SC  
E-mail: [pos6lak@dcc.fej.udesc.br](mailto:pos6lak@dcc.fej.udesc.br)

**Pyzatto, Russiely**<sup>2</sup>

<sup>2</sup> Bolsista de Iniciação Científica e graduanda em Eng. Civil, UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA-UDESC/CCT/Depto Engenharia Civil, 89.223-100, Joinville-SC  
E-mail: [dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

**Gemelli, Enori**<sup>3</sup>

<sup>3</sup> Dr, UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA-UDESC/CCT/Depto Engenharia Mecânica, Campus Universitário, B. Bom retiro, C.P. 631, 89.223-100, Joinville-SC  
E-mail: [dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

**Resumo.** Este trabalho consiste no estudo de uma aplicação economicamente viável para a utilização de resíduos sólidos industriais. A matéria prima utilizada para estudo foi argila vermelha, resíduo têxtil e borra de fosfato oriunda do processo de fosfatização industrial. 10% do resíduo têxtil ou de borra de fosfato foi incorporado em argila vermelha utilizada para fabricação de tijolos. As misturas (aproximadamente 220 gramas) foram moídas a úmido em um moinho de bolas durante 6 horas a uma velocidade de rotação de 50 rpm seguida de agitação lenta por 2 horas. Em seguida foi feita a moldagem dos corpos de prova pelo processo de extrusão ou compactação. Através do processo de extrusão o colóide passou por filtro prensa (cerca de 30% de umidade) antes da extrusão. Pelo processo de compactação, o colóide foi desumedecido em um evaporador rotativo, passado em uma peneira de 150 mesh e compactado a 150 MPa. Os corpos de prova obtidos pelos dois processos foram sinterizados entre 950 e 1050°C durante 2, 4 e 6 horas. Os corpos de prova foram caracterizados quanto à cor, retração linear, resistência mecânica, porosidade e microestrutura. Os resultados mostraram que os resíduos melhoraram as propriedades da argila independente do tempo e da temperatura de sinterização. Estes resultados serão discutidos com relação às propriedades mecânicas e características microestruturais dos materiais.

**Palavras-Chave:** Resíduo, Argila Vermelha, Materiais de Construção.

## 1. Introdução

Nos últimos anos o setor industrial tem dedicado um esforço intenso na melhoria dos processos de fabricação, buscando melhorar a qualidade do produto acabado e aumentar a competitividade no mercado industrial. O descarte de resíduos industriais e urbanos no ar, na água e no solo tem sido de grande preocupação na atualidade, pois estes vem sendo depositados em aterros por muitas indústrias de forma inadequada (Silva, 1998).

Grandes volumes destes resíduos podem ser utilizados em materiais cerâmicos para a construção civil. As massas utilizadas nas indústrias de tijolos são de natureza altamente heterogênea, geralmente constituídas por matérias primas argilosas, com um vasto espectro de composições (Haddad, 1991). Para que uma argila ou mistura seja utilizada na indústria de cerâmica vermelha é necessário que suas características físicas e mecânicas sejam adequadas às especificações exigidas pelo uso (Da Silva e Rocha, 1998).

Argilas são substâncias minerais provenientes da decomposição de rochas feldspáticas, formadas a base de silicatos de alumínio hidratados, que possuem a propriedade de formarem com a água uma pasta plástica susceptível de conservar a forma moldada, secar e endurecer sob ação do calor (Silva, 1998). É uma rocha finamente dividida, constituída essencialmente por argilominerais (calcita, dolomita, gibsita, quartzo, aluminita, pirita e outros), matéria orgânica e outras impurezas, caracterizando-se por: (a) ser constituída essencialmente por argilominerais, geralmente cristalinos; (b) possuir elevado teor de partículas de diâmetro equivalente abaixo de 2µm (cristobalita pode ocorrer em bentonitas como partículas de diâmetro abaixo de 1µm); (c) possuir capacidade de troca de cátions entre 3 e 150 meq/100g de argila (ácidos orgânicos apresentam capacidade de troca de cátions dentro dessa faixa); (d) quando pulverizada e umedecida, torna-se plástica. Após a secagem é rígida e após a sinterização (em uma temperatura superior a 1000°C) adquire dureza elevada (Santos, 1989).

Os rejeitos estudados neste trabalho são: borra de fosfato, resíduo composto basicamente de matéria orgânica e compostos hidratados de Si, Fe, Zn, Ni e Mn, oriundo do processo de fosfatização que consiste em recobrir superfícies metálicas com fosfatos neutros e favorece desta forma a aderência de tintas sobre sua camada, com aspecto visual amarelado e em forma de pó; e lodo têxtil proveniente da estação de tratamento de efluentes composto basicamente de cálcio, enxofre e ferro, além de apresentar cor verde, forte odor e fina granulometria.

O objetivo deste trabalho foi de encontrar uma aplicação economicamente viável para os resíduos citados. A argila utilizada foi fornecida pela olaria SãoCristovão de Joinville, o resíduo de fosfato pelo Grupo Multibrás e o lodo têxtil pela Companhia Fabril Lepper de Joinville.

## 2. Materiais e Métodos

Os parâmetros do processo afetam significativamente as propriedades tecnológicas, onde é de fundamental importância nas etapas de processamento o controle das variáveis durante o processo de moagem a úmido, secagem, compactação e das condições de sinterização. Para o estudo foi utilizado a argila vermelha visando atender as peculiaridades de materiais utilizados pela olaria para a fabricação de tijolos. A esta massa foi adicionado 10% de resíduo conforme classificação (Tab. 1) segundo ABNT, NBR-10004-RESÍDUOS SÓLIDOS (ABNT, 1987).

Tabela 1. Classes de resíduos, classificados segundo a norma da ABNT, utilizados nos ensaios.

RESÍDUO	CLASSIFICAÇÃO DO RESÍDUO
<i>Borra de Fosfato</i>	Classe II - Não inerte
<i>Lodo Têxtil</i>	Classe II – Não inerte

Os resíduos da classe II – não inertes podem ter propriedades tais como combustibilidade, biodegradabilidade, ou solubilização em água (ABNT, 1987).

Nos processos de fabricação de tijolos, a moldagem da cerâmica vermelha para a obtenção de produtos se desenvolve basicamente através de 2 processos: extrusão e compactação.

### 2.1. Compactação

O objetivo do processo de fabricação por pressão (ou compactação) é promover uma agregação de partículas num contato mais íntimo e, portanto, aumentar a densidade de forma a se obter uma melhor ligação e, portanto, menor contração nos processos de sinterização subsequentes.

A forma das paredes dos moldes para corpos de prova influencia na densidade do material, resultando em posteriores diferenças na contração e resistência dos produtos. Portanto, utiliza-se o processo de prensagem direcional, com moldes retangulares, que, por apresentarem formas simples, resultam numa compactação uniforme ao longo de cada uma de suas seções.

A elaboração da cerâmica de argila pura e da cerâmica argila/resíduo sólido consistiu na preparação de amostras de 220 gramas em massa de argila pura e argila com resíduo. Cada amostra foi colocada em um moinho de bolas de 2 litros de volume onde foi adicionado água deionizada. As bolas limpas e secas foram pesadas antes e após a moagem das amostras para controle da contaminação e perda de matéria prima. A relação de bolas e amostras foi de 2:1 em massa. A moagem foi de 6 horas a uma velocidade de rotação de 50 rpm. Logo após a moagem, a lama passou por agitação lenta, por 2 horas. A secagem da lama foi feita em um evaporador rotativo e o tempo de secagem ficou entre 2 e 4 horas, com a temperatura de banho do óleo para aquecimento da argila em torno de 80°C. Os pós (grânulos) obtidos em uma peneira mesh 150, foram compactados a uma pressão de 150 MPa nas dimensões de 40 mm X 10 mm X 4,10 mm.

### 2.2. Extrusão

Em geral, um processo de compactação plástica, no caso a extrusão, necessita de uma pasta constituída de aglomerados (grânulos) finos com um coeficiente de elasticidade suficiente para manter a forma do produto durante a moldagem e durante o período de tempo anterior à secagem. Um coeficiente de elasticidade excessivo significa que há maior probabilidade de ocorrer a ruptura. O coeficiente de plasticidade é controlado pela quantidade de água ou de outro líquido utilizado como plastificante. É de se esperar que ocorra um comportamento anisotrópico em relação à contração na secagem e a várias propriedades.

Os corpos cerâmicos apresentam normalmente misturas de argilas e partículas não-plásticas, as quais apresentam melhor estabilidade dimensional e resistência mecânica maior do que os corpos cerâmicos constituídos somente de argila.

Um problema que pode aparecer durante a compactação plástica é a existência de bolsas de ar na pasta inicial. Elas são comprimidas, mas depois se reabrem e formam fissuras internas ou laminações, o que dá seqüência ao desenvolvimento dos diagramas das tensões de cisalhamento. Tais bolhas de ar devem ser evitadas se for necessária alta resistência mecânica ao produto acabado. Na extrusão, isso é conseguido pela redução da pressão até 30 mm de Hg, durante a operação.

Conforme a pressão de extrusão aumenta, aumenta a massa específica aparente. Isso significa que as retrações de secagem e sinterização deverão diminuir quando houver uma elevação da pressão de extrusão (Quintana, 1999).

A preparação das amostras destinadas ao processo de extrusão seguiu àquele utilizado para o processo de compactação. No entanto, após agitação lenta de 2 horas, o colóide foi desumedecido (30% de umidade), extrudado em uma extrusora manual de laboratório, e seco em estufa a 50°C por 24 horas. Os corpos de prova foram confeccionados nas dimensões de 60 mm X 20 mm X 5 mm.

Os corpos de provas compactados e extrudados foram sinterizados em um forno mufla a temperaturas de 950 e 1050°C via compactação e 1050°C via extrusão, durante 2, 4 e 6 horas para as diversas amostras. O ciclo de aquecimento e resfriamento foi posto em prática no laboratório tendo como referência a curva de sinterização da empresa fornecedora da argila, conforme mostra a Fig. (1). Sendo assim, Os corpos de prova foram aquecidos a uma velocidade de aproximadamente 12 °C/min até a temperatura de sinterização (950/1050°C), mantidos nesta temperatura entre 2 e 6 horas, e resfriados lentamente dentro do forno (forno desligado).

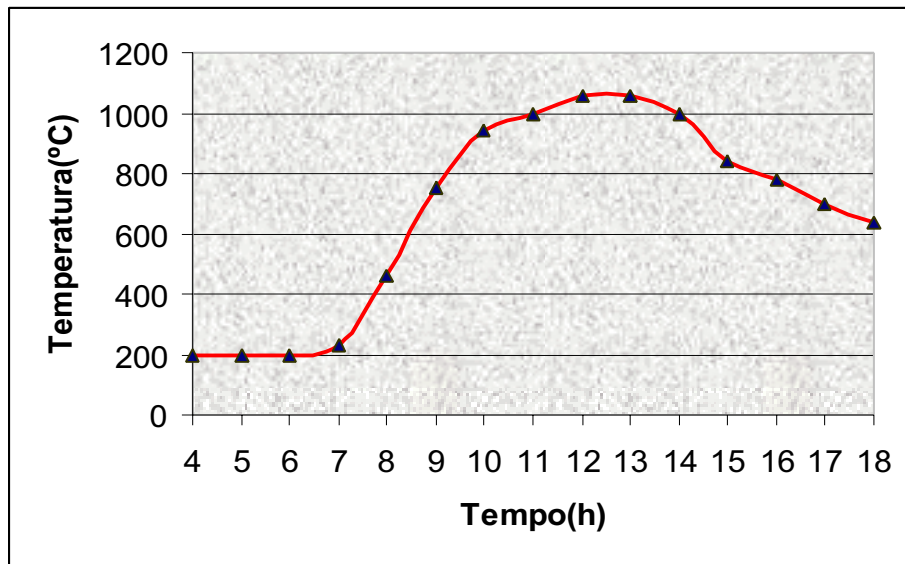


Figura 1. Ciclo de aquecimento e resfriamento usado para os corpos de prova.

### 2.3. Caracterização dos Corpos de Prova

Os corpos de prova sinterizados foram caracterizados quanto à cor, resistência mecânica, retração e características microestruturais. A resistência mecânica à flexão foi determinada sobre 6 corpos de prova de cada amostra de acordo com a norma B 528 da ASTM. O limite de ruptura em flexão foi obtido com a seguinte equação:

$$\sigma_{rup} = \frac{3PL}{2t^2w} \tag{1}$$

Onde:  $\sigma_{rup}$  = Tensão de ruptura em flexão

P = Carga de ruptura

L = Distância entre apoios.

t = Espessura do corpo de prova.

w = Largura do corpo de prova.

### 3. Resultados e Discussão

A massa cerâmica utilizada neste trabalho possui a composição química típica das argilas utilizadas pela indústria de produtos cerâmicos estruturais para construção civil. As características cerâmicas determinadas em laboratório, na argila pura ou argila contendo resíduo, serão descritas a seguir.

#### 3.1. Retração Linear

Os valores de contração linear encontram-se listados na Tab. (2) para a temperatura de sinterização de 950 e 1050°C com tempo de sinterização de 2, 4 e 6 horas via processo de compactação.

Observou-se que os valores de retração linear aumentaram com o tempo e a temperatura de sinterização. observou-se também que as amostras contendo resíduo tiveram valores de retração linear superiores ao da argila pura, decorrente principalmente da presença de matéria orgânica que se volatiliza em temperaturas superiores a 700°C. Nas Fig. (2) e (3) estão representados os valores da retração linear ocorrida durante a sinterização a 950 e 1050°C das amostras obtidas por compactação.

Tabela 2. Retração Linear a 1050°C das amostras obtidas via processo de compactação.

Tempo de Sinterização(h)	Argila Pura		Fosfato		Têxtil	
	950°C	1050°C	950°C	1050°C	950°C	1050°C
2	1,40	1,48	2,84	2,92	1,25	1,93
4	1,52	1,70	3,00	3,25	1,55	2,22
6	1,62	1,98	3,10	3,30	1,75	2,42

A Tab. (3) mostra um comparativo da retração linear das amostras com resíduo e com argila pura durante uma sinterização de 4 horas a uma temperatura de 1050°C. Pode-se observar que pelo processo de extrusão a retração linear é bem maior do que pelo processo via compactação. Este fato deve-se provavelmente à presença de umidade (H<sub>2</sub>O) nos corpos de prova extrudados e secos em estufa.

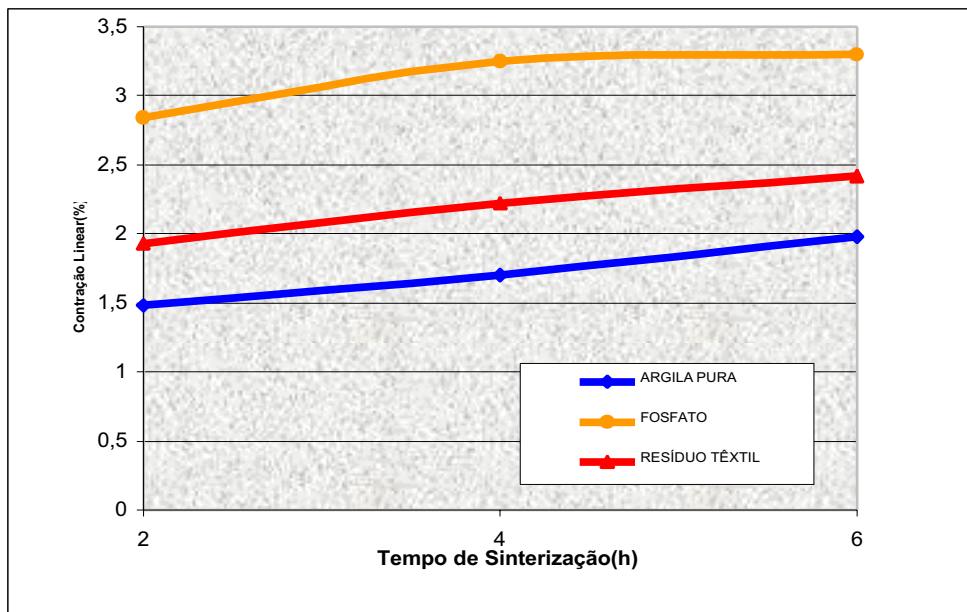


Figura 2. Retração linear das amostras a temperatura de 950°C via processo de compactação.

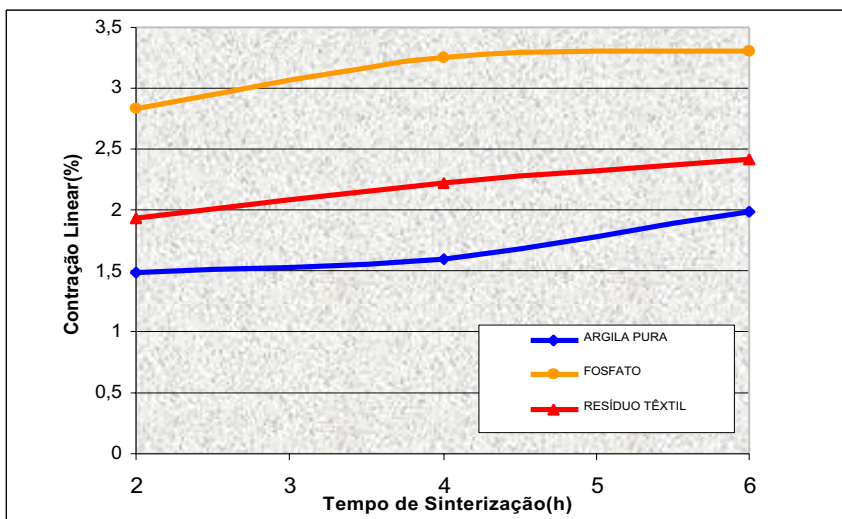


Figura 3. Retração linear das amostras a temperatura de 1050°C via processo de compactação.

Tabela 3. Retração linear dos corpos de prova via processo de compactação e extrusão a temperatura de 1050°C com tempo de sinterização de 4 horas.

Tempo de Sinterização(4h)	Fosfato Extrusão	Fosfato Compactação	Têxtil extrusão	Têxtil Compactação	Argila Pura Extrusão	Argila Pura Compactação
Retração Linear(%)	3,80	3,15	2,10	2,19	2,25	1,61
Desvio Padrão( $\sigma$ )	0,17	0,13	0,10	0,07	0,20	0,12

Os resultados da Tab 3 podem ser mais bem visualizados sobre a Fig. (4) que mostra comparativamente a retração linear para as amostras com resíduo têxtil, resíduo de fosfato e argila pura a temperatura de 1050°C durante 4 horas de sinterização.

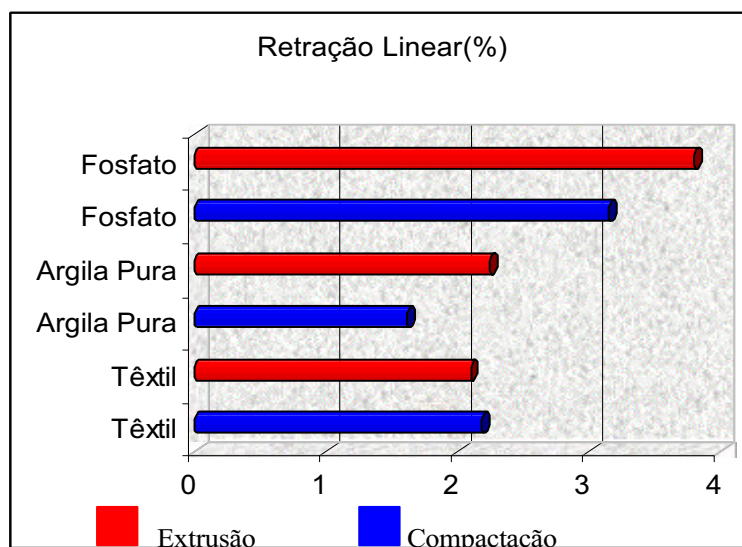


Figura 4. Comparação da retração linear para as amostras através do processo de extrusão e compactação a temperatura de sinterização de 1050°C durante 4 horas.

### 3.2. Resistência Mecânica

A resistência mecânica foi avaliada por ensaios de flexão em 3 pontos. A Tab. (4) indica os valores de resistência mecânica em função do tempo de sinterização das amostras a temperaturas de 950 e 1050°C via processo de compactação.

Tabela 4. Resistência Mecânica (MPa) da argila pura e das amostras com 10% de resíduo compactadas e sinterizadas a 950 e 1050°C.

Tempo de Sinterização(h)	Argila Pura		Fosfato		Resíduo Têxtil	
	950°C	1050°C	950°C	1050°C	950°C	1050°C
2	1,42	2,32	1,34	3,62	2,44	3,28
4	1,50	2,42	1,66	3,70	2,50	3,39
6	1,72	2,50	1,72	3,88	2,52	3,61

Observa-se que houve um aumento da resistência mecânica para todas as formulações com relação a um aumento da temperatura (Fig. 5 e 6), conseqüente de uma melhor sinterização das amostras contendo resíduo.

O resíduo têxtil obteve melhores valores de resistência mecânica que o resíduo de fosfato e a própria argila pura. Pelos valores da tensão de ruptura à flexão após a sinterização, são superiores aos especificados para os produtos de cerâmica vermelha, que fica em torno de 0.7 a 7.0 MPa (Santos, 1989). A Tab. (6) indica os valores de resistência mecânica para os corpos de prova obtidos via processo de extrusão e via compactação para temperaturas de 1050°C durante o tempo de 4 horas de sinterização.

Tabela 5. Resistência mecânica dos corpos de prova via processo de compactação e extrusão a temperatura de 1050°C com tempo de sinterização de 4 horas.

Tempo de Sinterização(4h)	Fosfato Extrusão	Fosfato Compactação	Têxtil extrusão	Têxtil Compactação	Argila Pura Extrusão	Argila Pura Compactação
Resistência Mecânica (MPa)	6,83	3,39	6,56	3,70	5,02	2,42
Desvio Padrão( $\sigma$ )	0,20	0,29	0,15	0,22	0,20	0,25

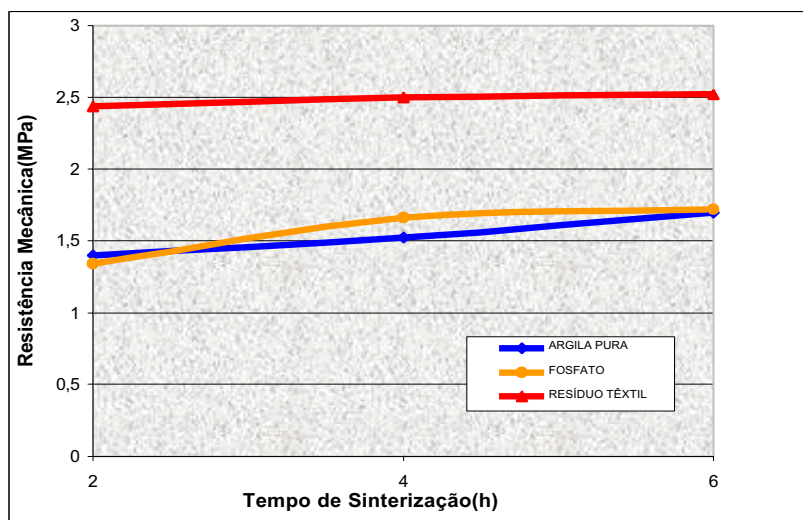


Figura 5. Resistência mecânica via ensaio de flexão a 950°C das amostras via processo de compactação.



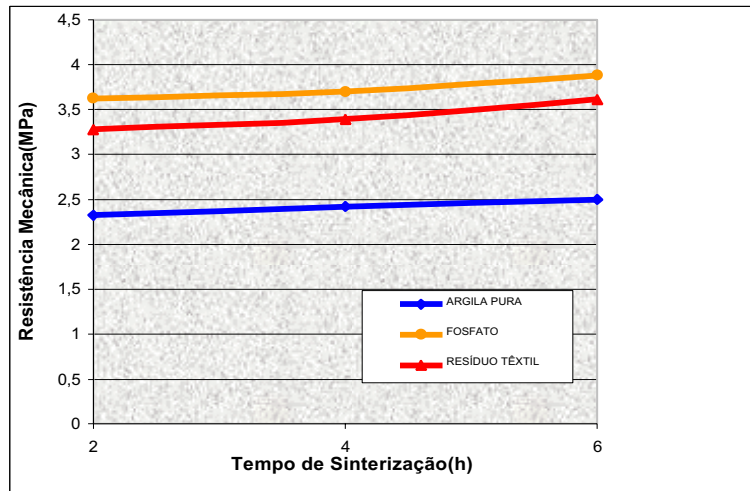


Figura 6. Resistência mecânica das amostras a temperatura de 1050°C via processo de compactação.

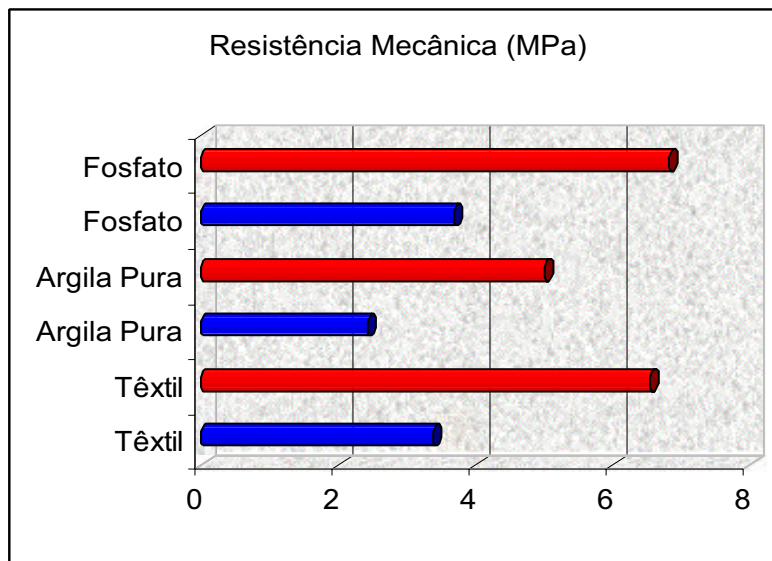


Figura 7. Comparativo da resistência mecânica das amostras a temperatura de 1050°C via processo de compactação e extrusão a uma temperatura de 1050°C e 4 horas de sinterização

Comparativamente pelas Fig. (5) e (6) observa-se que o aumento da temperatura determina um aumento da resistência mecânica do material, melhorando suas propriedades mecânicas. A Tab. (5), assim como a Fig. (7), mostram que a resistência mecânica para as amostras que foram submetidas ao processo de extrusão, tiveram valores de resistência mecânica em torno de duas vezes superiores ao processo via compactação. Estes resultados podem estar relacionados com as características microestruturais do material.

### 3.3. Caracterização química (EDX) e estética

Um estudo complementar por EDX (Análise por dispersão de energia) foi realizado para analisar as amostras quanto a sua composição química, os elementos químicos encontrados estão listados na Tab. (6).

Em relação a cor, as amostras obtidas via processo de extrusão e compactação apresentaram coloração marrom clara, idênticas aos da argila pura.

### 3.4. ANÁLISE AO MEV

O pó obtido e os corpos de prova compactados e sinterizados foram caracterizados quanto a sua microestrutura, utilizando a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), onde verificou-se no pó de argila a presença de aglomerados, formados por partículas finas.

Tabela 6. Elementos químicos encontrados nos ensaios de EDX para as amostras de argila contendo 10% de resíduo.

AMOSTRA DE ARGILA COM 10% DE	ELEMENTOS QUÍMICOS ENCONTRADOS NO EDX
RESÍDUO TÊXTIL	Mg, Si, Al, Au, Ti, Ca, K, Fe
RESÍDUO DE FOSFATO	P, Na, Al, Si, K, Fe

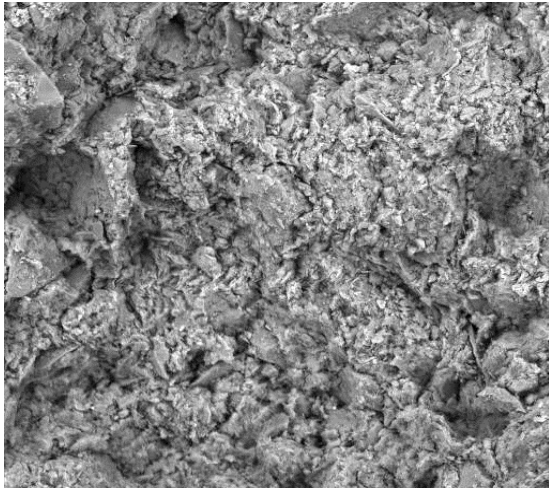


Figura 8. Argila pura compactada e sinterizada 2h a 950°C (500X)

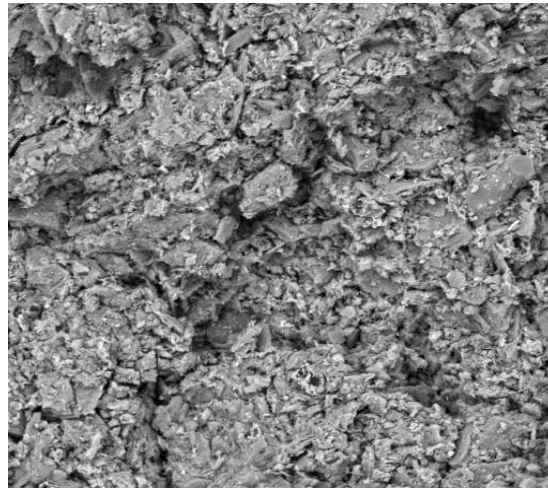


Figura 9. Argila com resíduo de fosfato compactada e sinterização 6h a 1050°C (700X).

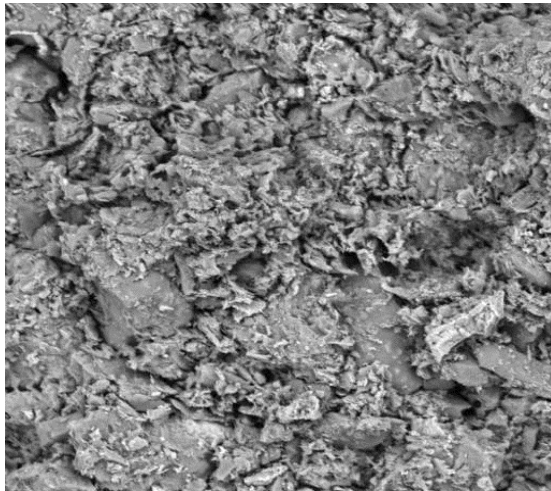


Figura 10. Argila com resíduo têxtil compactada e sinterização 6h a 1050°C (800X).

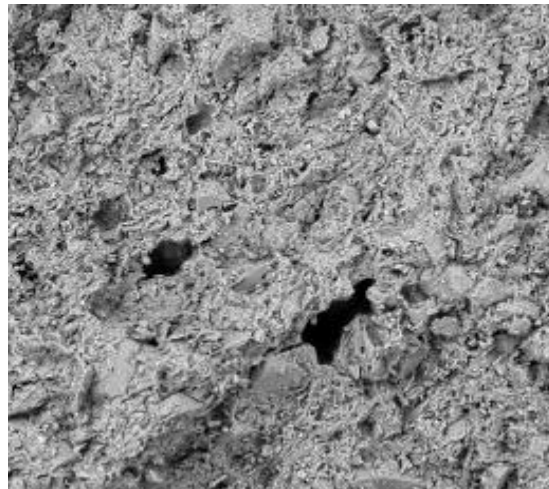


Figura 11. Argila com resíduo têxtil extrudada e sinterização 4h a 1050°C (500X).

A Fig. (8) mostra a argila sinterizada a 950°C, onde verifica-se a presença de pontos brancos, possivelmente o material não foi bem sinterizado a esta temperatura. As amostras com resíduos de fosfato e têxtil sinterizadas a 1050°C (Figs. 9, 10 e 11), foram bem sinterizadas, o que justifica-se pelos ensaios de resistência de flexão realizados. Nota-se também, de um modo geral, que as amostras obtidas com resíduo via extrusão, apresentam porosidades micrométricas e distribuídas de maneira homogênea em sua estrutura. Porém, em alguns corpos de prova foram encontrados algumas porosidades relativamente grandes (Fig. 11). Com exceção destes últimos, a porosidade pode contribuir para o aumento na resistência mecânica dos corpos de prova obtidos conforme mostra a Tab (5) e a Fig. (7).

#### 4. Conclusão

Este trabalho mostra que é possível fabricar tijolos de cerâmica vermelha com resíduo têxtil e resíduo do processo de fosfatização.

Os corpos de prova contendo resíduo, em especial resíduo têxtil, apresentaram melhores propriedades mecânicas quando comparado com os corpos de prova de argila pura. A resistência mecânica aumenta com o tempo e, principalmente, com a temperatura de sinterização independente do corpo de prova elaborado. No entanto, a retração linear também é maior para os corpos de prova contendo resíduo. Isso deve-se principalmente ao fechamento, pelo menos parcial, da porosidade presente nos corpos de prova com resíduo. A porosidade, maior nos corpos de prova elaborados pelo processo de extrusão, é decorrente, além da volatilização da matéria orgânica, da evaporação da água e eventualmente da oxidação de hidróxidos.

Os ensaios mecânicos de flexão mostraram que os melhores resultados foram obtidos sobre os corpos de prova elaborados pelo processo via extrusão, o que pode ser justificado por uma melhor sinterização dos corpos de prova e pela porosidade micrométrica que provocaria uma dissipação da energia de propagação das fissuras pelo mecanismo de bifurcação das fissuras. A resistência mecânica pelo processo de extrusão é de aproximadamente o dobro daquela obtida pelo processo de compactação. Os valores de resistência mecânica de todos os corpos de prova estão dentro da faixa estabelecida por norma.

A cor do material sinterizado com resíduo apresentou similaridade com as amostras de argila pura; todos os corpos de prova apresentaram uma cor marrom clara, típica dos produtos comerciais de cerâmica vermelha.

Em conclusão pode-se dizer que os resíduos fornecem maior plasticidade à massa cerâmica, maior resistência mecânica, diminuem o custo da matéria prima, a temperatura de sinterização e, portanto, a energia gasta no processo.

#### 5. Referência bibliográfica

- ABNT. "Resíduos Sólidos"; Classificação: NBR 10004. Rio de Janeiro, 1987
- Castilhos, Armando Borges. "Uso de lodo têxtil na Construção civil". Revista Saneamento Ambiental, nº 58, 1999.
- Da Silva, Neli Iloni, ROCHA, Pedro Vianna. "Incorporação de lodo orgânico fibroso em argila para a produção de componentes de cerâmica vermelha". Fundação de Ciência e Tecnologia-Cientec, Porto Alegre, 1998.
- Fancinani, E.; BORRONI, M.: "Impiego di fanghi provenienti da impianti ceramici di smaltatura per il miglioramento qualitativo di prodotti di laterizio". Proc. 7tu CERP Conference, 1987.
- Haddad, J. F.: "Administração dos resíduos pela indústria geradora". Rio de Janeiro, UFRJ, 1991.
- Palmonari, C.; TENAGLIA, A.: "Manufacture of heavy-clay products with the addition of residual sludges from other ceramic industries". Miner. Petrogr. Acta, 29/A, 1985, pp. 547-562.
- Quintana, L.M.H. "Utilização da Casca de Cinza de Arroz na Produção de Cerâmica Vermelha". URCAMP, Bagé-RS, 1999.
- Santos, P.S., 1989 "Ciência e Tecnologia das Argilas". 2ed. São Paulo, EdgardBlucher, pp. 92-103.
- Silva, S.C. "Caracterização do resíduo da serragem de Bloco de Granito". Dissertação de Mestrado em Engenharia Ambiental, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Es, 1998.

# CHARACTERIZATION OF INDUSTRIAL WASTES USED AS RAW MATERIALS IN BRICKS

**Koslowski, Luciano André<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Mestrando, UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA-UDESC/CCT/Curso de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais, Depto Engenharia Mecânica, 89.223-100,Joinville-SC  
E-mail: [pos6lak@dcc.fej.udesc.br](mailto:pos6lak@dcc.fej.udesc.br)

**Pyzatto, Russiely<sup>2</sup>**

<sup>2</sup> Bolsista de Iniciação Científica e graduanda em Eng. Civil, UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA-UDESC/CCT/Depto Engenharia Civil, 89.223-100,Joinville-SC  
E-mail: [dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

**Gemelli, Enori<sup>3</sup>**

<sup>3</sup> Dr, UNIVERSIDADE DO ESTADO DE SANTA CATARINA-UDESC/CCT/Depto Engenharia Mecânica, Campus Universitário, B. Bom retiro,C.P. 631, 89.223-100,Joinville-SC  
E-mail: [dem2eng@joinville.udesc.br](mailto:dem2eng@joinville.udesc.br)

***Abstract.** The goal of this work is to find an industrial application for some industrial solid wastes. The raw material used was red clay, textile sludge, and phosphate sludge generated during the industrial phosphatization process. 10 wt% of textile or phosphate residue was incorporated in a red clay used to fabricate bricks. The mixtures (about 220 g) were milled in a ball mill at 50 rpm during 6 hours. Afterward the sludge was dried, and the powder obtained (mesh 150) was compacted (150 MPa), or the sludge went through a press filter (about 30% of humidity) and extruded. The samples obtained by the two processes were sintered between 950 e 1050°C during 2, 4 and 6 hours. The samples were characterized by microstructural analysis and mechanical tests, and by color, contraction, and porosity observation. The results showed that the residues improve the properties of the clay, independently of the time and sintering temperature. These results are discussed in the light of mechanical and microstructural characteristics of the materials.*

**Key-Words:** Waste, Red Clay, Building Materials.

## ESTABILIDADE E CORROSÃO DO ALUMÍNIO DEPOSITADO POR ASPERSÃO TÉRMICA

Regina M.H.P. Rodriguez (1), André Capra (2), Ana Sofia C.M.d'Oliveira (3), Ramón S.Cortés P (4).

(1) Doutoranda programa interdisciplinar de Engenharia PIPE - UFPR, (2) Aluno Curso de Engenharia Mecânica, bolsista ANP, (3-4) Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba PR, Brasil 81531-990 2, Fone (0xx41) 361-3429; FAX (0xx41) 361-3129. <ramon@demec.ufpr.br ; regina@demec.ufpr.br ; sofmat@demec.ufpr.br; capra@demec.ufpr.br>

**Resumo** A estabilidade química do alumínio se produz pela reação com o oxigênio contido no ar, formando um filme de óxido de alumínio, denominado "Hidrarguilite". O crescimento do filme de óxido depende da temperatura e da umidade. A "Hidrarguilite", após algumas semanas de exposição ao ar e à temperatura ambiente, forma a "Bayerite" - filme de óxido de alumínio hidratado de maior espessura. Este é o tipo de óxido encontrado na superfície do alumínio 1100 de uso industrial. Pelo efeito do aquecimento do alumínio em presença de ar com temperaturas maiores do que 100 °C, se produz o aumento da espessura do filme de óxido a partir da "Bayerite". Após algum tempo, forma-se a "Bohmite", que é 100 vezes mais espessa e pode atingir resistência química de 10 a 40 vezes superior à da "Bayerite". A condição da estabilidade termodinâmica do filme óxido em soluções aquosas é expressa pelos diagramas de M. Pourbaix. Nesses diagramas podemos prever a resistência à corrosão através do efeito termodinâmico, do pH, no qual as reações termodinâmicas do sistema metal-eletrólito estariam representadas. O presente trabalho mostra resultados do comportamento dos filmes de óxido de alumínio em revestimentos depositados por diferentes processos de aspersão térmica. Evidenciou-se que através da técnica de aspersão térmica ocorre a formação de diferentes tipos de óxidos de alumínio e que apresentam comportamentos diferenciados quando submetidos a ensaios simulados eletroquímicos e de "salts spray".

**Palavras – chaves:** alumínio, óxido de alumínio, corrosão do alumínio, aspersão térmica, névoa salina.

## 1. Introdução

A estabilidade química do alumínio, basicamente, se produz pela sua reação com o oxigênio contido no ar, formando um filme de óxidos de alumínio, denominado "Hidrarguilite" ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$ ), sistema cristalino monoclinico. O crescimento do filme de óxido depende da temperatura e da umidade. A hidrarguilite, após algumas semanas de exposição ao ar e a temperatura ambiente, forma a Bayerite ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) filme de óxido de alumínio hidratado de maior espessura que a hidrarguilite, sistema cristalino monoclinico. Este é o tipo de óxido (filme óxido anódico) encontrado na superfície do alumínio 1100 de uso industrial (Pourbaix, 1966; Reiprich, 1959).

Pelo aquecimento do alumínio em presença do ar, a temperaturas superiores a 100°C, se produz o aumento da espessura do filme de óxido. O aumento tem início a partir da Bayerite ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) que após algum tempo forma a "Bohmite" ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{H}_2$ ), sistema cristalino romboédrico. O filme de bohmite é 100 vezes mais espesso e pode atingir resistência química de 10 a 40 vezes superior à bayerite. Além disto, a bohmite pode apresentar-se de duas formas: a Bohmita  $\gamma_L$  e a Bohmita  $\gamma_S$ , sendo que esta última é dificilmente solúvel, portanto mais favorável a proteção contra a corrosão (Reiprich, 1959). A transformação de  $\gamma_L \rightarrow \gamma_S$  será mais rápida quanto maior for a temperatura.

Os diagramas de Pourbaix (1966), apresentam as condições de formação de um filme de hidrarguilite, que passiva na faixa de pH de 4 a 9, e a formação da bohmite que ocorre numa faixa mais estreita de pH entre 4,3 e 6,2. Esse limite de pH varia com a temperatura, tipo de óxido presente e com a presença de substâncias no meio que poderão formar sais solúveis ou insolúveis com o alumínio. A corrosão está relacionada a uma mudança no filme de óxido, grau de hidratação e porosidade (Pourbaix, 1966). O desenvolvimento do óxido hidratado de alumínio como resultado da reação do alumínio na presença de água, confere ao mesmo certas características protetoras, como é mostrado na fig. (1).

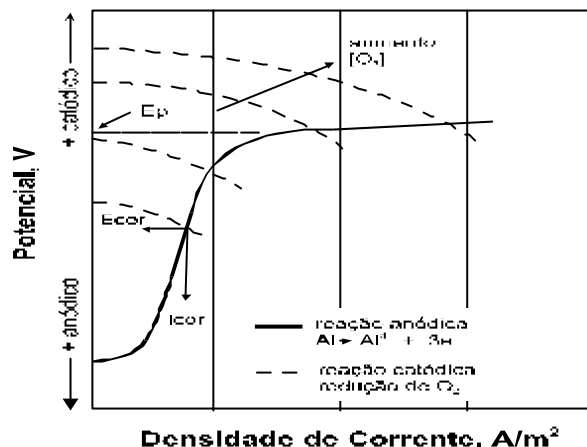


Figura 1. Diagrama de polarização anódica do comportamento do alumínio 1100 em solução aquosa (NaCl) neutra desaeurada (Reiprich, 1959).

A Figura (1) apresenta um diagrama esquemático referente ao comportamento potenciodinâmico anódico típico de uma liga relativamente pura de alumínio 1100 em uma solução neutra de NaCl isenta de reagente catódico, como o oxigênio (Hollingsworth, 1990). A interseção desta curva anódica (linha cheia) com a curva pontilhada da reação catódica (neste caso a reação de redução do oxigênio dissolvido, com concentrações variáveis), define o potencial de corrosão ( $E_{cor}$ ) e a densidade de corrente de corrosão da liga ( $i_{cor}$ ). A baixas concentrações de oxigênio observa-se valores de  $i_{cor}$  de no máximo  $10 \mu A/cm^2$ , exibindo a liga alumínio 1100, portanto, um filme com características passivas. Este comportamento é resultante da barreira de óxido hidratado de alumínio formada na presença da solução aquosa nestas condições, com uma espessura na faixa de 20 a 200 nm (Sedriks, 1979).

Uma outra forma de encontrar o alumínio é, quando processado através de aspersão térmica, depositado como revestimento resistente contra a corrosão. Sendo que a aspersão térmica permite depositar sobre uma superfície previamente preparada, camadas de diferentes materiais onde, os materiais de deposição são fundidos ou aquecidos em uma fonte de calor gerada, no bico de uma pistola apropriada, por meio de combustão de gases, de arco elétrico ou por plasma. Após a fusão, o material finamente atomizado é acelerado por gases de pressão contra a superfície a ser revestida, atingindo-a no estado fundido ou semi-fundido. Ao se chocarem contra a superfície, as partículas achatam-se e aderem ao material base e, na seqüência sobre as partículas já existentes, originando assim uma camada típica e diferente de qualquer outra forma metalúrgica. Essas camadas são constituídas de pequenas partículas achatadas em direção paralela ao substrato, com estrutura típica lamelar contendo inclusão de óxidos, vazios e porosidade (Thorpe, 1993; Cortés, 1998). Conforme esta definição qualquer material que não se decomponha quando fundido pode ser utilizado como revestimento, tais como a maioria dos metais e suas ligas, materiais cerâmicos, carbonatos, hidretos, polímeros, ligas duplex (metálicas ou não) podem ser depositados por aspersão térmica.

Na literatura especializada não tem sido possível encontrar estudos que visem conhecer a estabilidade química dos filmes de óxidos de alumínio formados pela deposição de revestimentos de alumínio por aspersão térmica. Por conseguinte, o presente trabalho mostra o estudo que tem como intuito identificar que tipo de óxido de alumínio é formado, através de três processos de aspersão térmica que tem como fonte de calor temperaturas entre  $3000 \text{ }^\circ\text{C}$  a  $6000 \text{ }^\circ\text{C}$ , faixa de temperatura que nenhum outro processo de produção de alumínio utiliza. Por tanto neste trabalho, são apresentados resultados do comportamento dos filmes de óxido de alumínio de revestimentos de alumínio depositados por aspersão térmica a chama oxiacetilênica (Flame Spray - FS), arco elétrico (Arc Spray Process - ASP) e chama de elevada velocidade (High Velocity Oxi-Fuel - HVOF), utilizando técnicas de simulação de meios corrosivos eletroquímicos e de névoa salina.

## 2. Metodologia e procedimentos

### 2.1. Preparação dos corpos de prova por aspersão térmica

Foram utilizados os processos a chama FS, arco elétrico ASP e chama HVOF, para revestir o aço ASTM 283 C, sendo preparados três corpos de prova por cada processo, com as seguintes dimensões:  $160 \times 50 \times 9,6 \text{ mm}$  para os ensaios eletroquímicos e de  $100 \times 80 \times 9,6 \text{ mm}$  para os ensaios de névoa salina. Sendo a identificação dos corpos de prova a seguinte: cps revestidos pelo processo a chama FS: cps FAL; revestidos pelo processo a arco elétrico: cps AAL e pelo processo a chama HVOF: cps HAL.

Para a obtenção da limpeza e rugosidade superficial do aço ASTM 283C, foi utilizado jateamento abrasivo com óxido de Al branco (granulometria 30 / Alundum 38 A), pressão 100 psi, distância 100 mm. O grau de limpeza Sa3, foi obtido por comparação com os padrões de qualidade superficial publicados pela norma NACE RMN - 01 70.

Para a utilização da temperatura preaquecimento foi considerada a norma AWS C2.18/93, que recomenda realizar um preaquecimento do substrato da ordem de  $120 \text{ }^\circ\text{C}$ .

As condições de aspersão térmica foram otimizados para a deposição do alumínio na condição de arame de Al  $\varnothing$ s 2,5 e 3,2 mm e pó granulometria +45-90  $\mu\text{m}$ .

A espessura dos corpos de prova revestidos com alumínio foi de aproximadamente  $300 \mu\text{m}$  para os três processos e para todos os revestimentos foi medida sua aderência através da metodologia sugerida pela norma ASTM C633/79.

### 2.2. Medição do teor de óxidos da camada de alumínio

A quantificação do teor de óxidos na camada foi feita por absorção atômica. O procedimento para a medição dos teores de óxidos das camadas depositadas pelos processos a chama FS, arco ASP e chama HVOF, foi o seguinte: deposição de alumínio em condições otimizadas sobre superfície de aço inoxidável e posteriormente destacamento da camada de alumínio depositada por dobramento do aço inoxidável, seguido da pesagem da camada de alumínio e de ataque com ácido clorídrico. Na seqüência, realizada a filtração para retenção dos óxidos insolúveis, dissolução do resíduo através de fusão (carbonato/tetraborato) e quantificação dos óxidos solubilizados por absorção atômica.

### 2.2 Avaliação da resistência a corrosão dos revestimentos de Al

Para a verificação da estabilidade química dos revestimentos de alumínio foram utilizados testes de corrosão eletroquímico de polarização potenciodinâmica anódica de carácter instantâneo e os testes de resistência a corrosão de longa duração, ensaios de corrosão em câmara de névoa salina durante 1000 horas e ensaio eletroquímico de resistência à polarização de 480 horas.

### 2.2.1 Ensaios eletroquímicos:

**Procedimento do ensaio de polarização anódica:** Foram realizados ensaios potenciodinâmicos anódicos em células de acrílico de três eletrodos, utilizando-se um potenciostato TAI Galvapot H201 comandado por microcomputador. Foram conduzidos a uma taxa de varredura de 0,6 V/h em solução de 3,5% NaCl mantida a uma temperatura de 30 °C. O procedimento de polarização era iniciado após 30 minutos de imersão do corpo de prova (cp). Durante este período foi monitorada a evolução do potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) em relação a um eletrodo de referência de calomelano saturado (ECS). Para aqueles cps que se mantiveram com suas características passivas, inicialmente preservadas ao longo do processo de polarização anódica imposto pelo potenciostato, determinou-se a densidade de corrente de passivação ( $i_{pas}$ ).

**Procedimento do ensaio de resistência à polarização:** Os ensaios de resistência à polarização, também conhecidos como polarização linear, foram realizados em células cilíndricas de acrílico contendo três eletrodos: Um eletrodo de calomelano saturado (eletrodo de referência), um contra-eletrodo (eletrodo de platina) e uma amostra aluminizada (eletrodo de trabalho), sendo a solução de NaCl 3,5% (eletrólito) mantida a uma temperatura de 30° C ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ). Foi utilizado um bi-potenciostato TAI Galvpot 201H comandado por um microcomputador tipo PC AT 386 DX 40, sendo possível a realização de dois ensaios ao mesmo tempo e independentes.

Após a imersão do cp, foi monitorada a evolução do potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) por 30 minutos. Decorrido este período, deu-se início ao primeiro procedimento de polarização linear, que consistiu na aplicação de uma rampa de potencial de - 10mV / +10mV em torno do potencial de corrosão a uma taxa de 0,1mV/s, cada processo de polarização teve duração de  $\pm 200$ s. Entre uma polarização e outra, aplicadas a cada 16 horas, permaneceu-se monitorando a evolução do potencial da amostra em relação ao eletrodo de referência de calomelano saturado (ECS), prosseguindo desta forma até serem completados vinte dias de imersão. O procedimento descrito foi de acordo às recomendações da norma ASTM G59/78.

**Fator de correção:** Para efeitos do registro dos resultados eletroquímicos ( $i_{pas}$  e  $R_p$ ), na célula a zona de contato da camada de alumínio com o meio salino de ensaio é de 1 cm de diâmetro, sendo que a superfície de alumínio possuem rugosidade superficial diferente, por conseguinte, para conhecer a superfície real que ficou exposta à solução de teste foi utilizada a técnica de análise de imagem. Foram utilizadas três amostras em cada processo de aspersão térmica, nas quais foi medido o comprimento geométrico equivalente a um centímetro ( $L_1$ ) e o comprimento de projeção real da superfície ( $L_2$ ), de acordo com a Eq. 1, calculou-se, então, a porcentagem do aumento médio  $F_c$ .

$$F_c = L_2/L_1 * 100 \quad (\%) \quad (1)$$

### 2.2.2 Ensaio de corrosão por névoa salina

Neste ensaio de corrosão os cps são expostos em uma câmara a uma névoa salina, simulando uma atmosfera marinha, segue as condições estabelecidas na norma ASTM B 117/90. Foi preparada a solução de cloreto de sódio - NaCl em água destilada à concentração de 50 g/l, pH entre 6,7 e 7,2 e temperatura de  $35 \pm 2^\circ\text{C}$ . Esta solução é aquecida no próprio reservatório da câmara e pulverizada, através de sucção por meio de ar comprimido através de um bico dando origem à névoa salina.

**2.2.3. Procedimento da análise qualitativa por difração de raios-X dos produtos de corrosão:** Após ensaio de névoa salina, foi realizada análise qualitativa por difração de Raios-X com o intuito de conhecer que produtos de corrosão que foram formados na superfície dos cps aluminizados. O procedimento de retirada dos produtos de corrosão segue as recomendações da norma ASTM G1/88.

## 3. Resultados e Discussão

### 3.1. Aderência do revestimento de alumínio ao substrato de aço

A Tabela (1) apresenta os resultados da medição da aderência por tração dos cps FAL, AAL e HAL, sendo que todos os cps atingiram os valores mínimos de aceitação da norma AWS C2.18/93 (média de 13.8 MPa sem nenhum valor inferior a 10.3 MPa). Esta é uma condição mínima para revestimentos de alumínio a serem utilizados como revestimento contra a corrosão em meios agressivos marinhos.

Tabela1. Aderência dos revestimentos de alumínio depositados por aspersão térmica.

Corpos de prova	Espessura	Aderência	Ruptura Predominante
	[ $\mu\text{m}$ ]	[MPa]	
	Média	média	
FAL	306	20,2	Camada/substrato
AAL	302	20,6	Camada/substrato
HAL	308	23,4	adesivo

### 3.2. Teor do Óxido de Alumínio.

Na Tabela (1) são apresentados os teores médios das medições realizadas de acordo à metodologia apresentada no item 2.2 e em duplicata.

Tabela 1. Teor de óxidos encontrado nas camadas de alumínio.

Corpos de prova	Camada de espessura de ~ 300 mm
FAL	1,3 %
AAL	6,8 %
HAL	7,7 %

De acordo com Hoehne (1985), as principais fontes de oxidação nos processos de aspersão térmica são: o gás de transporte (1), geralmente ar comprimido, o ar do meio ambiente (2) que envolve a zona de transferência das partículas e por último temos as partículas e/ou camadas já ancoradas ao substrato (3), as quais ficam expostas ao ar do meio ambiente após deslocamento da pistola. Através da fig.(2) podemos observar esquematicamente as fontes de oxidação.

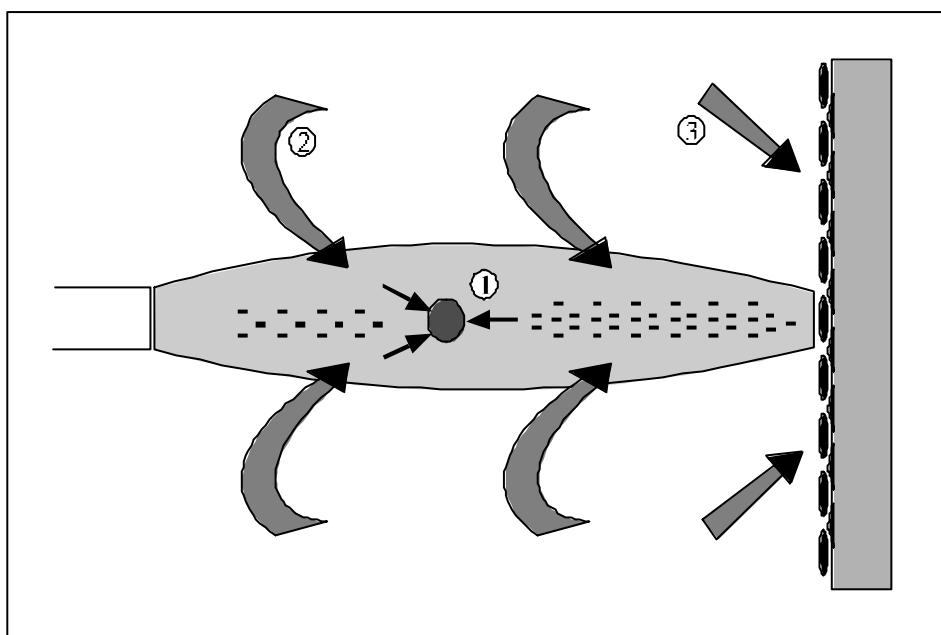


Figura 2. Fontes de oxidação na aspersão térmica (Hoehne, 1985).

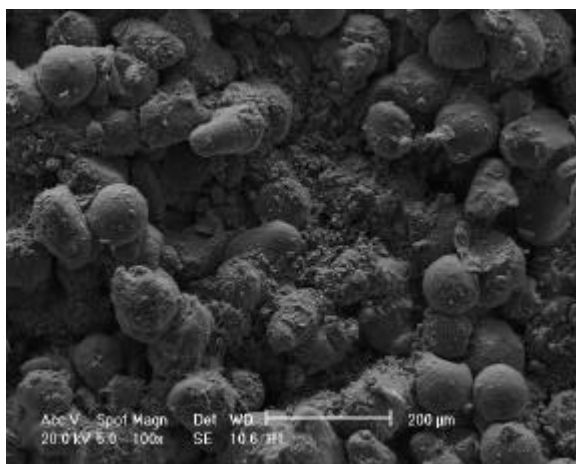
Os resultados apresentados na tab. (1) para os processos a cps FAL e AAL ficam dentro dos dados fornecidos pela literatura especializada (Britton, 1988; Marantz & Kowals, 1991). Porém o teor de óxido correspondente ao processo HVOF ficou acima dos valores publicados para diferentes revestimentos.

O baixo teor de óxidos de alumínio medidos nos cps FAL pode ser explicado observando os gases da região de transferência como sendo  $N_2$ - $CO_2$ - $CO$ -  $H_2O$  (Thorpe,1993) e portanto não há oxigênio livre para a oxidação das partículas fundidas, restando só a oxidação da camada quando fica exposta ao ar do meio ambiente (mecanismo de oxidação 3 – fig. 2). Nos cps AAL o elevado teor de óxidos (6,8%) explica-se pela oxidação que se produz no bico da pistola e na zona de transferência até o substrato, somado ainda à oxidação ao ar do meio ambiente. Neste processo atuam os mecanismos 1, 2 e 3 (fig. 2), sendo o mecanismo 1 o mais importante pois permite a formação dos óxidos a elevada temperatura ( $>4000$  °C), o que permite também que a camada fique com filmes óxidos entre as panquecas.

O maior teor de óxido medido nos cps HAL pode ser explicado pelos seguintes aspectos: no processo HVOF o pó do alumínio é transferido por nitrogênio desde o reservatório de pó até a pistola, sendo que na passagem pela pistola o pó aquece e atravessa a fonte de calor onde o pó aumenta significativamente sua temperatura. Portanto, como o pó já contém o filme de óxido de alumínio, nesta passagem (pistola-bico-chama), o filme óxido aumenta sua espessura.

Por outro lado, o substrato de aço revestido através do processo HVOF adquire maior temperatura ( $\approx 400$ °C), principalmente pela maior energia de impacto das partículas de alumínio (Britton, 1988) no substrato, que os substratos de aço revestidos pelos processos a chama FS e arco elétrico ASP onde a temperatura só atinge aproximadamente 200 °C pelo fato de ter menor energia de impacto (Thorpe, 1993). Também pode-se acrescentar que além que de atingir maior temperatura, também tem maior área exposta (pó esférico), o que permite que o mecanismo 3 (fig. 2) da oxidação atue por maior tempo, pela dificuldade que apresenta a superfície muito irregular (vide fig. 4) para que a passivação do alumínio ocorra instantaneamente.





100x

Figura 4. Superfície da camada de Al depositada pelo processo HVOF, micrografias MEV de camada de espessura de ~380µm, depositada sobre substrato sem preaquecimento.

Quanto ao tipo de óxido de alumínio formado durante a aspersão, admite-se conforme Shaw & Moran (1988) que no caso do processo a chama FS seria um hidrato do tipo  $Al_2O_3 \cdot 3 H_2O$  Bayerita (Este mesmo óxido supõe-se formar nas camadas depositadas pelo processo a chama a alta velocidade (HVOF). No caso do processo ASP o tipo de óxido formado a temperaturas mais elevadas tem características da Bohmita (Reiprich & Von Zwehl, 1959).

### 3.3 Resistência a corrosão das camadas de Al.

#### 3.3.1 Comportamento à corrosão em câmara de névoa salina.

Na Figura (5) podemos observar o aspecto superficial dos cps até 1000 horas de ensaio, sendo que nos cps FAL ao redor de 400 horas foram suficientes para o aparecimento de corrosão branca em 10% da superfície. Nos cps HAL os produtos de corrosão branca demoraram em torno de 800 horas para aparecer e nos cps AAL até as 1000 horas não houve o aparecimento dos produtos de corrosão branca, havendo apenas um leve escurecimento da superfície revestida e perda de espessura em todo o corpo de prova.

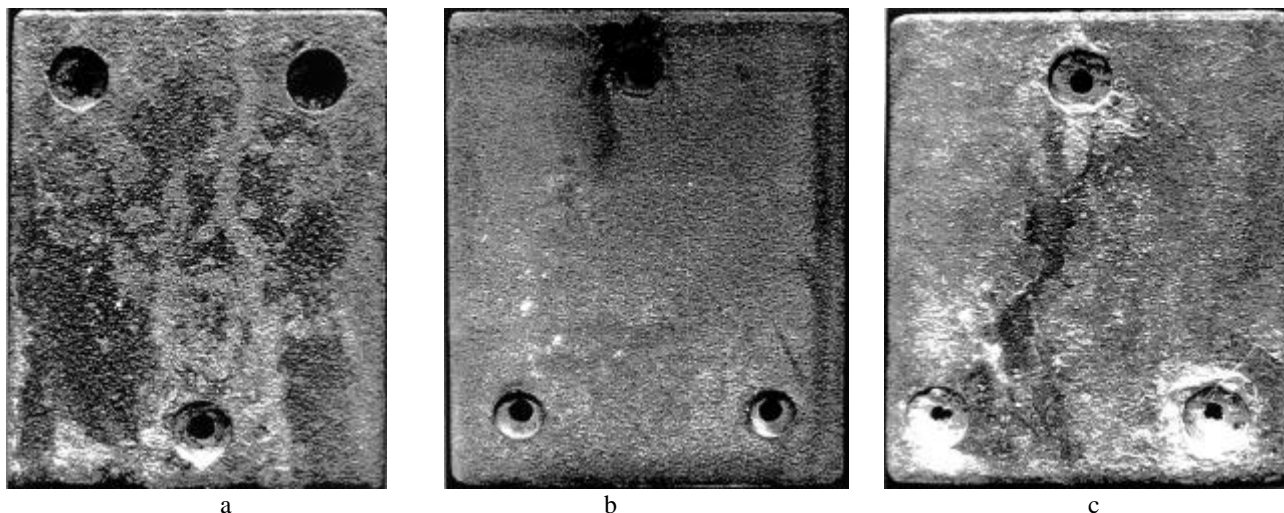


Figura 5. Superfícies dos cp após ensaio de névoa salina (a) FAL (b) AAL (c) HAL.

Com relação aos produtos de corrosão formados na superfície dos corpos de prova, nos quais foi realizada análise qualitativa por difração de Raios-x, após ensaio de névoa salina, os resultados são apresentados na tab. (2).

Tabela 2. Produtos de corrosão nos cps submetidos ao ensaio de névoa salina.

Processo de AT	Substâncias detectadas
FAL	Alumínio e Hidróxido de Al
AAL	Alumínio e Óxido de Al
HAL	Alumínio e Hidróxido de Al.

Na avaliação da resistência à corrosão de revestimentos de alumínio através de ensaio por névoa salina durante 1000 horas de ensaio, submetidas em solução de NaCl, os produtos detectados de hidróxido de alumínio nos cps FAL e HAL foram fortemente aderidos, atuando como barreira adicional de proteção, protegendo a camada de alumínio e o substrato de aço. No caso dos cps AAL, só foi constatada um aumento do file de óxido de alumínio, sobre o filme já preexistente formado durante a aspensão térmica.

**3.3.2 Ensaios eletroquímicos de corrosão.**

A área superficial de contato dos cps revestidos com alumínio pelos processos FS, ASP e HVOF a ser considerada nos ensaios eletroquímicos foi corrigida de acordo com os seguintes valores: 1,3 (FS); 1,27 (ASP) e 2,53 (HVOF).

**Ensaio de Polarização Potenciodinâmica Anódica.**

Foram registrados o potencial de corrosão ( $E_{cor}$ ), o potencial de pite ( $E_p$ ) a corrente de corrosão ( $i_{pas}$ ). Na fig.(6) estão as curvas do comportamento anódico dos cps revestidos com alumínios submetidos aos ensaios de polarização potenciodinâmica.

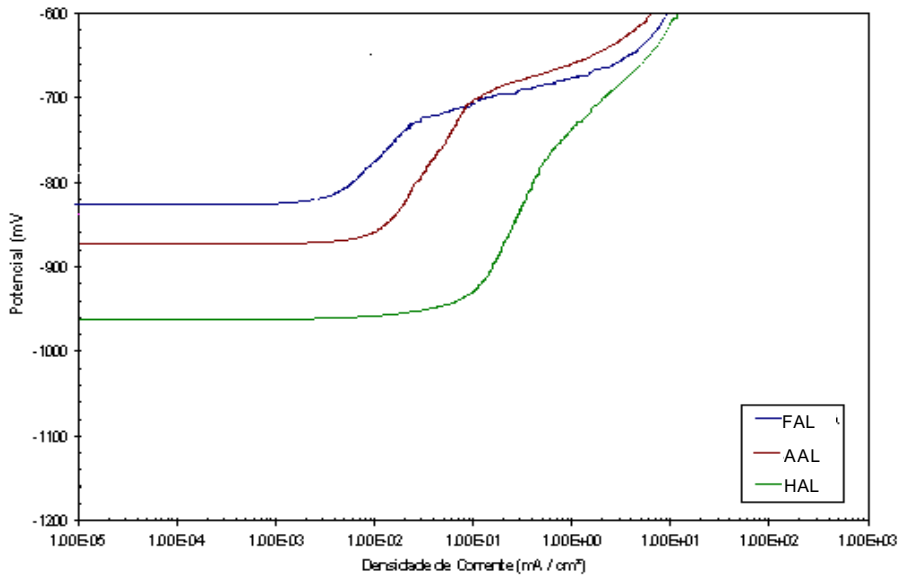


Figura 6. Curva de polarização potenciodinâmica anódica dos cps FAL, HAL e AAL.

As curvas de polarização indicam um comportamento característicos do estado passivo para o alumínio, sendo que os cps FAL, AAL e HAL mostram valores de  $E_{cor}$  entre -965 e -790 mV(ECS).

Pelos valores de  $E_{cor}$  os revestimentos de alumínio estão num estado eletroquímico mais ativo: os valores médios mostram que os cps HAL (-943 mV) apresentam maior tendência a corroer, em seguida vem os cps AAL (-880 mV) e os FAL (-818 mV) com menor atividade.

Os valores médios de  $E_p$  são muito próximos, -723 mV(ECS) para os cps FAL; -703 Mv(ECS) para os AAL e -755 mV(ECS) para os HAL, permitem poucas conclusões da susceptibilidade à corrosão por pites do filme com características passivas, que se formou sobre a camada de alumínio após 30 minutos de interação com a solução.

Com relação aos valores de densidade de corrente, os cps FAL apresentam os mais baixos valores de  $i_{pas}$ , iguais a 0,01mA/cm<sup>2</sup>, o que significa que os mesmos tiveram a sua passivação preexistente temporariamente preservada ao longo do processo de polarização e a menor taxa de corrosão enquanto passivos. Os cps AAL e HAL mostram faixas de corrente um pouco superiores 0,05 e 0,04 mA/cm<sup>2</sup> respectivamente, às obtidas nos cps FS e, com base nesse critério, menor poder protetor.

**Ensaio de Resistência à Polarização.**

Na Tabela (3) estão apresentados os valores  $R_p$  extraídos após 480 horas de teste.

Tabela 3. Resumo dos valores característicos das curvas  $R_p$ .

Corpos de prova	$R_p$ [ $k\Omega \cdot cm^2$ ]
FAL	~ 46
AAL	~ 33
HAL	~ 47

A síntese dos resultados da tab. (3) e a análise do comportamento da fig. (7), podemos comentar que o desempenho na resistência à polarização nos cps FAL e HAL possuem comportamentos similares e de maior resistência que os cps AAL.

Os resultados de resistência à polarização  $R_p$  permitem deduzir que os revestimentos de Al dos cps FAL e HAL oferecem maior resistência a serem polarizados, isto é, menor taxa de corrosão da camada no meio salino de teste, portanto, fornecem melhor proteção ao substrato de aço.

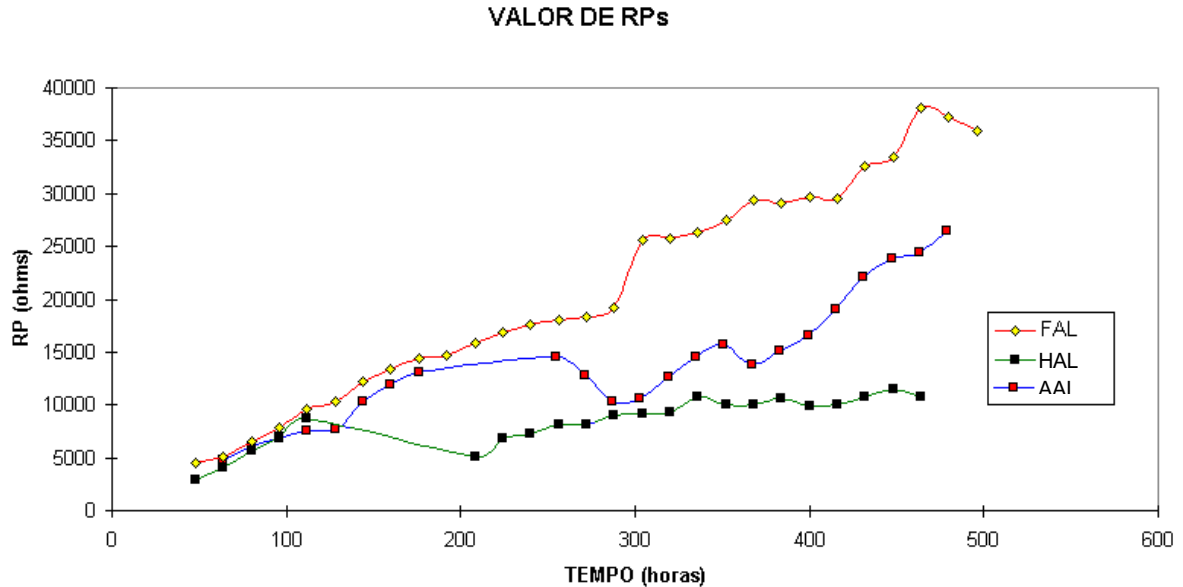


Figura 7. Comportamento da resistência à polarização para os cps FAL, AAL e HAL.

#### 4. Discussão e comentários finais do comportamento à corrosão.

##### Processo a chama oxiacetilênica – corpos de prova FAL

O excelente desempenho apresentado no ensaio eletroquímico de polarização potenciodinâmica anódica de caracter instantâneo pelos cps FAL poderia ser atribuído ao comportamento do tipo de óxido de alumínio hidratado (Bayerita) formado durante a aspersão térmica na superfície da camada de alumínio. O filme óxido - mostrou na presença da solução aquosa do teste eletroquímico - NaCl (solução neutra), uma rápida passivação a baixas correntes, isto é, espessamento da camada preexistente ou a transformação a um outro tipo de óxido hidratado.

Portanto, a corrosão branca superficial (hidróxido de Al -  $Al(OH)_3$  e/ou óxido de alumínio hidratado) pode ser benéfica dependendo do grau de porosidade e coesão das panquecas da camada, logo, o fato que os cps após o ensaio de névoa salina apresentem corrosão branca na superfície não seria um indicativo definitivo para avaliar o desempenho dos cps aluminizados. De acordo com Panossian (1982), no caso dos revestimentos de alumínio, os produtos de corrosão formados (óxidos e hidróxidos) não são tão solúveis havendo uma tendência a sua deposição nos poros e rugosidade o que reduz a área exposta ao eletrólito e consequentemente sua taxa de corrosão, conferindo então uma proteção por barreira mais efetiva. Vreijling e outros (1996) publicaram que os revestimentos de Al depositados por AT a chama e por arco elétrico tem demonstrado ser estáveis em água do mar, onde os defeitos (micro/macro poros, trincas e riscos) poderiam ser protegidos catódicamente e eventualmente bloqueados com produtos de corrosão e depósitos insolúveis salinos.

##### Processo a arco elétrico – corpos de prova AAL

O desempenho dos cps AAL preparados pelo processo a arco elétrico ASP, nos ensaios eletroquímicos de polarização potenciodinâmica anódica são levemente inferiores aos cps FAL. Isto poderia ser atribuído ao tipo de óxido formado (Bohmita) durante a aspersão térmica, este filme de óxido requer de maior corrente de passivação para iniciar e completar sua passivação, isto foi constatado por Reiprich (1959), que verificou que a Bohmita é dificilmente solúvel e de maior espessura, não hidrata, o que foi constatado no âmbito deste trabalho e observado nos resultados da caracterização dos produtos de corrosão mostrados na tab. (2).

Com relação à resistência a polarização  $R_p$ , os cps AAL apresentaram um comportamento inferior aos cps FAL, obtendo valores de  $R_p$  próximos a  $30 \text{ k}\Omega \cdot \text{cm}^2$ . Este comportamento eletroquímico bastante diferente também se

manifestou no potencial Ecor de -750 mV. A diferença de potencial de corrosão deve estar relacionado com as características do tipo de óxido superficial formado.

O desempenho dos cps AAL no ensaio de névoa salina também seria decorrente do tipo de óxido formado em sua superfície. Segundo os diagramas de Pourbaix (1966) a Bohmita tem uma faixa relativamente estreita de passivação (entre 4.3 a 6.2 pH), sendo que a solução do teste NaCl tem pH entre 6,7 e 7,2. Portanto, a solução do teste do ensaio de névoa salina é bastante corrosiva para o revestimento de Al depositado por ASP, onde a camada óxida superficial resiste a formação de produtos de corrosão branca, porém não resiste a que seja corroída em forma localizada.

### Processo a chama de elevada velocidade – corpos de prova HAL

Com referência aos cps HAL preparados pelo processo a chama HVOF, seu desempenho eletroquímico foi menor (polarização potenciodinâmica anódica), quando comparado aos valores obtidos pelos cps do processo FAL, poderia estar relacionado principalmente ao tipo e textura da superfície de alumínio (muito rugosa fig. 4) exposta à solução de teste. Portanto, quando avaliada suas características de passivação nos testes eletroquímicos a corrente de passivação é levemente maior devido a que a superfície apresenta caminhos difíceis para sua passivação instantânea.

O excelente desempenho apresentado no ensaio de Rp, similar aos cps FAL, poderia estar relacionado ao fato que a camada depositada por este processo tem a menor porosidade e maior aderência e coesão, além de ter o mesmo tipo de óxido de alumínio (bayerita) que os cps FAL o que ficou demonstrado ao apresentar os níveis de Rp mais elevados.

O desempenho dos cps HAL no ensaio por névoa salina quando avaliado pela formação de produtos de corrosão superficial poderia ser explicado de modo similar aos cps FAL, pelo tipo de óxido preexistente na superfície da camada, Bayerita, camada oxidada que na presença da solução de teste permite a formação de elevada quantidade de produtos de corrosão branca (Al(OH)<sub>3</sub> e/ou óxido de alumínio hidratado).

Com relação aos teores de óxidos medidos, FS (1,3%), ASP (6,8%) e HVOF (> 7%) pode-se afirmar que a resistência à corrosão superficial das camadas de alumínio não depende do teor de óxido de alumínio na superfície dos revestimentos e sim do tipo de óxido formado na superfície que fica exposta ao meio corrosivo e a propagação da corrosão para o interior da camada é dependente principalmente da coesão das panquecas. Portanto, da formação de produtos de corrosão na superfície das camadas revestidas com alumínio pode-se deduzir que tanto os hidróxidos como a hidratação dos óxidos de alumínio formam barreira protetora da camada.

Em geral, podemos deduzir com respeito à corrosão generalizada caracterizada pelos fatores  $i_{pas}$  e  $R_p$ , que os cps FAL revestidos pelo processo FS requerem menor  $i_{pas}$  e fornecem adequada resistência à polarização por estar em presença de óxido de alumínio - Bayerita. Com respeito da corrosão localizada (pites e névoa salina) o tipo de óxido preexistente proporcionou as condições de adequada resistência e estabilidade química para obter bom desempenho do revestimento depositado pelo processo a chama FS.

Os cps AAL preparados pelo processo ASP apresentam bom desempenho na corrosão generalizada, no meio salino neutro (solução do ensaio de polarização potenciodinâmica). O tipo de óxido superficial dos cps AAL (Bohmita) mostra baixo desempenho na corrosão localizada, pelo fato de apresentar perda localizada de espessura no ensaio de névoa salina.

Os cps preparados pelo processo HVOF também apresentam bom desempenho na corrosão generalizada representado pelos valores de corrente de corrosão e de Rp. Na corrosão localizada, o filme de óxido de alumínio formado na superfície, quando em contato com o meio salino com pH entre 6,7 e 7,2 melhora seu poder protetor, a formação de produtos de corrosão branca fornece barreira protetora, que permite que a camada não seja degradada.

## 5 Conclusões

O ensaio eletroquímico de longa duração de resistência a polarização Rp indicou que os cps FAL e HAL apresentaram menor taxa de corrosão que os cps AAL. Atribui-se a diferença na taxa de corrosão à natureza diferente do óxido de alumínio Bayerita apresenta maior resistência à polarização que o filme óxido de Bohmita dos cps AAL.

No ensaio de corrosão por névoa salina os “produtos de corrosão superficiais” (óxido de Al hidratado e/ou hidróxido de Al) podem ser aderentes e atuar como “barreira adicional” de proteção. Esse tipo de proteção ocorreu nos cps FAL e HAL.

Quanto ao efeito do teor e distribuição de óxidos não se pode fazer afirmação conclusiva, uma vez que camadas com teor baixo (1,3%) e alto (7,7%), porém de processos de aspersão térmica diferentes, apresentaram comportamento similar no meio salino.

Finalmente, com relação a estabilidade química do alumínio depositado como revestimento através dos processos de aspersão térmica evidenciou a formação de diferentes tipos de óxidos de alumínio superficial e apresentaram comportamentos diferenciados nos ensaios eletroquímicos e de névoa salina.

## Agradecimentos

- INT – Instituto Nacional de Tecnologia/ LACOR – Laboratório de Corrosão
- CENPES - Laboratório de corrosão e absorção atômica.

## Referências

- Britton, C.R., 1988, "Flame Spraying With Aluminium and Aluminium Alloys". Aluminium Industry. v. 7, n. 10, 3p.
- Cortés R., 1998, "Estudo de revestimentos de Al depositados por três processos de AT para a proteção do aço contra a corrosão marinha". Tese de doutorado, UFSC, Brasil.
- Hollingsworth, E.H. and Hunsicker, H.Y., 1990, "Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys" - ASM Metals Handbook Vol. 13, p.583-609.
- Hoehne, K., 1985, "Haftvermittelnde Schichten beim thermischen Spritzen von Metallen". SchweiBtechnik, vol.35, N<sup>o</sup>. 11, p.497-499. Berlin35.
- Marantz, D.R. and Kowals, K.A., 1991, "Wire Arc Plasma": A New Conterder in Metal Spraying. Welding Journal, p. 40-45.
- Panossian, Z., e outros., 1992, "Estudo do Comportamento Frente à Corrosão Atmosférica do Revestimento de Alumínio Aplicado Sobre Aço por Aspersão Térmica", INTERFINISH 92, São Paulo, p. 1046-1067.
- Pourbaix, M., 1966, "Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous Solutions". Pergamon Press, p 168-175.
- Reiprich, J., Von Zwehl, W., 1959, "Manual del Aluminio, Principios y procedimientos modernos de fabricación". Editada por Aluminium Verlag GMBH - Düsseldorf. Versión española editada pela Editorial Reverté, S.A. edição 11, p.465.
- Sedriks, A. J., 1979, "Corrosion of Stainless Steels"- Ch.3, J. Wiley & Sons, New York.
- Shaw, A.B., Moran, P.J., 1988, "Characterization of the corrosion behavior of Zn- Al Thermal Spray Coatings.Materials". Performance Paper number 212 Corrosion 85, p. 22-31. Boston, USA.
- Thorpe, M.L., 1993, "Thermal Spray. Advanced Materials & Processes", p. 50-61.
- Vreijling, M.P.W. et al., 1996, "Protection os Steel Strutures in Marine Applications Against Corrosion Using Aluminium Spray Coatings". DELFT University of Technology, 7p. The Netherlands.
- Normas:
- ASTM B 117/90: Standard Test method of Sal Spray (FOG) Testing, p.19-25.
  - ASTM G1-88: Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluation Corrosion Test Specimens, p. 61-67.
  - ASTM G 59-84: Standard Practice for Conducting Potentiodynamic polarization Resistance Measurements.

## STABILITY AND CORROSION OF ALUMINUM OXIDE FORMED FOR THE ALUMINUM DEPOSITION FOR THERMAL SPRAY

**Regina M.H.P. Rodriguez**(1), **André Capra** (2), **Ana Sofia C.M.d'Oliveira** (3), **Ramón S.Cortés P** (4)

(<sup>1</sup>) DOCTORATE STUDENT FROM INTERDISCIPLINAR ENGINEERING PROGRAMS PIPE, (<sup>2</sup>) Mechanical Engineering Student/ANP, (<sup>3-4</sup>) Department of Engineering Mechanics (DEMEC), Sector of Technology, Federal University of the Paraná (UFPR), CEP 81531-990, Curitiba PR, Brazil  
regina@demec.ufpr.br ; capra@demec.ufpr.br; sofmat@demec.ufpr.br; ramon@demec.ufpr.br ;;

### Abstract

*The chemical stability of aluminum if produces for the reaction with the oxygen contained in air, forming an oxide film of alumínio, called " Hidraguillite ". The growth of the oxide film depends on the temperature and the humidity. The " Hidraguillite ", after some weeks of weathering needs as and to the ambient temperature, forms the " Bayerite " - oxide film of hidratado alumínio of bigger thickness. This is the type of oxide found in the surface of Alumínio 1100 of industrial use. For the effect of the heating of the alumínio in air presence with temperatures bigger of the one than 100 °C, if produces the increase of the thickness of the oxide film from the " Bayerite ". After some time, forms it " Bohmite ", that she is 100 times thicker and it can reach chemical resistance of 10 the 40 upper to the one of the " Bayerite. The condition of the thermodynamic stability of the film oxide in watery solutions is expressed by the diagrams of M. Pourbaix. In these diagrams the resistance to the corrosion through the thermodynamic effect can itself be foreseen, of pH, in which the thermodynamic reactions of the system metal-electrolyte would be represented. The present work shows resulted of the behavior of the aluminum oxide films in coverings deposited for different processes of thermal aspersion. It was proven that through the technique of thermal aspersion the formation of different types of aluminum oxides occurs and that they present differentiated behaviors when submitted the simulated assays electrochemical and of " salts spray ".*

**Keywords** .aluminum, oxide of aluminum, aluminum corrosion, thermal spray, salt spray

## EFEITO DA RUGOSIDADE E DO PREQUECIMENTO DO SUBSTRATO NA MORFOLOGIA E ADERÊNCIA DE REVESTIMENTOS DE ALUMÍNIO DEPOSITADOS POR ASPERSÃO TÉRMICA

Ramón S.Cortés P (1), Ana Sofia C.M.d'Oliveira (2)

<sup>(1,2)</sup>Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC), Setor de Tecnologia  
Universidade Federal do Paraná (UFPR), CEP 81531-990, Curitiba PR, Brasil  
ramon@demec.ufpr.br ; sofmat@demec.ufpr.br

**RESUMO.** Os processos de aspersão térmica permitem depositar sobre uma superfície previamente preparada, materiais metálicos ou não metálicos, onde os principais mecanismos de aderência são por ancoramento mecânico e químico – metalúrgico. A preparação do substrato inclui a limpeza, a obtenção de rugosidade adequada e eventualmente realizar preaquecimento, com o intuito de garantir o ancoramento mecânico e pontos de microsoldagem. Na deposição de revestimentos de alumínio existem recomendações técnicas relativas à rugosidade do substrato, sendo estas feitas sem considerar o efeito do preaquecimento. Com o objetivo de avaliar a morfologia das panquecas (splats), foram preparados corpos de prova com revestimentos de alumínio depositados por três processos de aspersão térmica, em substratos com diferente faixa de rugosidade com e sem preaquecimento. O trabalho mostra a diferentes morfologias das panquecas e avalia a aderência ao substrato. Os resultados indicam que em substratos com faixas de rugosidade menores às recomendadas pela literatura técnica nos processos por arco elétrico (ASP) e chama de elevada velocidade (HVOF) a aderência não é afetada. Com relação ao preaquecimento é totalmente necessário no processo a chama oxiacetilênica e desprezível nos processos a arco elétrico e chama de elevada velocidade.

**Palavras chaves:** Aspersão térmica, morfologia panquecas, aderência alumínio, preaquecimento, rugosidade.

### 1. Introdução

A tecnologia de aspersão térmica (AT) é composta de um grupo de processos por meio dos quais se pode depositar, sobre uma superfície previamente preparada, camadas de materiais metálicos, não metálicos ou depósitos dúplex (metálicos+metálicos e metálicos+não metálicos). As principais características da AT, no que concerne ao aspecto típico das camadas depositadas, estão esquematicamente apresentadas na Fig. (1).

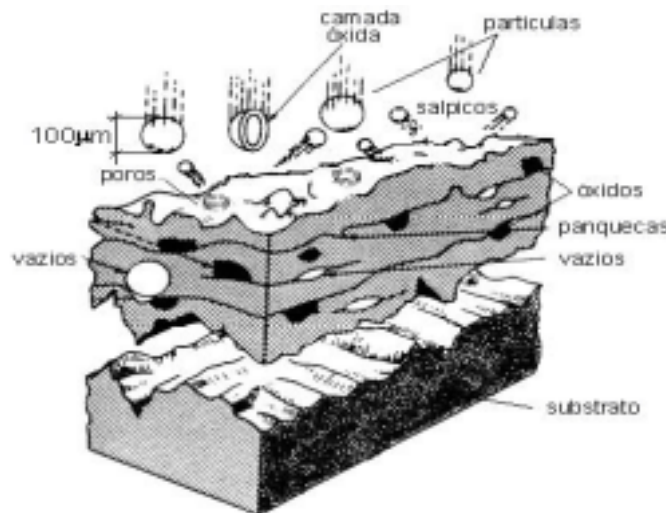


Figura 1. Características da formação da camada depositada por AT, Krespi (1993).

Na Figura (1) pode-se observar que um revestimento depositado por aspersão térmica se caracteriza por ter uma estrutura lamelar com incrustações de óxidos, um grau variável de porosidade nas panquecas e espaços vazios. O processo de AT envolve elevado aquecimento ou fusão do metal de adição, mas não do substrato, em forma industrial a utilização de materiais de deposição é feita na forma de pó ou arame.

Segundo Thorpe (1993), os materiais de deposição são fundidos ou aquecidos em uma fonte de calor gerada no bico de uma pistola apropriada por meio de combustão de gases, de arco elétrico ou por plasma. Imediatamente após a fusão ou aquecimento, o material finamente atomizado é acelerado por gases (ar comprimido ou gases inertes) sob pressão contra a superfície a ser revestida, atingindo-a no estado fundido ou semi-fundido. Ao se chocarem contra a superfície, as partículas achatam-se (formando panquecas) e aderem ao material base em direção paralela ao substrato e na seqüência sobre as partículas já existentes, originando-se assim uma camada de estrutura característica, mas diferente de qualquer outra forma metalúrgica.

## 2. Metodologia, Materiais e Procedimentos

Com o objetivo de avaliar a morfologia das panquecas e a aderência da camada depositada no substrato, foram preparados corpos de prova revestidos de alumínio com uma demão e múltiplas demãos. Este trabalho analisa a influência da preparação da superfície (avaliada por limpeza, rugosidade e preaquecimento), nas características dos revestimentos de alumínio, em particular a morfologia das panquecas e a aderência da camada ao substrato. Foram preparados corpos de prova utilizando os processos de aspersão térmica a chama oxiacetilênica (Flame Spray - FS), arco elétrico (Arc Spray Process - ASP) e chama de elevada velocidade (High Velocity Oxi-Fuel - HVOF).

### 2.1. Materiais

Foi utilizado aço carbono 1020 (chapa de 400x250x10 mm e tarugos de 25,4 mm de  $\varnothing$ ) como substrato e arame de  $\varnothing$  3,2 mm e pó granulometria -90+45 microns de alumínio para depositar como revestimento.

### 2.2 Equipamentos de Aspersão Térmica

Processo a chama FS - Pistola METCO 12E; Processo ASP - Equipamento METCO 4RP; Processo HVOF - Equipamento - DJ 2004.

### 2.3. Procedimento de aspersão térmica (AT)

Com o objetivo de avaliar a morfologia e aderência das panquecas, foram depositados revestimentos de alumínio de uma demão e com múltiplas demãos em substratos com diferente faixa de rugosidade, com e sem preaquecimento.

**2.3.1 Preparação da superfície:** Com vistas ao preparo da superfície, para garantir a aderência adequada dos revestimentos ao substrato deve-se ativar a superfície, para permitir que as partículas projetadas no momento do impacto fiquem totalmente aderidas e livres de impurezas residuais. Esta ativação da superfície consiste de três etapas:

- (1) Limpeza tipo Sa2;Sa2,5;Sa3 (norma SIS 0559900/1967), obtida por processos químico, térmico ou mecânicos;
- (2) Rugosidade da superfície (obtida pelos processos de jateamento abrasivo ou mecânicos), e
- (3) Preaquecimento do substrato.

**Limpeza:** A tecnologia de AT requer o substrato limpo, isento, de ferrugem, de crostas de óxido de ferro, de graxa, de óleo e de umidade. Os padrões de limpeza na AT são alcançados através dos processos de jateamento abrasivo e com a maioria dos abrasivos (granalha de aço ou ferro, óxido de Al). O grau de limpeza Sa3 (jateamento abrasivo ao metal branco) foi obtido por comparação com os padrões publicados pela norma NACE RM 01/70.

**Rugosidade:** É usual, após a limpeza do substrato, trabalhá-la, o que pode ser realizado por jateamento abrasivo ou usinagem. Na AT de peças de grande porte, geralmente se utiliza o jateamento abrasivo, para obter ao mesmo tempo limpeza e rugosidade. A limpeza e rugosidade dos substratos neste trabalho foi obtida através de jateamento abrasivo com óxido de Al branco (granulometria 30 Alundum 38A), jateamento de 100 a 200 mm de distância e a 100 psi de pressão. A medição foi realizada através de rugosímetro portátil, com apalpador de contato mecânico.

**Preaquecimento:** Atividade que deve formar parte do processo de preparação de superfície para revestir materiais metálicos através da AT, o qual tem como objetivo proporcionar a queima e volatilização de graxas, óleos e umidade retidos junto à superfície do metal. O preaquecimento favorece também a redução das tensões internas do substrato geradas na etapa de jateamento, que por sua vez influencia na aderência e coesão da camada. Quando as partículas se chocam com o substrato há um resfriamento muito rápido, acompanhado da contração do material depositado. O substrato por sua vez dilata-se ao absorver a energia de impacto (cinética) contida nas partículas, além daquela transferida pela chama ou plasma da pistola de AT.

A faixa de temperatura estabelecida pelas referências técnicas é diversa, por um lado Lyman (1979) recomenda a faixa de 260 a 370 °C para o processo a chama FS do Al por outro lado em publicações recentes, Sulit (1993) e Cortés (1998), recomendam para o processo FS a utilização de 120 °C para aumentar a aderência camada substrato, coesão da camada, eliminar as tensões residuais e reduzir o diferencial de temperatura entre a camada e substrato. As temperaturas dependem ainda, da natureza dos materiais da camada e do substrato e de suas propriedades físicas (condutividade térmica, dilatação). Por outro lado, podem também ser um fator de influência sobre o desempenho esperado da camada, no que diz respeito à proteção contra a corrosão/oxidação.

Nosso caso, para os depósitos do Al feitos no presente trabalho utilizaram-se substratos de aço com um preaquecimento a 120 °C e sem preaquecimento.

### 2.3.2. Deposição de alumínio

Com as condições de processamento indicadas na Tab. (1) foram aluminizados 10 cps normalizados segundo a norma ASTM C633/79, em cinco deles foi medida a resistência a tração para conhecer a tensão de aderência das camadas de Al ao substrato. Os outros cps foram preparados para análise morfológica.

Tabela 1. Matrizes das condições experimentais para AT do Al por aspersão térmica.

AT	Fatores de controle Processo a chama oxiacetilênica FS						
	M	PA °C	D mm	FO. * 1	FA *2	PA psi	FA *1
F1	A	TA/120	300	50	45	100	55
F2	A	TA/120	300	40	35	100	55
F3	A	TA/120	300	50	45	80	45
[*1] 40 = 77,7 pés <sup>3</sup> /h / 50 = 93,4 pés <sup>3</sup> /h # [*2] 35 = 36,4 pés <sup>3</sup> /h / 45 = 47,3 pés <sup>3</sup> /h.							
AT	Fatores de controles processo a arco elétrico ASP						
	D mm	PAP psi	PAS psi	V V	C A	L grau	PA °C
A1	300	70	50	32	160	Sa3	TA/120
A2	300	70	60	26	160	Sa2,5	TA/120
A3	300	80	50	32	120	Sa2,5	TA/120
AT	Fatores de controle processo a chama de elevada velocidade HVOF						
	PO Psi	FO FMR	FN. *	PP psi	FP FMR	D mm	PA °C
H1	300	42	70	100	40	150	TA/120
H2	300	50	80	100	40	300	TA/120
H3	300	42	80	100	48	150	TA/120

[1 FMR Oxigênio]=6,3 SLPM/[1 FMR Propano]=1,7 SLPM (SLPM=Standard liter per minute); [\*]= unidade do FN especificado na pistola DJ 2004 a 125 psi de pressão. M=Material; A=arame; TP=temperatura de preaquecimento; D=distância; FO=Fluxo oxigênio; FA=Fluxo acetileno; PA=Pressão acetileno; FA= Fluxo acetileno; PAP=Pressão ar primário; PAS = Pressão ar secundário; V=Voltagem; A =Amper; L = Limpeza; PO=Pressão oxigênio; FN=Fluxo nitrogênio; PP=Pressão propano; FP=Fluxo propano.

**Deposição de uma única demão.** Para avaliar a morfologia e formação de uma panqueca (splats) em relação à rugosidade e preaquecimento do substrato, foram preparados cinco corpos de prova, planos e cilíndricos, para cada condição de aspersão térmica (Tab.1), revestidos pelos processos a chama oxiacetilênica (FS), arco elétrico (ASP) e chama de elevada velocidade (HVOF). O procedimento consistiu em passar uma só vez a pistola a elevada velocidade sobre corpos de prova cilíndricos de tração a 300 mm de distância. Posteriormente foi analisada a morfologia das panquecas depositadas (ancoradas) nos substrato de aço, através de microscopia eletrônica de varredura - MEV

**2.3.3. Espessura:** Na avaliação da aderência camada substrato por tração, 360/380µm foi a espessura adotada, de acordo com a norma ASTM C633/79. Nos cps preparados para os testes de aderência não foi utilizado selante. Na medição da espessura foi utilizado equipamento específico para medição de camadas não-magnéticas.

**2.3.4. Aderência:** A resistência mecânica de um revestimento depende da aderência entre a camada e o substrato, bem como da coesão entre as panquecas (partículas) depositadas. Trata-se de um requisito essencial para o bom desempenho do revestimento, pois de nada adianta ter uma camada com espessura ideal e livre de poros se a mesma não tem aderência suficiente. A análise da aderência do revestimento normalmente considera três mecanismos fundamentais, de acordo com a natureza das forças atuantes: mecânico, químico-metalúrgico e físico. A medição da aderência segue o procedimento da norma ASTM C633/79.



### 3 Resultados e Discussão

#### 3.1. Rugosidade / Aderência

Os resultados da medição da rugosidade e da aderência, estão apresentados na Fig. (2).

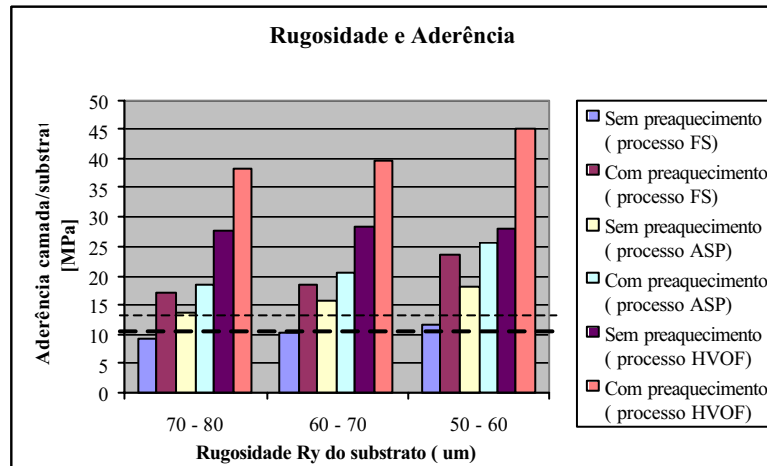


Figura 2. Relação da rugosidade do substrato com aderência de revestimentos de Alumínio depositados pelos processos de AT FS, ASP e HVOF.

A Figura (2) mostra a relação entre rugosidade de substratos com e sem preaquecimento, com a aderência de revestimentos de alumínio depositados pelos processos de AT FS, ASP e HVOF. As faixas de rugosidade obtidas e selecionadas para avaliação da aderência foram 70/80, 60/70 e 50/60 µm de acordo com as condições estabelecidas para o jateamento abrasivo (2.3.1). Na medição da aderência a espessura das camadas foi na faixa de 382 a 396 µm.

Dos resultados apresentados na Fig. (2) pode-se deduzir que na medida que se reduz a rugosidade do substrato de 70/80 até 50/60 nos substratos revestidos com Al sem preaquecimento, a aderência aumenta levemente nas camadas depositadas pelos processos a chama FS e arco elétrico ASP, não apresentando nenhum efeito nas camadas nos revestimentos depositados pelo processo HVOF.

De acordo com a literatura a Marinha Americana (norma MS 2138-A, 1992) recomenda a faixa de rugosidade Ry de 80/100µm para garantir a aderência no processo a chama oxiacetilênica FS (aderência média de 13,8 MPa e nenhum valor inferior a 10.3 MPa). Ao observar os resultados relacionados na Fig. (2), podemos deduzir que a redução da rugosidade permitiu somente nos cps preparados pelos processos ASP e HVOF sem preaquecimento do substrato superar os requisitos de aderência da norma americana, no caso dos cps preparados pelo processo a chama FS, é necessário realizar preaquecimento do substrato para atingir os requisitos de aderência da norma MS 2138 - A, para todas as faixas de rugosidade testadas.

Na mesma Fig. (2) podemos observar que quando utilizado preaquecimento a aderência aumenta e com valores superiores aos exigidos pela norma da Marinha Americana nos cps preparados pelos três processos de AT. Por tanto, a redução da rugosidade aliado ao preaquecimento, permitem a obtenção de revestimentos de aderência superior aos exigidos por norma.

Por conseguinte, podemos afirmar que faixas de rugosidade menores às sugeridas pela norma da Marinha Americana, podem atingir e superar a aderência requerida por essa norma nos processos ASP e HVOF em substratos sem preaquecimento e também no processo FS em substratos com preaquecimento a 120 °C.

Com relação aos processos de aspersão térmica - AT, é importante salientar que existe diferença na velocidade de transferência das partículas da pistola de aspersão até o substrato, nos processo de aspersão a chama oxiacetilênica FS a velocidade varia de 100 a 150 m/s, no processo por arco elétrico ASP a faixa de velocidade varia de 100 a 250 m/s e no processo de aspersão a chama de elevada velocidade HVOF é superior a 400 m/s chegando a superar os 1.200 m/s nas pistolas convencionais segundo Thorpe (1993) e os 5.000 m/s em pistolas mais modernas, de acordo com Cortés (1998).

Logo então, pode-se comentar que além do efeito da rugosidade e do preaquecimento, a velocidade de projeção das partículas na região de transferência (bico pistola - substrato) possível de ser atingida pela utilização dos diferentes processos e pistolas até o substrato, participam de forma importante.

Por conseguinte, a recomendação da Marinha America (faixa de rugosidade Ry de 80/100µm), justifica-se pelo fato que na época só se tinham pistolas de aspersão com velocidades de aspersão bastantes inferiores às utilizadas neste trabalho. Pelo que, hera necessário ter substratos com rugosidade mais elevada para garantir bom ancoramento mecânico e atingir a aderência requerida por norma.

#### 3.2. Morfologia das panquecas

As Figuras (3, 4 e 5) mostram as micrografias MEV de depósitos feitos pelos processos de aspersão térmica FS, ASP e HVOF, com uma só demão em substratos com diferente rugosidade, sem e com preaquecimento.

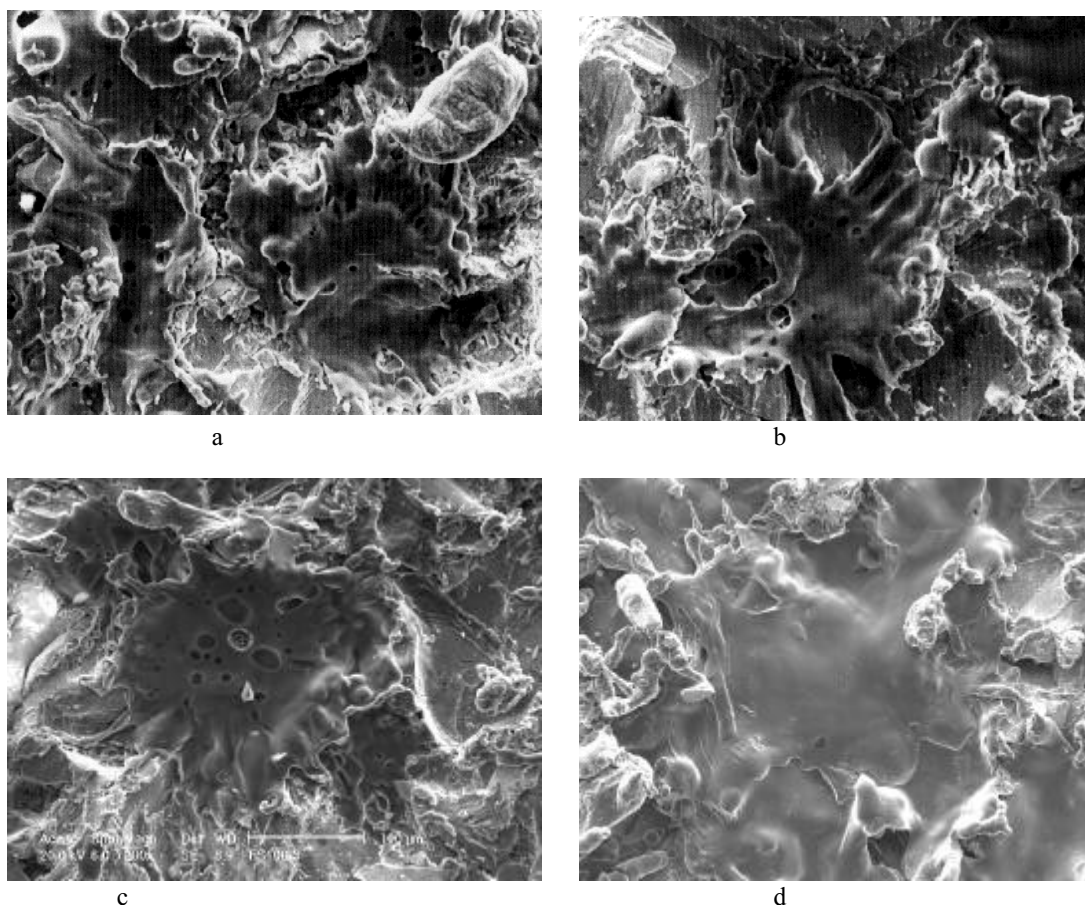


Figura 3. Morfologia das panquecas depositadas pelo processo FS em substratos com diferente rugosidade.

- Substrato de rugosidade Ry 70/80  $\mu\text{m}$  sem preaquecimento.
- Substrato de rugosidade Ry 70/80  $\mu\text{m}$  com preaquecimento.
- Substrato de rugosidade Ry 50/60  $\mu\text{m}$  sem preaquecimento.
- Substrato de rugosidade Ry 50/60  $\mu\text{m}$  com preaquecimento.

A Figura (3a) mostra partículas depositadas que não chegam a formar uma panqueca, só tem alumínio depositado na forma de salpicos. A Fig. (3b) mostra a panqueca ainda irregular, com poros no centro da panqueca, mas ainda com salpicos, também observa-se que no centro a panqueca fica um pouco melhor acomodada à rugosidade do substrato. Por conseguinte, pode-se deduzir que no caso da deposição de alumínio com uma demão em substrato sem preaquecimento e de maior rugosidade, a partícula desintegra no momento do impacto nos picos da superfície rugosa, permitindo com isso que não forme panqueca e com muitos salpicos, que são de fraca aderência.

No caso da deposição em substratos com preaquecimento [Fig. (3b)], o efeito de molhamento do substrato atua na formação de uma panqueca em forma parcial, pelo fato de estar o substrato preaquecido, mas ainda é insuficiente para formar uma panqueca homogênea. A morfologia da Fig. (3b) mostra que esta contém porosidade e salpicos.

Isto pode ser explicado porque quando as partículas se chocam com o substrato há um resfriamento muito rápido, principalmente em substratos sem preaquecimento, acompanhado da contração do material depositado. Em função disso ocorrem tensões contrárias na interface substrato-camada, que afetam a atuação do mecanismo de molhamento. No caso do substrato com preaquecimento o resfriamento rápido fica reduzido, permitindo com isso que atue parcialmente o efeito de molhamento da partícula no substrato.

Com relação às Fig. (3c e d) que mostram as panquecas depositadas em substrato com menor rugosidade e substratos com e sem preaquecimento, podemos comentar o seguinte: observa-se na Fig. (3c) que a panqueca depositada em substrato sem preaquecimento e rugosidade menor, apresenta pequenos poros no centro e salpicos ao redor dela. Portanto, pode-se deduzir que a diminuição da rugosidade permitiu que a partícula não desintegre no momento do impacto, facilitando com isso a transferência de maior calor ao substrato, permitindo a formação da panqueca, mas ainda insuficiente para formar uma panqueca homogênea, sem poros e salpicos.

Na Figura (3d) observa-se uma panqueca totalmente homogênea, sem porosidade e um mínimo de salpicos. Isto foi possível pela deposição de alumínio em substrato com menor rugosidade e com preaquecimento. Logo então, pode-se afirmar que a menor rugosidade e preaquecimento do substrato melhora significativamente o efeito de molhamento, permitindo a atuação do mecanismo de ancoramento mecânico da partícula no substrato.

Com relação à morfologia das panquecas de alumínio durante o ancoramento ao substrato, Dykhuizen (1994), apresentou interessantes resultados sobre o tipo e forma de solidificação das partículas no instante em que atingem o substrato durante a aluminização de superfícies preaquecidas a 20, 200 e 400  $^{\circ}\text{C}$ . Ele, observou que a maior

molhamento do substrato pela partícula leva a formação de lamelas do tipo panqueca. O achatamento e espalhamento horizontal das partículas é governada por uma interação entre energia cinética e as forças que se opõem no instante do choque: viscosidade, inércia e mais energia superficial.

Se a superfície é molhada pela partícula, haverá um retardamento viscoso resultante das tensões de cisalhamento interfaciais entre material de adição e área da superfície atingida. Se não houver molhamento, restam somente as forças de viscosidade interna do material, a inércia e as forças da superfície. Estas forças poderão não ser capazes de contrabalançar a força devido a energia cinética. O achatamento prosseguirá até que seja criada uma superfície para absorver a energia cinética.

Dykhuizen, relacionou os parâmetros velocidade, viscosidade e superaquecimento da partícula, entre outros, com a eficiência de deposição, inclusões de óxidos, porosidade e tensão de aderência, verificando que o preaquecimento (200 e 400 °C) permite obter um melhor molhamento das partículas no substrato pela diminuição do gradiente térmico partícula - superfície.

Neste trabalho, no qual foi utilizado preaquecimento a 120°C para a deposição de revestimentos de alumínio, foram obtidos valores elevados de aderência, que se atribuem a uma rugosidade menor e preaquecimento do substrato, aliado à utilização de parâmetros de aspersão otimizados por Cortés et al. (1999), permitindo com isso a utilização de uma temperatura menor à utilizada por Dykhuizen.

Na Figura (4 a e b) é mostrada a morfologia das panquecas depositadas pelo processo a arco elétrico ASP.

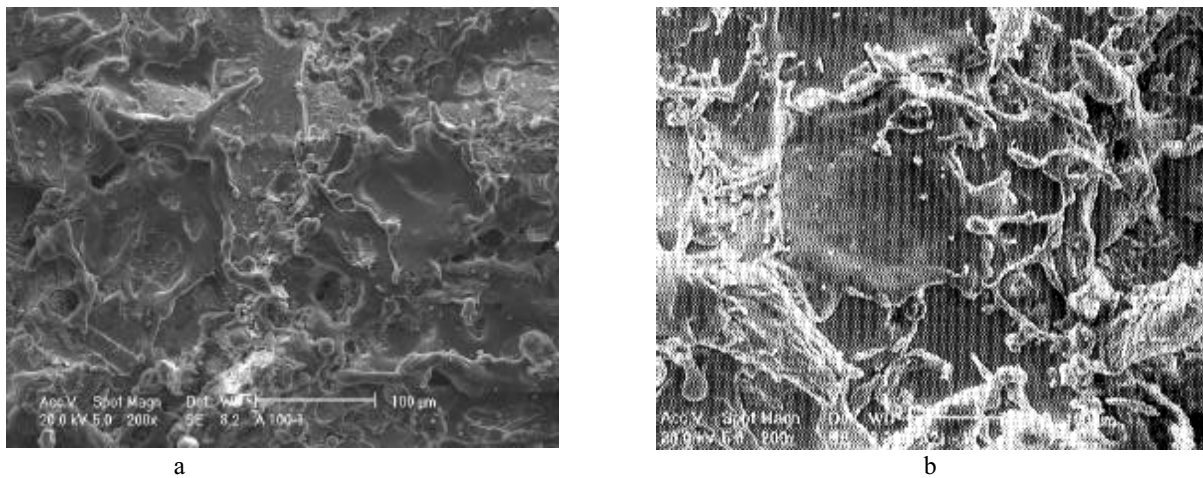


Figura 4. Morfologia das panquecas depositadas por ASP em substratos com diferente rugosidade  
a) Substrato de rugosidade Ry 50/60 μm sem preaquecimento.  
b) Substrato de rugosidade Ry 50/60 μm com preaquecimento.

A Figura (4a) mostra o alumínio depositado em substrato sem preaquecimento pelo processo ASP, não é observada a forma de panqueca, aparecem pequenas áreas cobertas com alumínio com muitos salpicos. Neste processo as condições de deposição são diferentes aos processos que tem como fonte de calor chama. As temperaturas envolvidas são muito elevadas (maiores que 5000 °C), isso faz que a passivação do alumínio (formação do  $Al_2O_3$ ) ocorra a elevada temperatura, permitindo que durante a transferência até o substrato por meio de ar comprimido, a camada de óxido de alumínio aumente de espessura e, no momento do impacto com o substrato frio, desintegre em pequenas partículas, em forma de salpicos. Pode-se deduzir que no caso da deposição de alumínio em substrato sem preaquecimento o mecanismo de molhamento não ocorre, mesmo com substrato de menor rugosidade, obtendo-se uma camada de menor aderência.

A Figura (4b) mostra a panqueca mais homogênea, sem poros, ainda com salpicos e a panqueca fica mais acomodada à textura do substrato. No substrato com preaquecimento fica favorecido o fenômeno de molhamento pela partícula no momento do impacto, formando uma panqueca homogênea, mais ainda com salpicos, que não prejudicam a aderência.

Nos processos de AT o material de aporte participa em primeiro lugar através de suas propriedades físico-químicas, ou seja, sua maior ou menor tendência à oxidação. O oxigênio, normalmente gás de transporte presente no ar utilizado, atua decisivamente na fase de transferência da partícula. Com a oxidação das gotas de metal líquido, por meio do oxigênio do ar, forma-se um filme de óxido, relacionado com uma liberação da energia de reação que se produz durante a formação da camada de óxido. Na deposição de Al, conforme é de se esperar, a conversão  $Al \rightarrow Al_2O_3$  possui a máxima energia molar de formação [1.668 KJ/mol]. Esta oxidação deveria conduzir a uma adicional elevação da temperatura das gotas metálicas e causar, uma melhora da aderência. A isso se contrapõe o resfriamento intensivo por meio do gás de transporte (ar comprimido), especialmente quando da AT por arco elétrico (ASP). Nestas condições, ocorre um resfriamento das partículas que irão atingir o substrato, já com temperaturas abaixo das necessárias, para que ocorram fenômenos aluminotérmicos e metalúrgicos.

Devido ao alto ponto de fusão do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (superior a  $2000^\circ\text{C}$ ), o qual na aspersão térmica é formado no bico das pistolas (pela dissociação do ar, fica  $\text{O}_2$  disponível para facilitar a passivação), este é transferido até o substrato na fase sólida e pelo resfriamento que produz o ar, o filme de óxido de alumínio vai aumentando de espessura. Logo então, na transferência até o substrato, o óxido de alumínio, que envolve a gota líquida com uma concha sólida, rompe por ocasião da incidência sobre o substrato, prejudicando o contato entre o alumínio líquido e o substrato, segundo Hoehne (1985).

Por conseguinte no processo ASP a morfologia das panquecas, que para distâncias usuais de aspersão (100 a 300 mm) as partículas alcançam o substrato em estado plástico, e não na forma líquida. A oxidação não pode contribuir para favorecer a aderência da camada por meio da elevação do valor de energia. Pelo contrário, resulta, através da formação de películas de óxido em torno das gotas metálicas, uma fase não metálica, a qual deve impedir eventuais reações epitaxiais.

Na Figura (5 a e b) é mostrada a morfologia das panquecas depositadas pelo processo a chama HVOF.

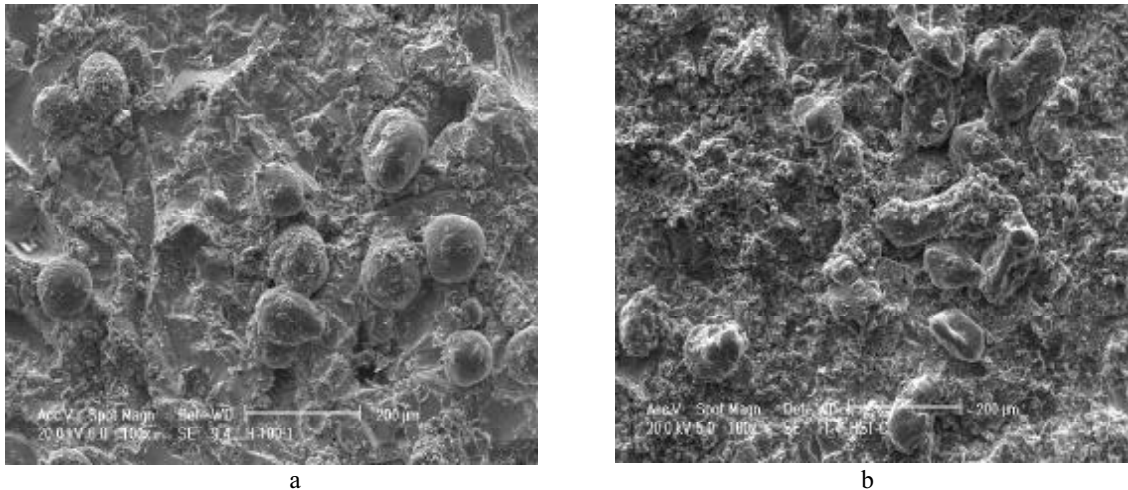


Figura 5. Morfologia das panquecas depositadas por HVOF em substratos com diferente rugosidade.

- a) Morfologia de Al depositado em substrato de rugosidade Ry 50/60  $\mu\text{m}$  sem preaquecimento.  
 b) Morfologia de Al depositado em substrato de rugosidade Ry 56/60  $\mu\text{m}$  com preaquecimento.

A Figura 5a mostra as partículas depositadas pelo processo HVOF em substrato sem preaquecimento e menor rugosidade, observando-se que as partículas mantêm seu formato original (não tem a forma de panqueca) e aderem ao substrato só deformadas. A Figura 5b também mostra também a não existência de panquecas, onde fica evidenciado que as partículas maiores mantêm sua textura e as menores fragmentam no momento impacto em micro partículas. Por conseguinte, pode-se deduzir que no caso das partículas depositadas por HVOF não se produz molhamento, só ancoramento mecânico das partículas no substrato e que a faixa de rugosidade menor permite bom ancoramento das partículas no substrato, e que o preaquecimento permite apenas a fragmentação das partículas.

No processo HVOF para a deposição de alumínio pode-se afirmar que o mecanismo de aderência é principalmente por ancoramento mecânico, que fica garantido pela elevada velocidade de transferência das partículas, que não fundem na pistola e que atingem a elevada velocidade o substrato. O preaquecimento do substrato permite que no instante do impacto as partículas transfiram maior quantidade de calor ao substrato, facilitando com isso que as partículas deformem ainda mais e formem uma camada de maior aderência, além de permitir que as partículas que fragmentam no impacto com o substrato, preencham os espaços que ficam entre as partículas que apenas deformam.

#### 4 Conclusões

De acordo com os resultados conclui-se o seguinte:

Somente os revestimentos depositados pelos processos ASP e HVOF em superfícies de maior rugosidade e sem preaquecimento, cumprem as exigência de aderência solicitadas por norma. No caso do Al depositado por FS só atinge os valores de norma quando o substrato é preaquecido.

Nos processos ASP e HVOF a redução da rugosidade de 70/80 para 50/60  $\mu\text{m}$  produz aumento da aderência, inclusive com substrato sem preaquecimento.

No caso dos depósitos feitos pelo processo a chama FS pode-se concluir que no caso do substrato sem preaquecimento a partícula no momento do impacto não produz o efeito de molhamento homogêneo, permitindo a formação de porosidade e salpicos, o que justifica ter menor aderência.

No caso dos depósitos feitos pelo processo a chama FS pode-se concluir que no substrato com preaquecimento fica favorecido o fenômeno de molhamento pela partícula no momento do impacto, formando uma panqueca homogênea, sem porosidade, mais ainda com salpicos, que não prejudicam a aderência.

Referente ao processo HVOF o efeito da rugosidade não apresenta nenhuma influência na formação de revestimentos porosos, sendo que o preaquecimento minimiza os espaços vazios que ficam entre as partículas que só deformam no momento do ancoramento no substrato e nas partículas já aderidas.

Pelo aspecto do molhamento da panqueca no substrato, o efeito combinado de menor rugosidade e preaquecimento do substrato permite concluir que a panqueca de melhor aspecto superficial é a depositada pelo processo a chama FS.

### Agradecimentos

À empresas de Metalização Revesteel e Nicrom de Curitiba PR pela sua colaboração.

### 5 Referências

- Cortés, R., 1998, “Estudo de revestimentos de Al depositados por três processos de AT para a proteção do aço contra a corrosão marinha”. Tese de doutorado, UFSC, Brasil.
- Cortés, P. R., Buschinelli, A., Piza, M., 1999, “Propriedades dos Revestimentos de Alumínio depositados por Aspersão Térmica”. IV Congresso Iberoamericano de Ingenieria Mecánica – CIDIM, Santiago, Chile.
- Dykhuizen, R.C., 1994, “Review of Impact and Solidification of Molten Thermal Spray Droplets”. ASM International. Journal of Thermal Spray Technology. vol 3(4), p.351-361.
- Hoehne, K., 1985, “Haftvermittelnde Schichten beim thermischen Spritzen von Metallen”. SchweiBtechnik, vol.35, Nº. 11, p.497-499. Berlin35.
- Krepiski, R.P., 1993, “Thermal Spray: Coating Applications in the Chemical” Process Industries. Published for the materials Technology Institute of the Chemical Process Industries, Inc, by NACE 2, 8p.
- Lyman, T., 1979, Metals Handbook, 8 ed., v.2, p. 494 - 496.
- MIL - STD 2138A., 1992, “Metal Sprayed Coatings for Corrosion Protection Aboard Ships”.
- Shaw, A.B. and Moran, P.J., 1985, “Characterization of the corrosion behavior of Zn- Al Thermal Spray Coatings”. Materials Performance Paper number 212 Corrosion 85, p. 22-31. Boston, USA.
- Sulit R. A., 1993, “Guide for the Protection of Steel with Thermal Spray Coatings of aluminum and Zinc and Their Alloys and Composites”. AWS - Proceedings of the 1993 National Thermal Spray Conference, Anaheim, CA, p. 7-11. June.
- Thorpe, M., 1993, Thermal Spray. Advanced Materials & Processes / 93

## INFLUENCE OF ROUGHNESS AND PRE-HEATING OF THE SUBSTRACT ON THE MORPHOLOGY OF DEPOSITED PARTICLE AND ADHERENCE OF ALUMINIUM BY THERMAL SPRAY COATING.

Ramón S.Cortés P (1), Ana Sofia C.M.d'Oliveira (2)

<sup>(1,2)</sup>Departament of Mechanical Engineering (DEMEC), Sector of Technology Federal University of the Paraná (UFPR), CEP 81531-990, Curitiba PR, Brazil  
ramon@demec.ufpr.br ; sofmat@demec.ufpr.br

*Abstract. thermal spray processes allow to deposit metallic and non metallic materials, on a surface previously prepared. This preparation includes cleanness, adequate roughness and sometimes pre-heating. These procedures aim to guarantee mechanical anchoring and/or microwelding of the deposited particles. In order to evaluate the morphology of the deposited particles and coating adherence aluminium coatings were produced by three thermal spray processes, using substracts with different roughness levels, with and without pre-heating. Results show that in arc spray (ASP) e high velocity oxi-fuel (HVOF) processes is possible to use a lower roughness level that the recomendad on the literature without effecting adherence. Regarding pre-heating the work done leads to the conclusion that it is a necessary step for the flame spray process but it does not play a significant role for arc spray and high velocity oxi-fuel process*

*Keys words: Thermal spray, morphology splats, adherence aluminum, preheating, rugosity.*

## MECHANICAL CHARACTERIZATION OF EUTECTIC ALLOYS OF THE Ti-Si AND Ti-B-Si SYSTEMS

Allah Marra Júnior

Alfeu Saraiva Ramos

Carlos Antonio Reis Pereira Baptista

Carlos Angelo Nunes

FAENQUIL – Faculdade de Engenharia Química de Lorena  
DEMAR – Departamento de Engenharia de Materiais  
Cx. Postal 116 – CEP 12600.000 – Lorena / SP  
Email: baptista@demar.fauenquil.br

**Abstract.** Eutectic alloy of the Ti-Si system has been considered of interest for structural applications in which a combination of mechanical strength and fracture toughness in a wide temperature range is desired. The eutectic structure is formed by the  $Ti_{ss}$  (solid solution) and  $Ti_5Si_3$  phases. Recent studies on the phase diagram of the Ti-B-Si system performed at DEMAR/FAENQUIL showed the existence of the ternary eutectic formed by the  $Ti_{ss}$ ,  $Ti_5Si_3$  and  $Ti_6Si_2B$  phases. The aim of the present work was to produce, via arc melting, 160 g ingots of eutectic alloys ( $Ti_{ss}+Ti_5Si_3$  and  $Ti_{ss}+Ti_5Si_3+Ti_6Si_2B$ ), as well as to perform a preliminary evaluation of their mechanical behavior at room temperature. Scanning electron microscopy (BSEI/SEM) was used to characterize the different phases present in both alloys. The mechanical behavior of the eutectic structures was evaluated by means of Vickers microhardness measurements and compression tests at room temperature. The work also includes fractographic analyses via SEM. The results allowed to compare the performance of both eutectics and to point out the ways for future development.

**Keywords:** titanium alloys, mechanical properties, intermetallic compounds.

### 1. Introduction

Materials considered for structural applications at high-temperature conditions must present a good balance of properties which include the mechanical strength, fracture toughness, fatigue, creep and corrosion resistance, thermal conductivity and thermal expansion and, specifically for aerospace applications, a high strength-to-weight ratio (Subramanian et al, 1996). Materials presenting multiphase microstructures have been found to be the most effective in attending these requirements in order to achieve structural integrity at elevated temperatures (Ward-Close et al, 1996). This concept was applied, for example, on the development of high strength steels and titanium alloys for use at temperatures up to 1000°C.

Studies on intermetallic compounds have shown their potential as high temperature materials, although their use have been restricted due to the low fracture toughness at room temperature. This limitation can be overcome by materials containing the intermetallic phase(s) in equilibrium with a metal or refractory alloy. It is known that Ti-Si intermetallics, e.g.,  $Ti_5Si_3$  and  $TiSi_2$ , present favorable properties such as low specific weight, high melting temperature and good oxidation resistance. Thus, eutectic alloys of the Ti-Si system have been considered of interest for high temperature structural applications, in substitution of super-alloys at 900-1000°C. This eutectic structure is formed by  $Ti_{ss}$  (solid solution) and  $Ti_5Si_3$ . The microstructure and properties of the  $Ti_5Si_3$  compound and an eutectic alloy Ti- $Ti_5Si_3$  produced via directional solidification were reported by Frommeyer et al (1990).

Recent studies on phase equilibria of the Ti-B-Si system, performed at DEMAR/FAENQUIL, showed the existence of a ternary eutectic constituted by the  $Ti_{ss}$ ,  $Ti_5Si_3$  and  $Ti_6Si_2B$  phases (Ramos et al, 1999; Ramos et al, 2000). No previous report on the existence of the  $Ti_6Si_2B$  ternary phase has been found. The composition of the eutectic reaction  $L \leftrightarrow Ti_{ss} + Ti_6Si_2B + Ti_5Si_3$  is indicated as point I in the liquidus projection of the Ti-Si-B system shown in Figure (1).

The aim of this work was to accomplish a preliminary evaluation of the mechanical properties of both  $Ti_{ss}+Ti_5Si_3$  and  $Ti_{ss}+Ti_6Si_2B+Ti_5Si_3$  eutectic microstructures. Scanning electron microscopy (BSEI/SEM) was used to characterize the different phases present in both alloys. The mechanical behavior of the eutectic structures was evaluated by means of Vickers microhardness measurements and compression tests at room temperature. The work also includes fractographic analyses via SEM. The results allow to compare the performance of both microstructures and to point out the ways for future development.

### 2. Experimental Procedure

Stoichiometric  $Ti_{87}Si_{13}$  and  $Ti_{85}Si_{13}B_2$  alloy compositions were prepared from commercially available high purity materials: titanium (99.8 wt-%), silicon (99.999 wt-%) and boron (99.5 wt-%). Several 160 g ingots were obtained by arc

melting on a water-cooled copper hearth under high-purity argon atmosphere. Multiple melting steps were carried out to ensure chemical homogeneity.

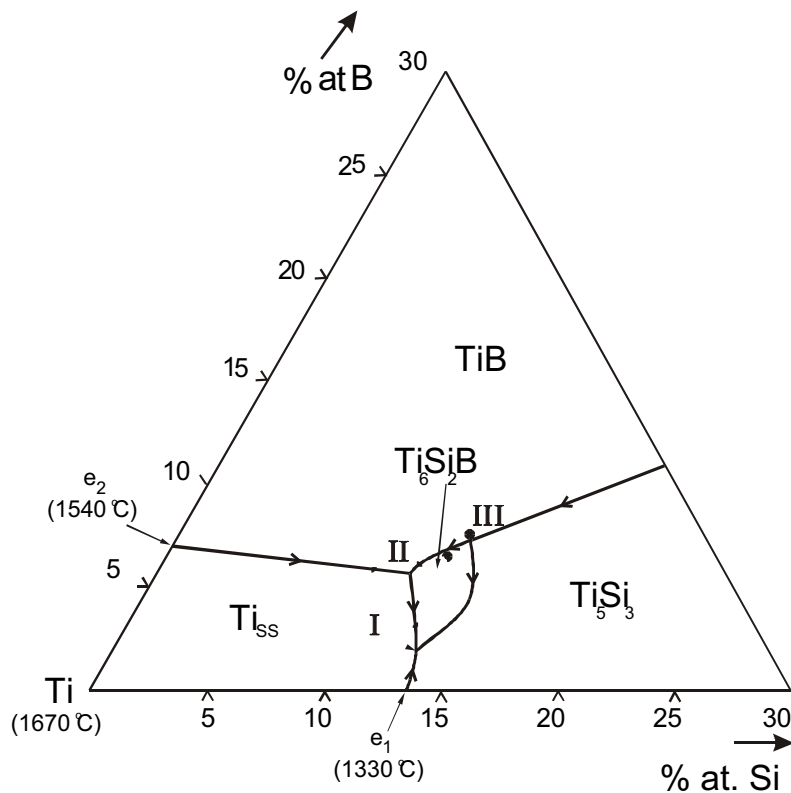


Figure 1. Liquidus projection of the Ti-Si-B system in Ti-rich region (Ramos et al, 2000).

Microstructural characterization of the various as-cast ingots was done through optical and scanning electron microscopy (SEM). Images were obtained in back-scattered electron mode (BSE) in LEO model 1450-VP SEM.

The mechanical behavior of the eutectic structures was evaluated by means of Vickers microhardness measurements and compression tests at room temperature. For the compression tests, three cylindrical samples of each alloy with 9 mm in diameter and length of 22 mm were machined and tested in a MTS 810.23M servo-hydraulic system (250 kN maximum allowed force) at a strain rate of about  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Fracture surfaces of the compressed samples were analyzed by SEM (secondary electrons image) to determine the occurred deformation mechanisms. Longitudinal sections were carefully cut from fractured samples and, after polishing and chemical attack, were also observed via SEM.

### 3. Results and Discussion

The adopted arc melting procedure was successful in producing 160 g bars of the alloys. Metallographic evaluation of polished cross-sections of the Ti+Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> and Ti+Ti<sub>6</sub>Si<sub>2</sub>B+Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> eutectic alloys revealed that there were some primary precipitations of Ti<sub>SS</sub> and Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> on the microstructures of the binary and ternary alloys, respectively, as can be seen on Figures (2) and (3). It can also be noticed the presence of cracks on the primary Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> precipitates of the ternary alloy.

Microhardness measurements results, taken on both longitudinal and cross section of both alloys, are shown on Table (1). The results corresponding to the hardness of the eutectic regions, without interference of the primary precipitates. As can be seen, the ternary alloy presented higher values of hardness, and the cross section results were higher for both alloys, when compared to the longitudinal ones.

Table 1. Vickers microhardness results (kgf/cm<sup>2</sup>) for the eutectic alloys (load 50 g).

Alloy	Cross Section	Longitudinal
Ti <sub>87</sub> Si <sub>13</sub>	394 ± 30	365 ± 46
Ti <sub>85</sub> Si <sub>13</sub> B <sub>2</sub>	469 ± 28	413 ± 28

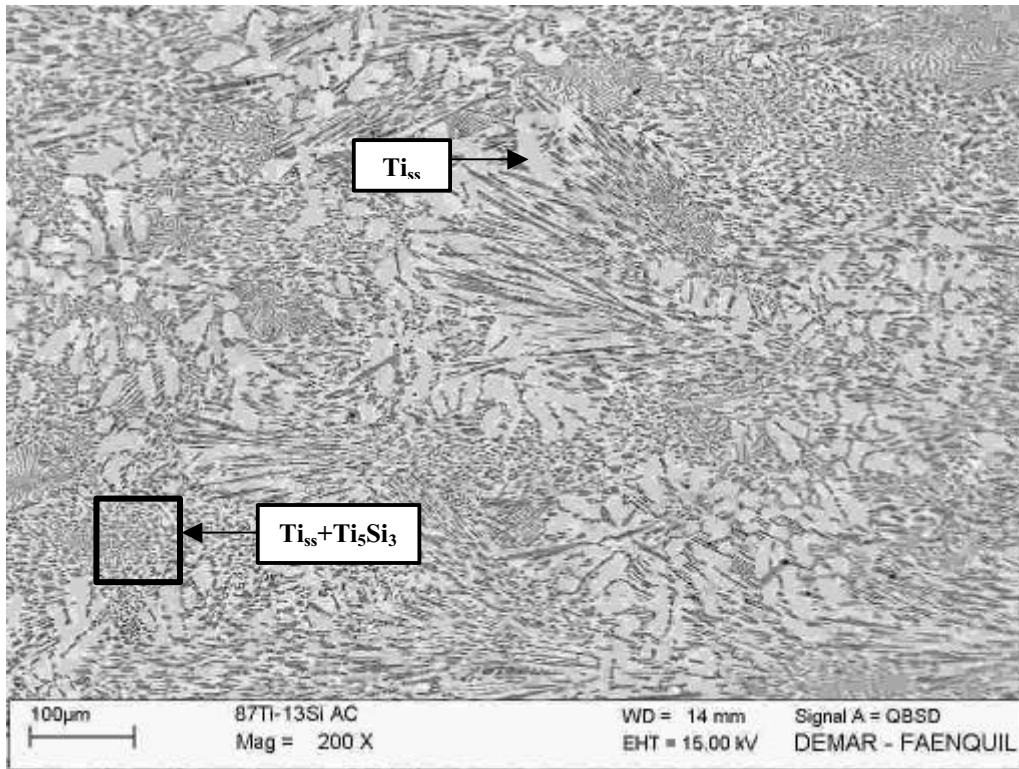


Figure 2. SEM/BSEI Micrograph of the as-cast Ti<sub>87</sub>Si<sub>13</sub> alloy.

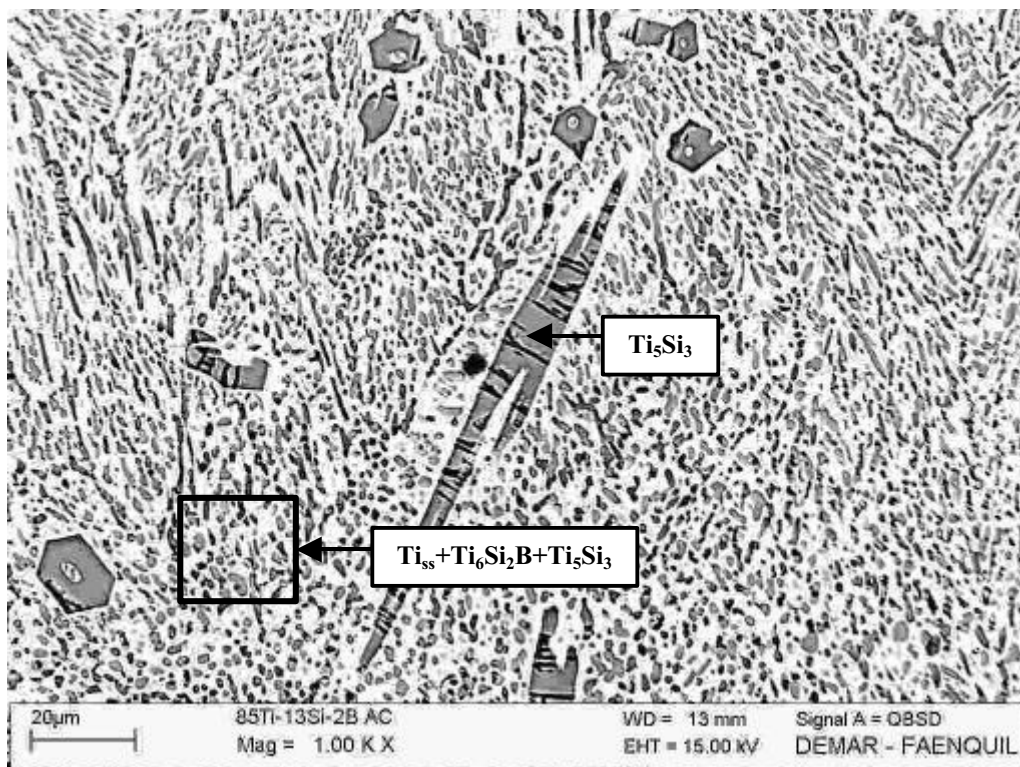


Figure 3. SEM/BSEI Micrograph of the as-cast Ti<sub>85</sub>Si<sub>13</sub>B<sub>2</sub> alloy.



The compression tests results (average values) are given on Table (3). The ternary eutectic alloy showed higher yield and compressive strength. Moreover, this alloy presented lower plastic deformation to fracture (2.6% against 9.1%). Although no strain transducer was used, the Young's modulus of the ternary eutectic could be estimated to be 50% higher than that of the binary eutectic. These results mean that the ternary eutectic is more resistant and stiff than the binary eutectic. The higher hardness, compressive and yield strengths and elastic modulus shown by the ternary eutectic probably are due not only to differences on eutectic compositions, but also to the size, morphology and volume fractions of the phases.

Table 3. Compression tests results.

Alloy	Yield Stress [MPa]	Strength [MPa]
Ti <sub>87</sub> Si <sub>13</sub>	774	1231
Ti <sub>85</sub> Si <sub>13</sub> B <sub>2</sub>	990	1443

Different features were observed on the fracture surfaces of the compression samples. The fracture topography of the binary eutectic presented a series of planes with different orientations, as if accompanying its microstructure. On the extremity of these planes, some evidence of plastic strain (micro cavities) can be seen. Figure (4) shows a detail of this feature. On Figure (5), a primary Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> precipitate, entirely cracked, is clearly distinguished on the fracture surface of ternary eutectic. Figure (6) shows a series of cavities on the ternary eutectic, probably caused by the rupture or tearing of intermetallic compounds.

The polished-and-etched longitudinal cuts from compressed samples showed that, on the binary eutectic, the intermetallic phase was almost entirely cracked. Moreover, the cracks appear to have a preferential orientation, parallel to the cross-section of the specimen, as shown on Figure (7). In the case of the ternary eutectic, shown of Figure (8), the cracking occurred mainly on the primary Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> precipitates.

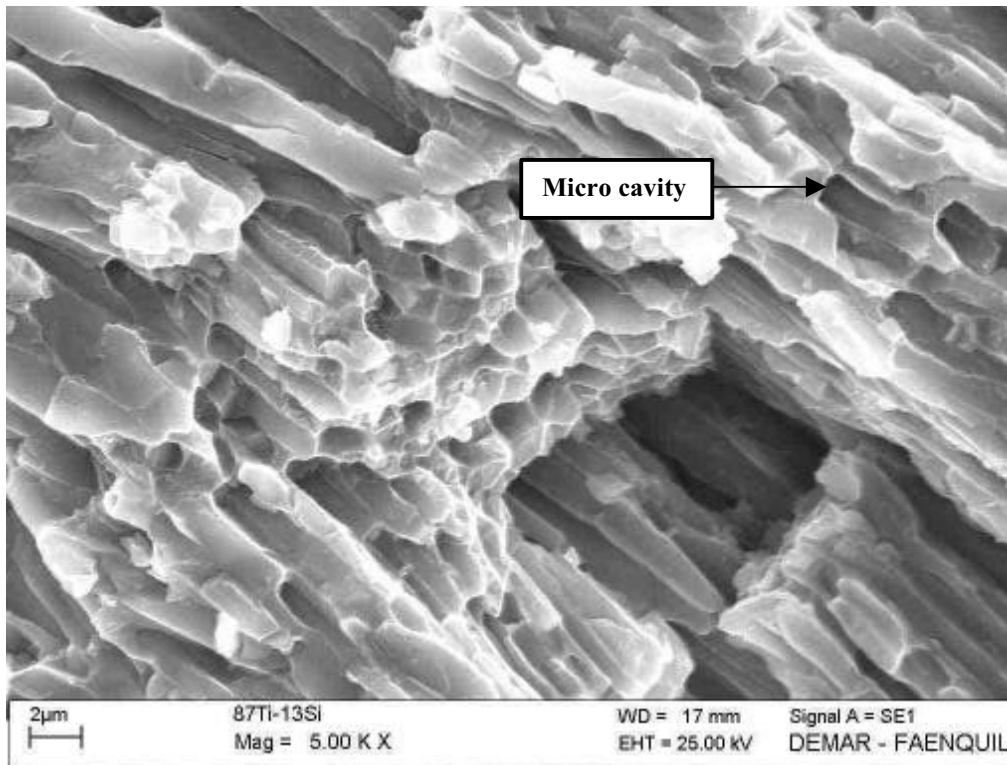


Figure 4. Fracture surface of the binary eutectic (SEM/SE).

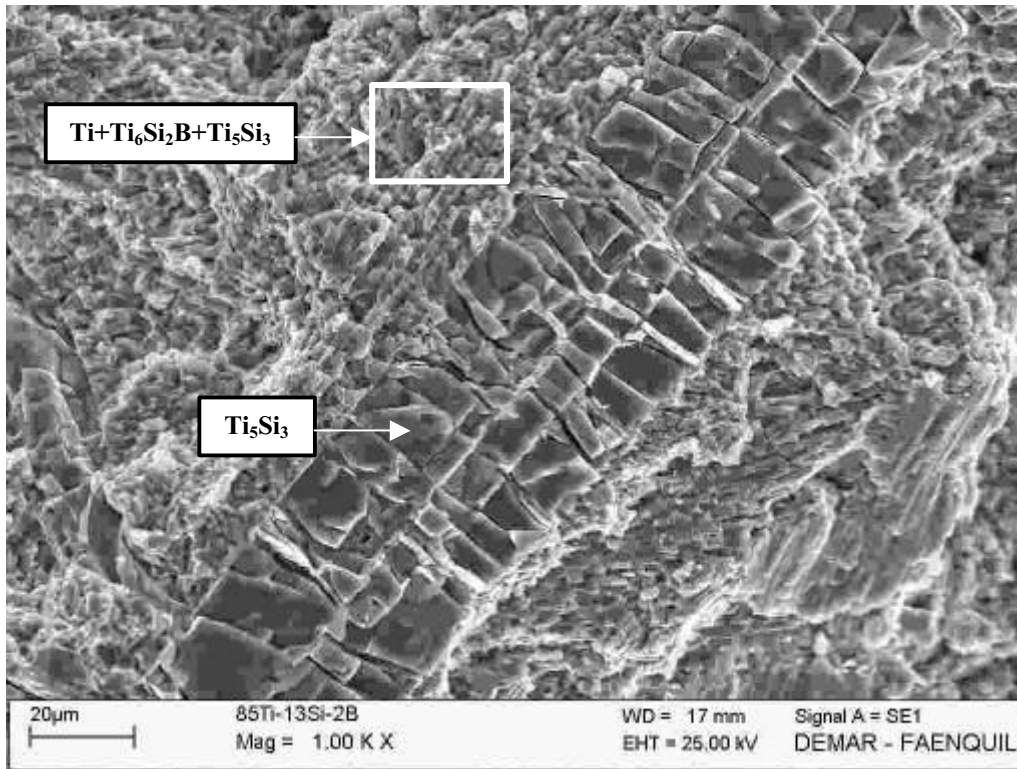


Figure 5. Fracture surface of the ternary eutectic (SEM/SE).

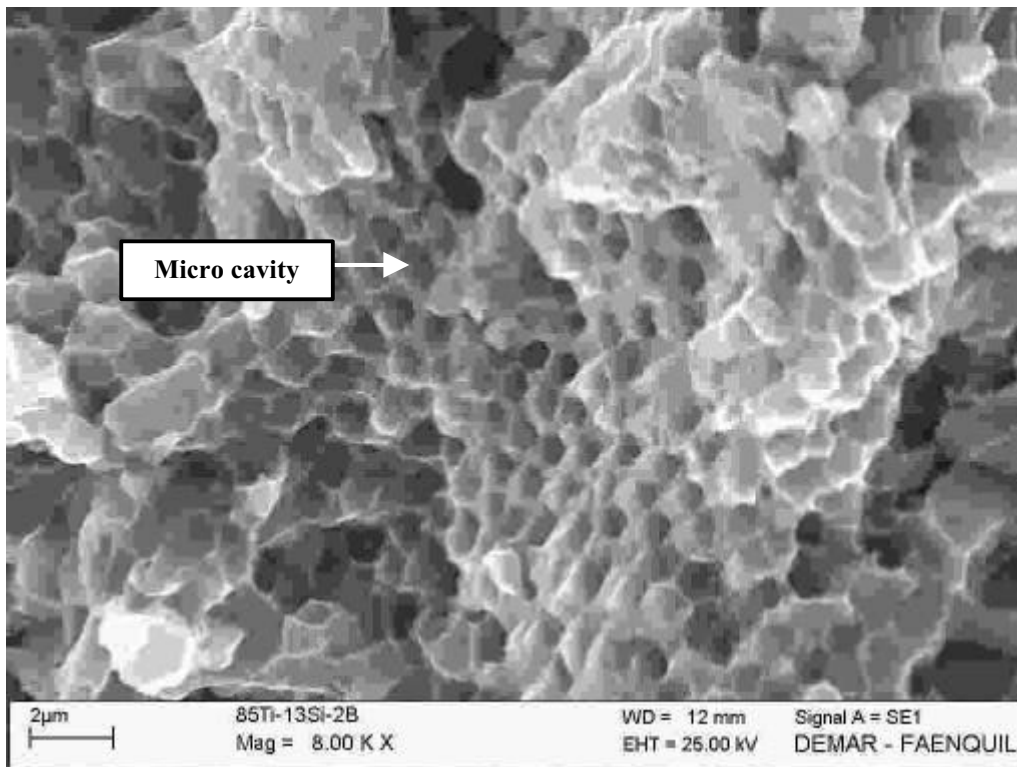


Figure 6. Fracture surface of the ternary eutectic (SEM/SE).

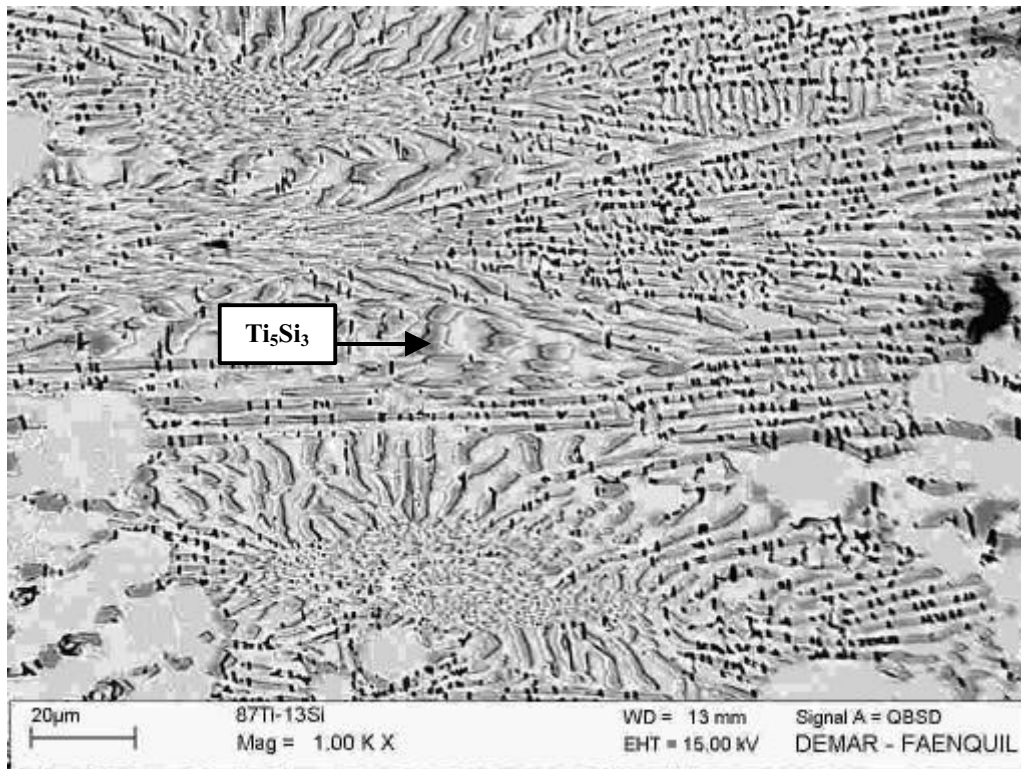


Figure 7. Polished and etched longitudinal section of binary eutectic after compression test (SEM/BSEI).

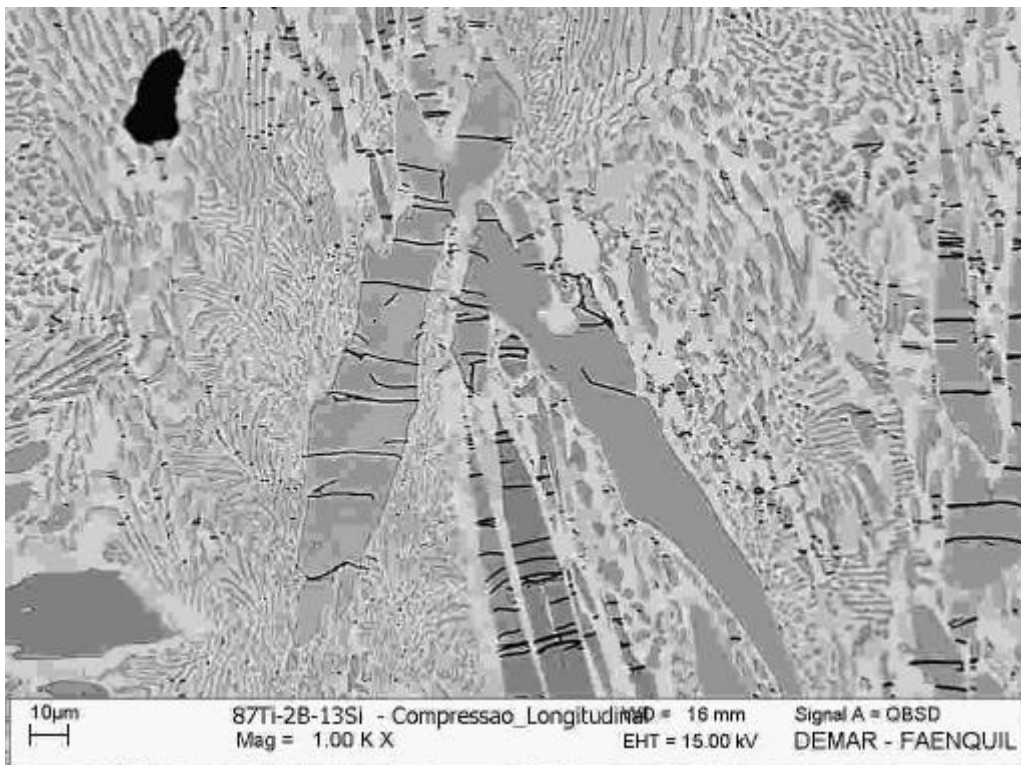


Figure 8. Polished and etched longitudinal section of ternary eutectic after compression test (SEM/BSEI).

#### 4. Summary

The microstructure and mechanical properties of arc melted  $Ti_{ss}+Ti_5Si_3$  (binary) and  $Ti_{ss}+Ti_5Si_3+Ti_6Si_2B$  (ternary) eutectics were evaluated. The ternary eutectic presented a finer microstructure, although it contained some large primary  $Ti_5Si_3$  precipitates, whilst the binary eutectic showed  $Ti_{ss}$  primary precipitates.

The higher hardness, compressive and yield strengths and elastic modulus shown by the ternary eutectic probably are due not only to differences on eutectic compositions, but also to the size, morphology and volume fractions of the phases.

In order to complete the preliminary results shown in this work, impact tests and bending tests on previously cracked samples will be done, which will provide means to evaluate and compare the transition temperature and toughness of the alloys. Moreover, a new composition,  $Ti_{87}Si_{11}B_2$ , is going to be tried in order to avoid the primary  $Ti_5Si_3$  precipitations on the ternary eutectic.

#### 5. References

- Frommeyer, G.; Rosenkranz, R.; Lüdecke, C., 1990, "Microstructure and Properties of the Refractory Intermetallic  $Ti_5Si_3$  Compound and the Unidirectionally Solidified Eutectic  $Ti-Ti_5Si_3$  Alloy", *Zeitschrift für Metallkunde*, pp.307-313.
- Ramos, A. S.; Nunes, C. A.; Coelho, G. C., 1999, "Microestruturas de Solidificação de ligas Ti-B-Si Ricas em Titânio", *Proceedings of CIDIM - Congresso Ibero-Americano de Ingeniería Mecânica*, Santiago, Chile, 4p.
- Ramos, A. S.; Nunes, C. A.; Coelho, G. C., 2000, "Projeção *Liquidus* do Sistema Ti-Si-B na Região Rica em Ti Delimitada por 100%at.Ti -30%at. Si-30%at. B", *Proceedings of CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*, São Pedro, Brasil, 13p. (to be published).
- Subramanian, P. R. et al, 1996, "The Development of Nb-Based Advanced Intermetallic Alloys for Structural Applications", *Journal of Metals*, Vol.48(1), pp.39-43.
- Ward-Close, C. M.; Minor, R.; Doorbar, P. J., 1996, "Intermetallic-Matrix Composites, a Review", *Intermetallics*, Vol.4, pp.217-219.

## DYNAMIC AND TRANSFORMATION CHARACTERISTICS IN A NiTi MEMORY SHAPE WIRE

**Hani Hussein Aly El-Sharawy**

Dept. of Mechanical and Material Engineering, Military Institute of Engineering, Praça General Tibúrcio 80, Praia Vermelha, CEP: 22290-270, Rio de Janeiro, RJ  
haniha@epq.ime.eb.br

**Carlos Sergio da Costa Viana**

Dept. of Mechanical and Material Engineering, Military Institute of Engineering, Praça General Tibúrcio 80, Praia Vermelha, CEP: 22290-270, Rio de Janeiro, RJ  
d4viana@epq.ime.eb.br

**Abstract.** Shape Memory alloys (SMA) are a special group of materials that recover their original form on reverse transformation, back to the original cubic phase structure. The principal characteristic reside in their super-elastic behavior which permit the recovery of high levels of deformation/distortion (~10%), while exerting controlled loading and displacement levels. These characteristics credit the use of the SMA alloys in fundamental applications of modern engineering. The evaluation of the memory capacity and the repeatability of the response are fundamental for the development of these materials. In this paper, the mechanical behavior of a NiTi wire tested under uniaxial tension is analyzed. Testing was performed at four different temperatures, predetermined in accordance with the transformation temperatures;  $A_s$  e  $A_f$ . A single wire sample was loaded repeatedly at two displacement rates; 0.1 and 1.0 mm/min. The order of testing (the given displacement rate and testing temperature) permitted projections of the effect of the loading sequence on shape memory capacity. The results were discussed based on the fundamental theory of the phase transformation and show the alteration of the mechanical behavior as a function of the martensite fraction. Moreover, the loading sequence may reduce super-elasticity, or restore the memory and partially restore super-elasticity.

**Keywords:** Shape Memory Material, Mechanical Properties, Super-elasticity, Loading Sequence

### 1. Introduction

The development and application of shape memory alloys have been undertaken since the memory effect was first discovered in gold-cadmium single crystals (Lieberman et al, 1955). Characterization of the structure and properties of polycrystals, and controlled production processes permitted a rapid increase in the development of shape memory components in the last decade. Moreover, advances in thin film production technology project an exponential increase in the use and development of light weight *metallic* shape memory sensors and actuators for precise and robust control applications (Dunne, 2000 and Saburi, 2000). Binary and tertiary alloys have and are being developed and characterized for this purpose. In particular, nickel/titanium based memory metals are preferred in many applications due to their high resistance to corrosion of the acting atmosphere, promoting their use in many application as in bio components.

Essentially, memory metals are also super-elastic and it is well known that both effects are the result of the martensite to austenite phase transformations during thermal treatment or after load release at constant temperature, respectively. Therefore, an experimental identification of the thermomechanical characteristics of these alloys is an indispensable tool in the direction of identifying coherent thermomechanical models, and projecting alloy application.

This paper analyzes the results of initial experimental identification of the thermomechanical characteristics of NiTi shape memory alloys. The work is part of current research in characterization and applications of shape memory materials, being developed at the Military Institute of Engineering (IME) by the 'texture and mechanical properties' group of the Mechanical and Materials Engineering department.

### 2. Material and Experiments

NiTi shape memory wire elements of predetermined martensite to austenite transformation temperature were supplied as a courtesy by the University of Texas. The transformation temperature was re-determined for confirmation using a Differential Scanning Calorimeter ( DSC ) at IME. A 1 mm thick wire was tested in uniaxial tension at four different temperatures and two displacement rates; 0.1 mm/sec and 1.0 mm/sec. At each test temperature, the wire was stretched up to a predetermined displacement, and released back to the no load condition at the same displacement rate. No specific experimental sequence ( temperature or displacement rate ) was adopted. The temperatures were chosen in order to permit identification of the thermomechanical response of the material under the effect of either the martensite and / or the austenite phases. The temperature of the wire for a given test was maintained constant by positioning the wire in an acrylic bath, through which heated water is pumped to maintain a constant level. The water temperature was maintained

constant, by a closed loop precision thermostat, within  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ . Tensile testing was performed in an EMIC DL 1000 screw type machine and the test parameters and operation controlled by an integrated software. Experimental setting and details are shown in the work of El-Sharawy (2001).

Table ( 1 ) shows the tests sequence including the thermomechanical conditions and relevant observations. In order to analyze the effect of the loading history, all test events are included, independent of the occurrence of wire slippage

Table 1 – Sequence of uniaxial thermomechanical testing

Test Event	Temperature ( $^\circ\text{C}$ )	Displacement Rate (mm / min)	Observations
1	35	1.0	Wire slipping – small recovery
2	50	1.0	Slipping & Pump partial failure – very small recovery
3	50	0.1	No recovery – beyond recoverable deformation
4	50	1.0	~ 50 % recovery near no load level
5	60	1.0	Nearly total recovery near no load level
6	60	0.1	Nearly total recovery near no load level
7	40	1.0	Almost no recovery
8	35	1.0	Limited plateau
9	35	0.1	Only linear deformation; without plateau
10	60	0.1	Slipping and limited plateau at lower load level
11	60	0.1	Plateau at higher load level
12	60	0.1	Plateau at higher load level and large recovery

or partial pump failure, the later caused a drop in the water level and the consequent loss of homogeneous temperature along the wire length. The table also include the tests where wire breakage has occurred along the grip section, at some stage before the completion of the load cycle. As analyzed in the next section, subsequent tests showed that wire end breakage did not affect the thermoelastic characteristics of the specimen.

### 3. Results and Discussion

The austenite final transformation temperature,  $A_f$ , was given as  $40^\circ\text{C}$ . This characteristic was confirmed by heating a small specimen in the DSC, and the *peak martensite*  $\rightarrow$  *austenite* transformation temperature was shown to be near  $40^\circ\text{C}$ . Accordingly, four isothermal testing temperatures were defined as shown in Tab. (1) to permit the analysis of the effect of the relative martensite to austenite volume on the loading-unloading response. Therefore, considering only thermal phase transformation, the material is martensitic at  $35^\circ\text{C}$ , partially martensitic at  $40^\circ\text{C}$ , and austenitic at  $50$  and  $60^\circ\text{C}$ .

Figures (1) to (12) show the load-displacement diagrams according to the tests sequence. Due to the small cross section of the specimen, and bearing in mind repeated testing of the same wire, the grip load had to be sufficient to impede slippage, and not too high to avoid breakage of the element. Nevertheless, slippage and wire breakage at some stages of testing.

Figure (1) shows the first load - displacement behavior; at  $35^\circ\text{C}$ . In spite of initial wire slippage, stretching proceeds

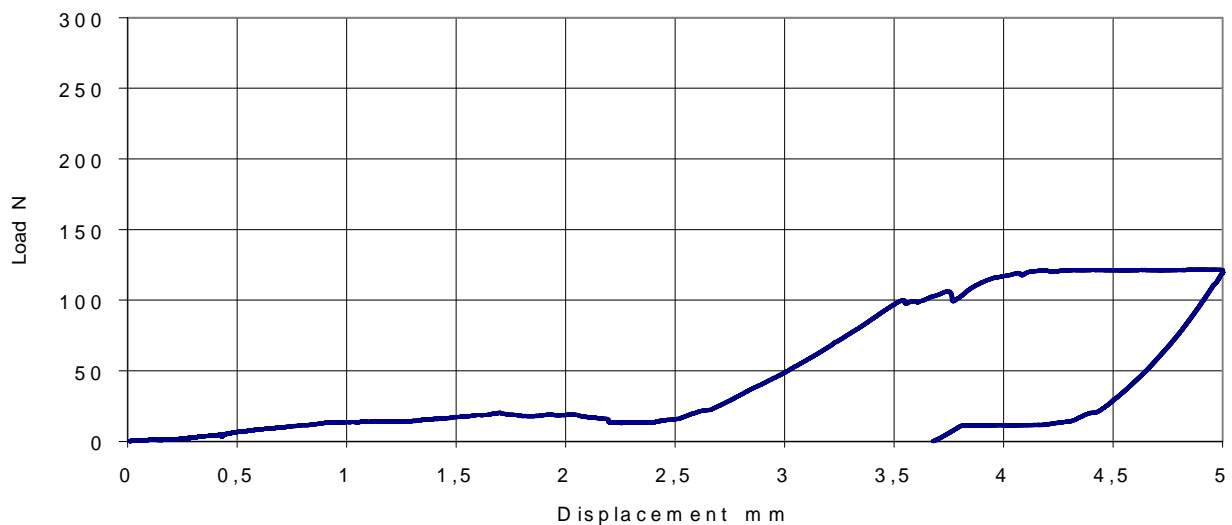


Figure 1. Wire Slippage and memory behavior at  $35^\circ\text{C}$  and  $1.0\text{ mm / min}$

following typical memory behavior; displacement at a constant load slope up to 3.5 mm, continuing at approximately constant load up to the unloading point. Coherent unloading behavior include a constant unloading slope, and a partial recovery of the deformation at a lower load plateau. The *regularity* of the plateaus cannot be attributed to wire slippage.

It should be observed at this point that the formation of a load plateau on loading and unloading, and the consequent partial recovery of the deformation, is unexpected at 35 °C. At this temperature, the material is totally martensitic, and continues martensitic during the deformation. According to the transformation theory, the upper plateau indicates a transformation to the *lower* temperature martensite phase, and the lower plateau the transformation back to the austenite. That is, the matrix should be austenitic at 35 °C, which contradicts the given and the reconfirmed transformation temperatures. Given the width of the *martensite* → *austenite* transformation peak, recorded by the DSC result chart, the material might contain a *very small* percentage of austenite at that temperature ( El-Sharawy, 2001 ), which would not account for the significant “phase transformation” shown in Fig. (1).

At the end of each isothermal test, the wire was maintained attached to the loading train, while the circulating water temperature was cooled down to room temperature ( 24 °C ), and any residual load adjusted back to zero. This procedure was interrupted in the cases where the wire needed to be repositioned due to wire end breakage.

Figure (2) shows the behavior at 50 °C and 1 mm/min displacement rate. The severe irregular trace is due to a persistent slippage problem. However, it is clear that the load stabilizes at a plateau at about 150 N. the test was interrupted after a short displacement within the plateau range due to pump failure, indicated in Fig. (2) by the level drop at the end of the plateau. Comparison of Fig. (1) and (2) show an increase in the plateau level at 50 °C, which is coherent with the results obtained by Hodgson (2000) for a Nickel Titanium alloy of an  $A_f = 5$  °C. In principle, the increase in the plateau load level is related to phase transformation. As the test temperature is increased, a higher load is required to elevate the  $M_s$  temperature., which implies that the formation of a plateau is effectively an *austenite* → *martensite* phase transformation. Therefore, in spite of the mentioned experimental problems, wire deformation at 50 °C and at 35 °C suggest a deeper analysis as to the nature of the plateau and the associated mechanisms and / or micro and substructure alterations.

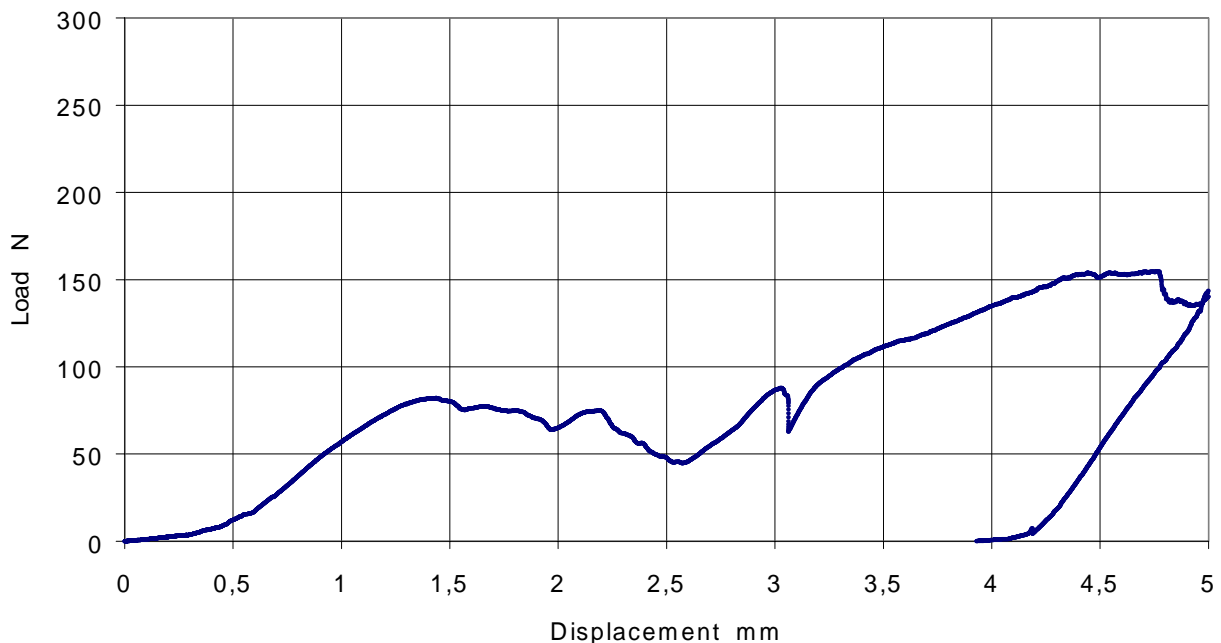


Figure 2. Wire Slippage and partial pump failure at 50 °C and 1 mm / min

In order to investigate possible effects of the above experimental problems, the wire was tested again at 50 °C, at 0.1 and 1.0 mm/min. Figure (3 ) shows the result at 0.1 mm/min. Judging from the extended plateau region, the wire integrity and characteristics were not affected by the previous test irregularities. Moreover, the result shows that, probably, the wire was deformed beyond the recovery limit, given that no recovery occurred during unloading. That is, the wire *apparently* acquired a permanent elongation of 3 mm after unloading. In order to check any remaining recovery capacity, the wire was loaded again at 50 °C and 1 mm/min, while limiting the displacement to 3.2 mm, Fig. (4). The result shows that the material recovers about 50 % of the unelastic deformation, at a plateau just before total unloading. It should be observed that the *apparent* permanent deformation acquired after the previous test at 50 °C was practically recovered on cooling down to room temperature. Since the material is austenitic at 50 °C, the recovery of a “*permanent*” deformation at that on cooling down the martensite region suggest a two-way memory capacity; shape memory both in the austenite and the martensite temperature ranges, which is feasible in shape memory alloys (Otsuka, 1986, 1999 ).

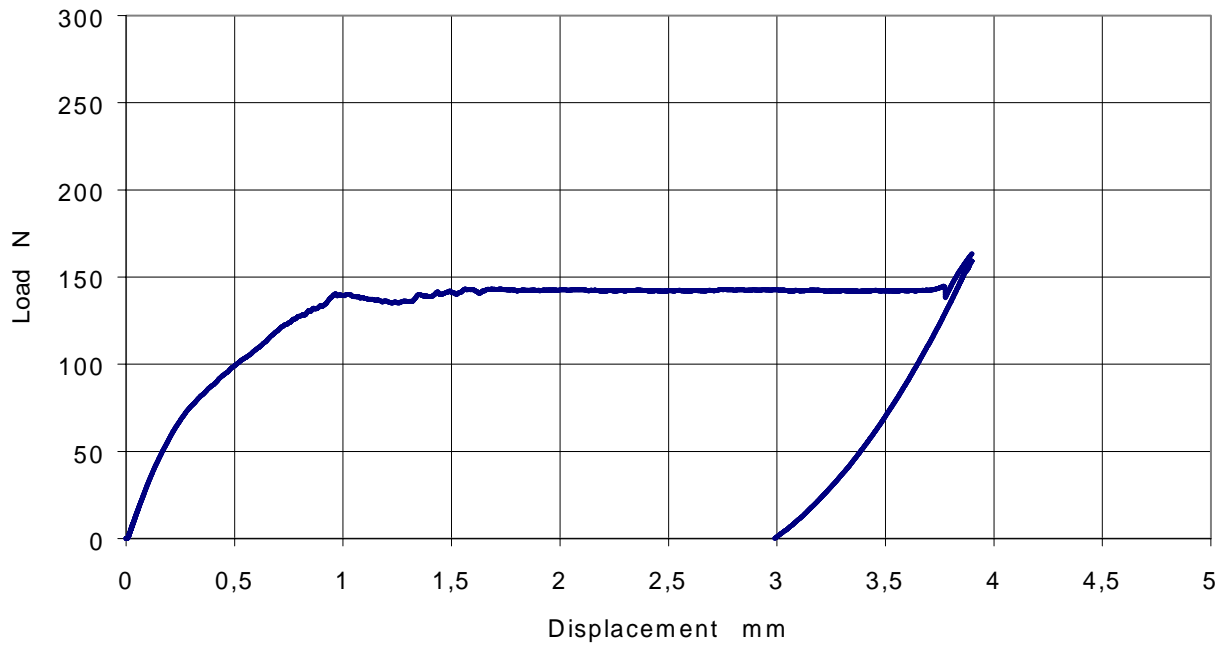


Figure 3. Second test at 50 °C and 0.1 mm / min

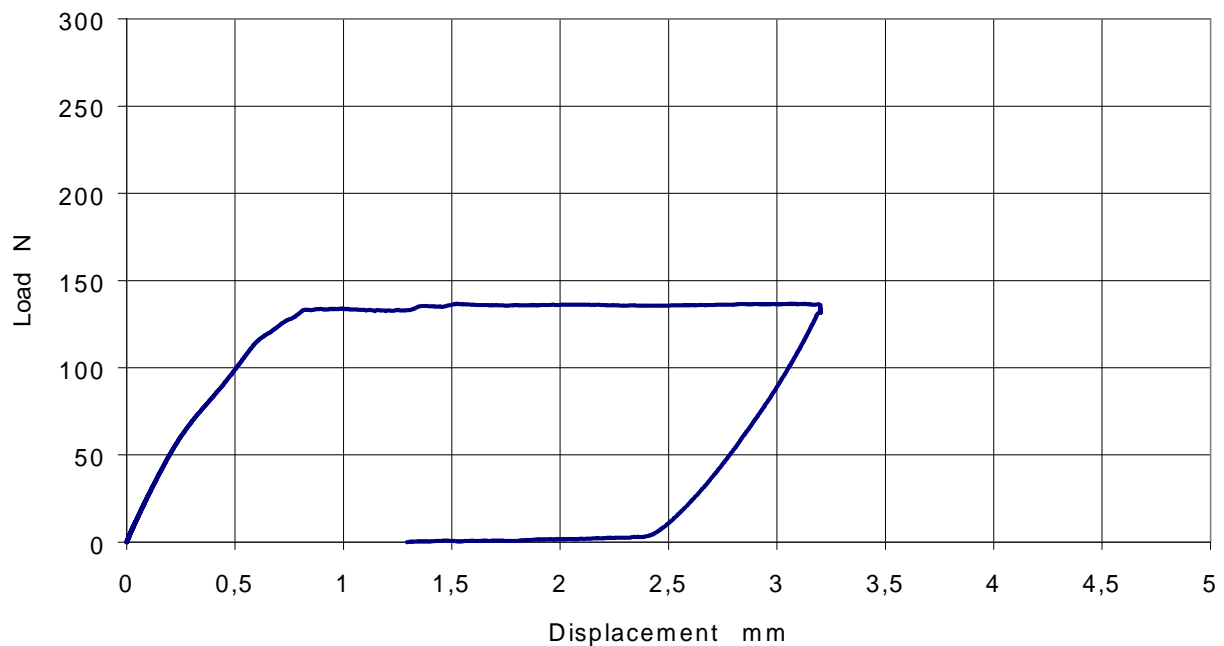


Figure 4. Third test at 50 °C and 1.0 mm / min

However, a comparison of the three tests results at 50 °C shows a progressive drop of the plateau level. This is probably attributed to a residual permanent deformation after cooling down to room temperature, at the end of each test. Therefore, the apparently permanent deformation in the austenite phase is recovered only partially after cooling down to room temperature. The progressive drop in the plateau level is also observed after repeating tests at 60 °C., Fig. (5) and (6), confirming the partial recovery hypothesis.

Figure (5) and (6) show a significant deformation recovery at 60 °C in comparison with the recorded recovery at 50 °C. At the higher temperature, the stability of the austenite phase is higher than its stability at 50 °C. Therefore, a bigger potential is developed on unloading and the recovery starts at higher lower plateau load levels. A drop in the lower plateau load level is observed during the second test at 60 °C, Fig. (6) may be attributed to an equally lower higher plateau load level. However, this behavior should be carefully analyzed since, following repeated cycling, the accumulated deformation might impose different requirement on the acting microstructure mechanisms and, consequently, the driving force necessary



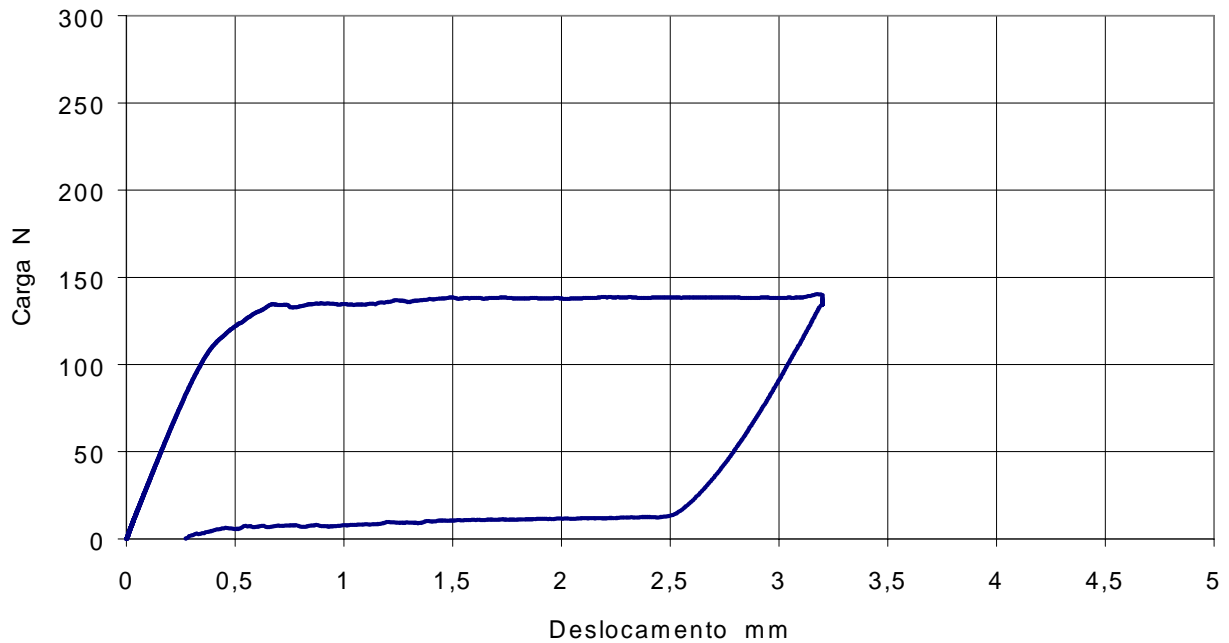


Figure 5. Load-displacement at 60 °C and 1.0 mm / min

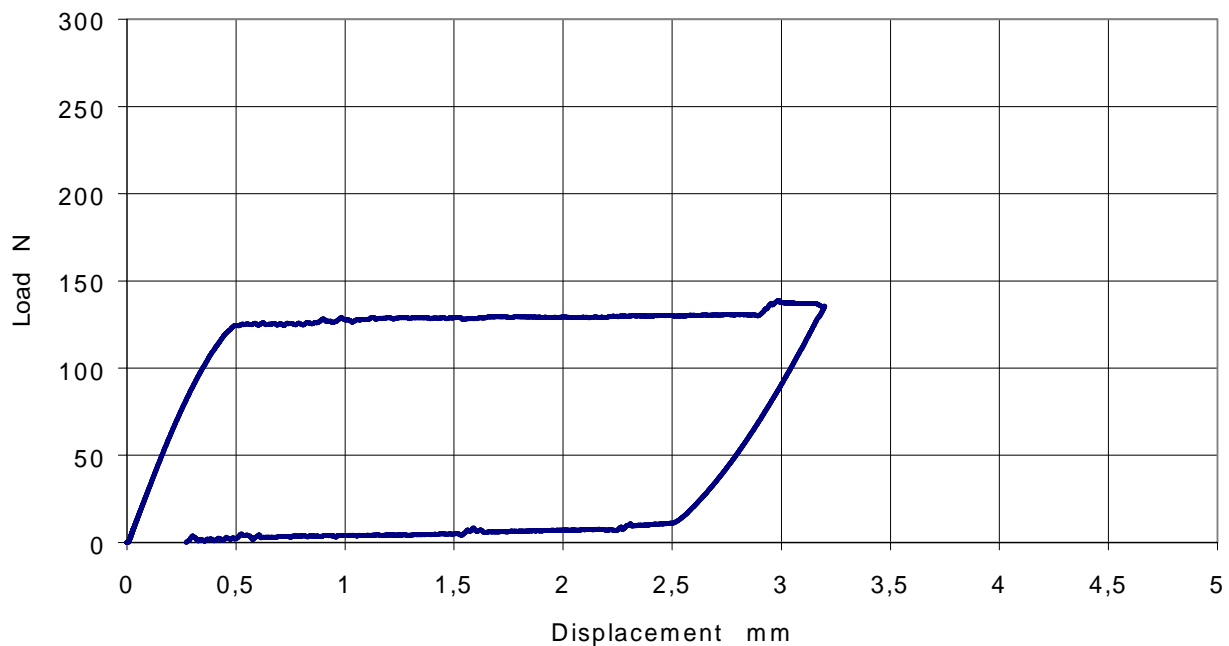


Figure 6. Load-displacement at 60 °C and 0.1 mm / min

for the reverse *martensite* → *austenite* transformation.

Figure (7) shows the response of the wire at 40 °C. At this temperature, the austenite stability is the lowest, being near to the transformation start temperature,  $A_s$ , and the driving force for the reverse transformation is limited. Therefore, a minimum recovery level is expected in comparison with the results at 50 and 60 °C. At the same time, an argument may be brought forward as to the limit of the recoverable deformation at a given test temperature. Given a martensitic transformation, the recoverable limit is directly proportional to the austenite stability. This hypothesis would satisfactorily explain the thermomechanical behavior of the wire at the temperatures where the matrix is at least partially austenitic. However, this theory is incomplete since it does not justify the isothermal response at 35 °C, where the material should be martensitic throughout the test and no plateau is expected to form, in contradiction to the result of Fig. (1).

The wire was next loaded at 35 °C in order to confirm the authenticity of the material response at that temperature. As shown in Fig. (8), wire elongation proceeds through a minimum, though well defined plateau, at the same load level as in



Figure 7. Loading at 40 °C and 1.0 mm / min

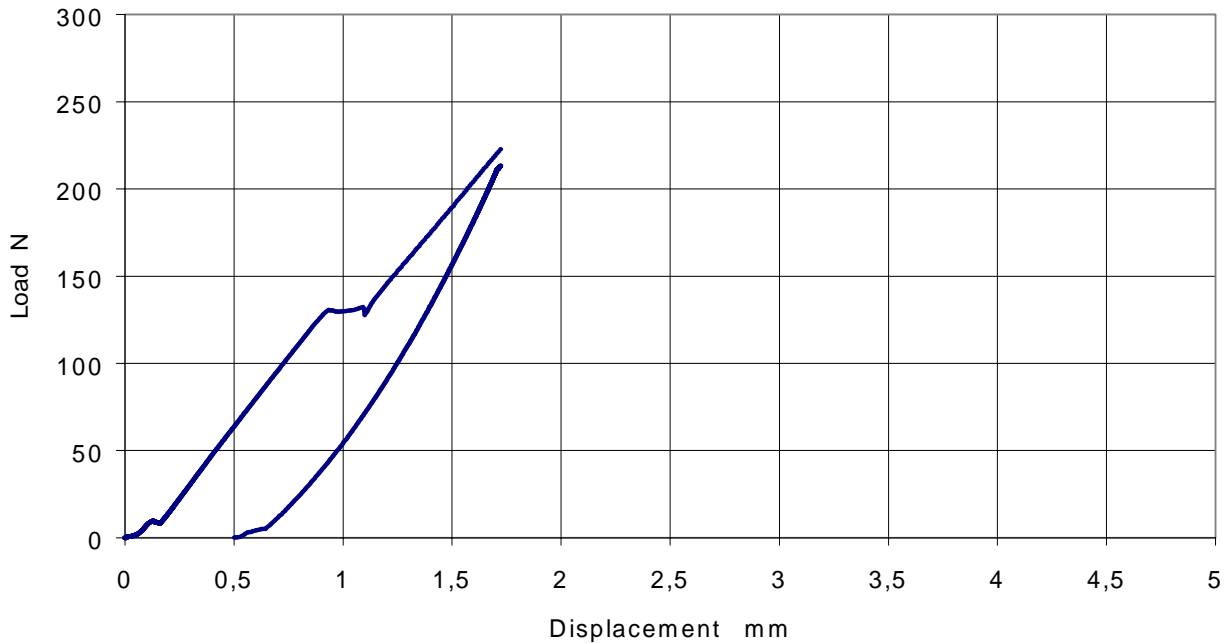


Figure 8. Reloading at 35 °C and 1.0 mm / min

Fig. (1). Although the nature of the plateau remains unclear for a material which, in principle, suffers no phase transformation during loading, as at 35 °C, the limited plateau may be attributed to the accumulated strain hardening after repeated cycling. A third test at 35 °C was interrupted after the load increased beyond a possible plateau level, Fig. (9). The absence of a load plateau in the later test suggested the strain recovery capacity of the material has been depleted.

The wire was next reloaded at 60 °C in a sequence of three tests at 0.1 mm/min. Figure (10) shows the first of the reloading sequences. In spite of wire slippage, a probable martensite transformation took place as indicated by the formation of an apparent load plateau, though at an unexpectedly low level. Also, the verification of the permanence or loss of the recovery capacity was not feasible due to wire Breakage. The following test, Fig. (11), shows minimum slippage and a plateau at an expectedly higher level. In fact, the apparent plateau, at 100 N, in Fig. (10) is probably a scale illusion due to wire slippage, though apparently characteristic of the material at that stage. To this effect, a similar characteristic is systematically observed at the 100 N level, in the subsequent tests, Fig. (11) and (12). The result of the second reload at 60 °C, Fig. (11) was also incomplete due to wire breakage. However, the *austenite* → *martensite* transformation is

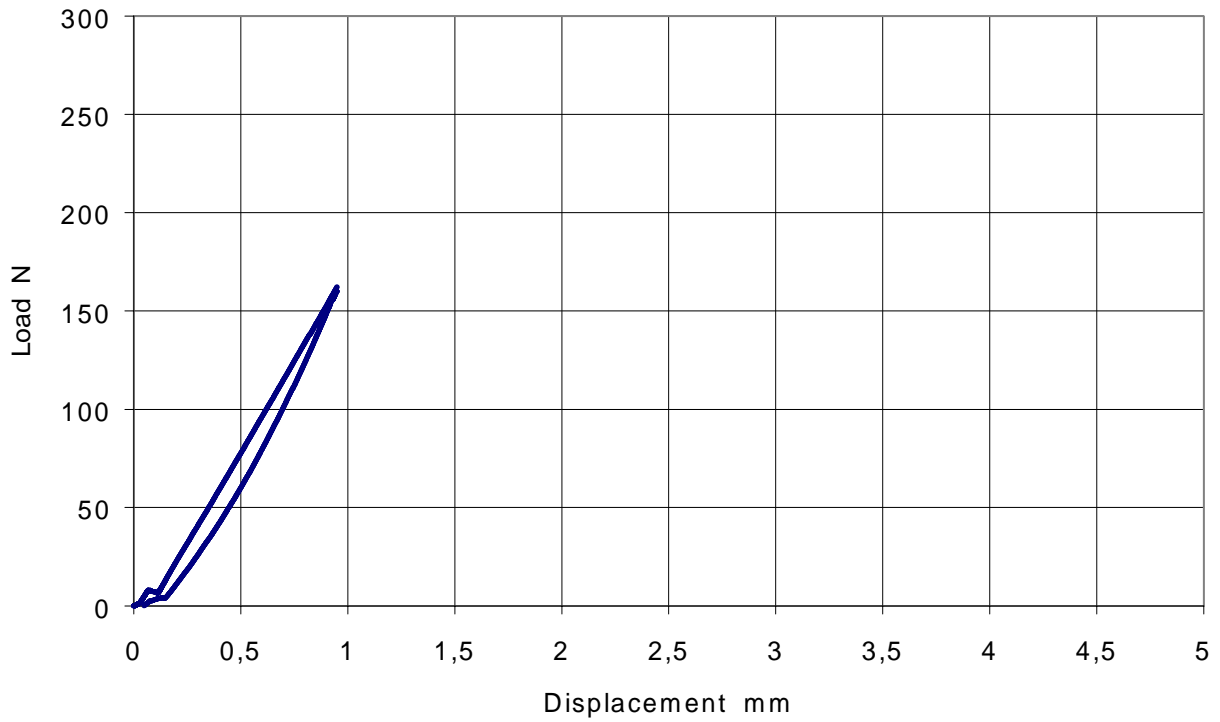


Figure 9. Reloading at 35 °C and 0.1 mm / min

Confirmed by the well defined plateau. The plateau level is confirmed by the result of the third reloading test, Fig. (12), which returns a plateau of the same trace. The higher plateau level at this stage of repeated cycling is probably a reflection of the material stain hardening, which also explains the observed reduction in the level of recoverable strain, < 3 mm as shown in Fig. (12). Moreover, unloading proceeds at an equally higher lower plateau level, following the upper plateau level hike.

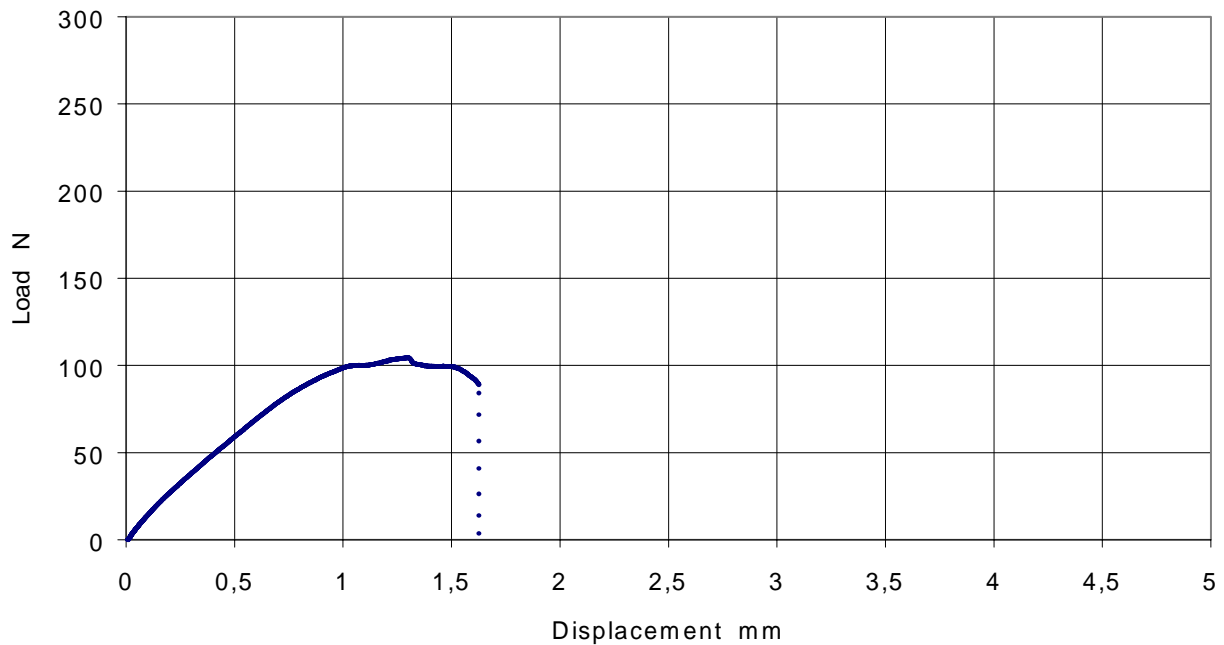


Figure 10. Reloading at 60 °C and 0.1 mm / min; wire slippage and grip-end fracture

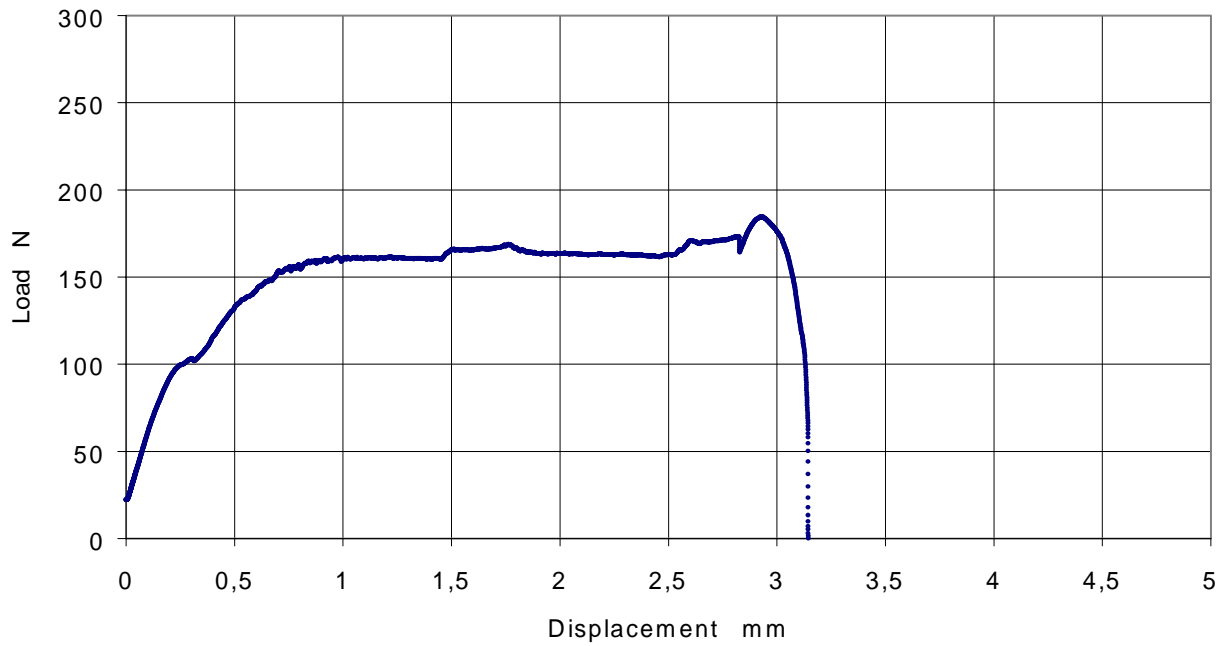


Figure 11. Second reloading at 60 °C and 0.1 mm / min; grip-end fracture

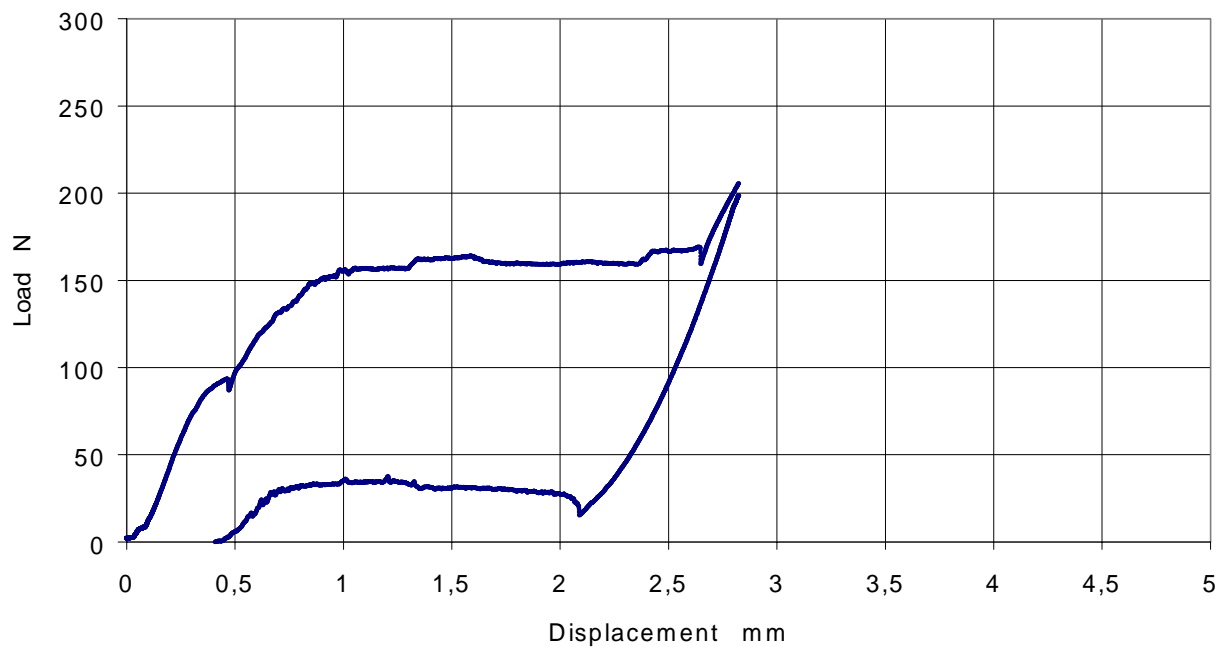


Figure 12. Third reloading at 60 °C and 0.1 mm / min; recovery at a lower limit

**4. Conclusions**

- Characterization of shape memory and the super-elastic capacity of NiTi memory elements is fundamental for the successful application of modern control elements and components in corrosive atmospheres, and other sophisticated applications in modern control systems
- The thermomechanical behavior of the wire elements showed to be coherent at temperatures at which the material matrix is at least partially austenitic.
- The formation of a load plateau at a temperature where the material remains martensitic was confirmed. This might be attributed to a specific phase transformation phenomenon. However, further studies including microstructure analysis should be made.
- This work represents the first step of the characterization of memory metals being carried out at IME, Rio de Janeiro.

## 5. References

- Dunne, D.P., 2000, "Functional Memory Metals", *Materials Forum*, vol. 24, pp. 95-108
- El-Sharawy, H.H. and Viana, C.S.C., 2001, "Thermomechanical and Microstructural Characteristics of a NiTi Wire", to be published
- Hodgson, D.E. and Brown, J.W., 2000, "Using Nickel Titanium Alloys", special publication of the Nickel Titanium Company, pp. 12-15
- Lieberman, D.S., Wechsler, M.S. and Read, T.A., 1955, "Cubic to Orthorhombic Diffusionless Phase Change – Experimental and Theoretical Studies of AuCd", *Journal of Applied Physics*, Vol. 26, 4, pp. 473-484.
- Otsuka, K. and Shimizu, K., 1986, "Two-Way Shape Memory", *International Metal Review*, Vol. 31, 3, pp. 93
- Otsuka, K. and Wayman, C.M., 1999, "Shape Memory Materials", Ed. Cambridge University Press, pp. 27-44.
- Saburi, T., 2000, Shape memory materials - *Materials Science Forum*, Vols. 327-328, pp. 55-78

## DESENVOLVIMENTO DE COMPONENTE CERÂMICO OBTIDO PELO PROCESSO DE MOLDAGEM POR INJEÇÃO A BAIXA PRESSÃO

**Maria Rosimar de Sousa**

CENTEC – Instituto Centro de Ensino Tecnológico – Unidade Descentralizada de Limoeiro do Norte – CE, Rua Estevão Remígio, 1145 – Centro – Limoeiro do Norte/CE, CEP 62930-000.

[rosimar.sousa@bol.com.br](mailto:rosimar.sousa@bol.com.br)

**Wilson Acchar**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Centro de Ciências Exatas e da Terra – Departamento de Física – Campus Universitário – Lagoa Nova – Natal/RN – CEP 59.076-400

[acchar@dfte.ufrn.br](mailto:acchar@dfte.ufrn.br)

Ricardo E. F. Q. Nogueira

Universidade Federal do Ceará – Centro de Tecnologia - Departamento de Engenharia Mecânica – Campus do Pici.

**Resumo.** Este trabalho tem como objetivo descrever o processo de moldagem cerâmica por injeção a baixa pressão aplicado na fabricação de um componente cerâmico (guia-fio) utilizado na indústria têxtil. Os materiais utilizados (pó cerâmico e veículo orgânico) são de fácil obtenção no mercado nacional. Foi elaborado e desenvolvido um veículo orgânico regional de baixa viscosidade à base de cera de carnaúba, compatível com a injeção de pós cerâmicos. Ensaios viscosimétricos foram utilizados para otimizar as proporções dos diferentes componentes do veículo orgânico e a temperatura adequada para injeção da massa a baixas pressões (0,5 MPa). Foi projetado e construído um molde simples de duas cavidades em aço baixo carbono para injeção do guia-fio. As peças injetadas foram testadas quanto à homogeneidade da mistura. A remoção do veículo orgânico foi realizada por degradação térmica em forno controlado e as rampas utilizadas para a programação foram determinadas por meio de ensaios termogravimétricos. Finalmente, as peças foram sinterizadas e caracterizadas física e mecanicamente. Os resultados mostram que o veículo orgânico é compatível para o processo. As peças sinterizadas apresentaram uma densificação de 93% da densidade teórica e dureza média comparável à literatura. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelou uma microestrutura homogênea. Todos esses resultados indicam que o processo de injeção a baixa pressão é compatível para fabricação de guia-fios cerâmicos para a indústria têxtil.

**Palavras-chave:** moldagem, cerâmica, injeção, baixa pressão, veículo orgânico.

### 1. Introdução

Nos últimos anos tem havido um crescente interesse em materiais cerâmicos, devido à abundância de suas matérias-primas e as propriedades específicas que podem apresentar. O processo de moldagem cerâmica por injeção é uma técnica de fabricação que permite a confecção automatizada de peças cerâmicas de pequenas dimensões e formas extremamente complexas (Nogueira et al, 1993; Nogueira et al, 1994), com densidade muito próximas da teórica, com pouca ou nenhuma operação secundária (Batalha, 1991). A técnica de moldagem é aplicável a pós metálicos e pós cerâmicos que, combinados com uma mistura com determinada viscosidade, podem ser moldados (German, 1997).

O presente trabalho tem por objetivo principal estudar as etapas do processo de moldagem por injeção a baixa pressão, nas proporções de 80%  $Al_2O_3$  e 20% de veículo orgânico em peso, a fim de avaliar uma matéria-prima regional, a cera de carnaúba, como adequada e competitiva para utilização na moldagem de peças cerâmicas. A seleção da melhor proporção do veículo orgânico é obtida através de ensaios de viscosidade e análises térmicas são realizadas para elaborar a curva de remoção do veículo orgânico. As caracterizações físicas e mecânicas das peças fabricadas são realizadas por meio de ensaios de densidade, porosidade, contração linear, dureza e tenacidade à fratura.

### 2. Processo de moldagem cerâmica por injeção (MCI)

O processo básico da MCI de misturar pós cerâmicos sob estado plástico, surgiu no final do século XIX e se desenvolveu como o principal processo de conformação da indústria de plásticos (Mangels e Trela, 1984). A MCI foi usada pela primeira vez como um processo de fabricação de cerâmicas no final dos anos 20, na produção de velas de ignição para automóveis (Schwartzwalder, 1949). Como não havia uma tecnologia capaz de superar os problemas técnicos desse processo, os fabricantes de velas de ignição optaram por outros processos alternativos como a prensagem isostática (Edirisinghe e Evans, 1987). Desta forma, tornou-se viável a confecção de peças complexas com esses materiais em escala industrial. A potencialidade do processo de MCI em produzir peças complexas com pouca ou nenhuma necessidade de acabamento, chamou a atenção de várias indústrias no início da década de 80 (Mangels, 1983).

## 2.1. Etapas e parâmetros

O processo de moldagem de injeção cerâmica pode ser dividido em cinco etapas distintas e cada uma delas precisa ser desenvolvida de modo que a introdução de defeitos seja inibida ( Zhang et all, 1989):

- a) Seleção de Material ( Pó e Veículo Orgânico);
- b) mistura;
- c) injeção;
- d) remoção do Veículo Orgânico;
- e) sinterização.

A mistura a ser utilizada na MCI tem de preencher algumas condições básicas, como propiciar uniformidade de dispersão e promover um fluxo mais satisfatório, favorecendo desta forma a uma uniformidade de enchimento do molde. Geralmente, os veículos orgânicos são constituídos por compostos orgânicos poliméricos de baixo peso molecular (alto índice de fluidez) e são os preferidos por se adequarem mais ao critério de baixa viscosidade. As características de fluência da mistura, sua molhabilidade subsequente e a qualidade da peça final dependem da homogeneidade da mistura (Mutsuddy, 1995). A etapa de moldagem é feita com equipamentos essencialmente iguais aos usados em moldagem de plástico (Batalha, 1991). Antes de proceder a sinterização, o veículo orgânico tem que ser removido. É uma etapa crítica no processo da moldagem cerâmica por injeção, pois pode ocorrer o surgimento de defeitos causados por tensões internas, evolução de gases e torção. Por último, temos a etapa de sinterização que propicia a difusão dos átomos para os vazios deixados pela saída do veículo orgânico, promovendo a retração e a densificação da peça. A qualidade final da peça produzida é função de todas as etapas, ou seja, defeitos criados em etapas intermediárias podem não ser corrigidos em posteriores.

## 3. Metodologia

O fluxograma apresentado na Fig. (1) descreve sucintamente as etapas desenvolvidas no processo. A alumina é do tipo A-2011SG com as seguintes características físicas: tamanho médio de partículas de 2,6  $\mu\text{m}$ ; área superficial específica de 1,4  $\text{m}^2/\text{g}$  e densidade sinterizada 3,96  $\text{g}/\text{cm}^3$ . O veículo orgânico é composto de cera de carnaúba do tipo 1, polietileno de baixa densidade (HI-865 ) e ácido esteárico com peso molecular de 284,49.

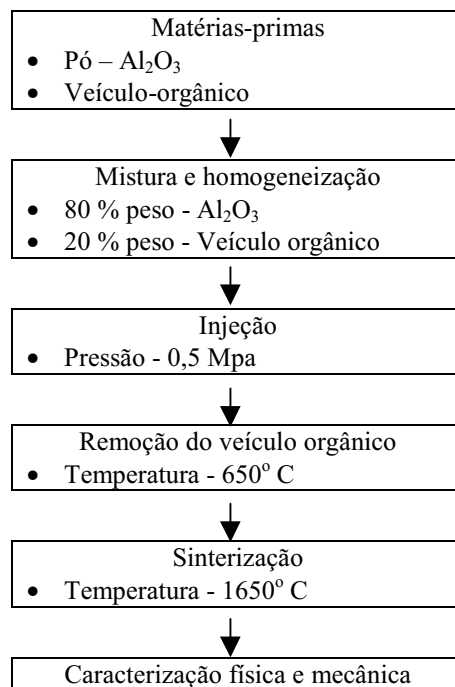


Figura 1. Esquema do procedimento experimental.

## 4. Resultados e discussões

### 4.1. Matéria-prima

A alumina utilizada possuía as características consideradas ideais para o processamento de cerâmica moldada por injeção, definidas pelo próprio fabricante. A cera de carnaúba foi utilizada no sistema como componente majoritário. O polietileno no sistema de componentes foi usado como plastificante. O ácido esteárico, que é caracterizado por melhorar o molhamento entre o pó e o veículo orgânico e reduzir a viscosidade da mistura, foi utilizado como componente surfactante. Foram utilizados três composições diferentes da mistura: A (94%, 5%, 1%), B (92%, 7%, 1%) e C (98%, 8%, 1%), em volume, sendo, respectivamente, cera de carnaúba, polietileno e ácido esteárico. Desta forma, a solução de compromisso adotada foi um veículo orgânico com 94% de cera de carnaúba, 5% de polietileno e 1% de ácido esteárico, conforme mostrada na Fig. (2).

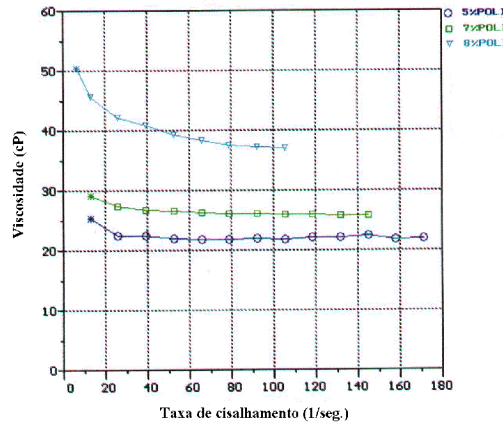


Figura 2. Viscosidade X taxa de cisalhamento do veículo orgânico.

### 4.2. Mistura

A obtenção das misturas pó-veículo orgânico para alimentação do processo de moldagem a baixa pressão, foi realizado em extrusora. Os estudos de análise termogravimétrica e ensaios de viscosidade foram realizados nas misturas usando as composições de 80% em pó de alumina e 20% de veículo orgânico em peso, com proporções variadas dos componentes cera de carnaúba, polietileno e ácido esteárico. Pode-se observar que as perdas de massas para as composições A, B e C são praticamente iguais como mostrado na Tab. (1). Todos apresentaram aproximadamente o mesmo percentual de perda máxima de massa com a temperatura. Pode-se concluir, assim, que nas três misturas A, B e C, a saída do veículo orgânico ocorreu na mesma faixa de temperatura.

Tabela 1 . Percentual de perda de massa das misturas.

	Mistura (A)	Mistura (B)	Mistura (C)
Perda de Massa (%)	20,195	19,715	20,073

O gráfico da Fig. (3) apresenta a viscosidade das misturas em função da taxa de cisalhamento aplicada. Todas as curvas foram obtidas a uma temperatura de 140°C e com uma composição de 80% de alumina e 20% de veículo orgânico utilizada nas seguintes proporções: curva com marcação circular (-O-) 94% de cera de carnaúba, 5% de polietileno e 1% de ácido esteárico; curva com marcação quadrada (- -) 92% de cera de carnaúba, 7% de polietileno e 1% de ácido esteárico; curva com marcação triangular (-∇-) 91% de cera de carnaúba, 8% de polietileno e 1% de ácido esteárico.



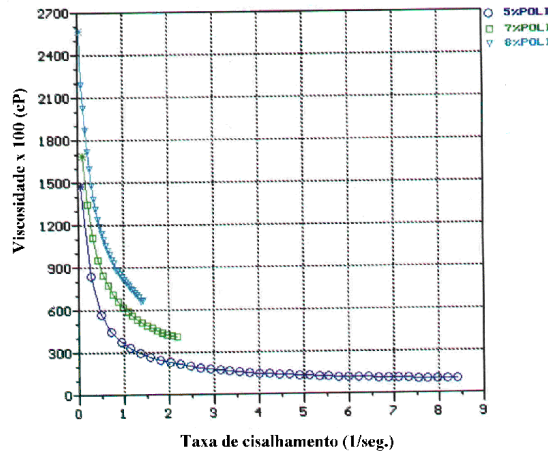


Figura 3. Viscosidade X Taxa de cisalhamento das misturas A, B e C.

### 4.3. Injeção

As misturas foram injetadas a temperatura de 140<sup>0</sup>C, e o ciclo de moldagem teve duração em torno de 18 segundos, tempo considerado ótimo em relação ao previsto em trabalhos que o estimam em 1 minuto (Fortulan, 1994).

### 4.4. Remoção do veículo orgânico

A remoção do veículo orgânico foi obtido pelo processo térmico. Um dos maiores problemas encontrados na extração do veículo orgânico foi o tempo relativamente longo. A rampa de temperatura usada é apresentada na Fig. (4).

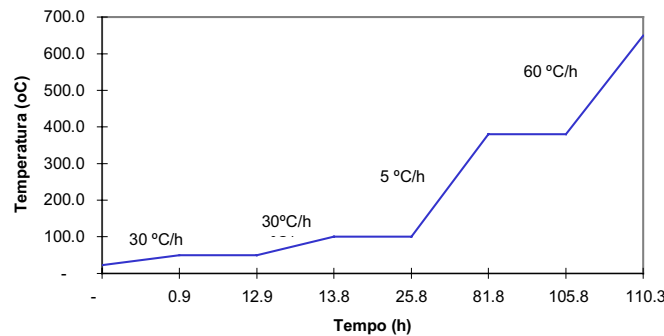


Figura 4. Curva de temperatura X tempo utilizado para remoção do veículo orgânico.

### 4.5. Sinterização

A Figura (5) apresenta os guia-fios cerâmicos após a sinterização em temperatura de 1650<sup>0</sup>C. Estes apresentaram bom aspecto físico, sem rachaduras e com uma densificação de 93% da densidade teórica, o que evidência a viabilidade do processo de moldagem a baixa pressão, pois a sinterização da alumina ocorreu ao ar sem o auxílio de aditivos.



Figura 5. Guia-fios sinterizados a 1650<sup>0</sup>C.

**5. Caracterizações físicas e mecânicas**

**5.1. Variação de massa**

A Tabela (2) mostra a variação de massa das peças, no processo de moldagem por injeção a baixa pressão, nas etapas de remoção e de sinterização.

Tabela 2. Variação de massa das peças.

Variação de massa	$\Delta m/m_0$ (%)
Remoção do V.O.	Fase de sinterização
19,39 ± 0,01	3,26 ± 0,06

Percebe-se que a perda de massa é normalmente observada na etapa de remoção do veículo orgânico onde o volume de massa removida é bem maior do que na sinterização. A análise feita por termogravimetria de cada componente e da mistura, teve como objetivo verificar o comportamento da perda de massa do veículo orgânico e das misturas com a temperatura.

**5.2. Retração linear**

A Tabela (3) apresenta os valores de retração linear das peças durante as etapas de injeção e sinterização.

Tabela 3. Valores de retração linear.

Retração linear média $\Delta L/L_0$ (%)	
Fase de injeção	Fase de sinterização
2,24	14,65

**5.3. Densidade e porosidade**

A Tabela (4) mostra os valores para a densidade e porosidade das amostras sinterizadas, em função do tempo de sinterização. Os resultados mostraram densidade média de 3,798 g/cm<sup>3</sup>. A porosidade dos corpos de prova apresentada (7,09%), demonstrou ser um valor elevado para uma peça cerâmica de alumina, atribuído ao fato da quantidade de veículo orgânico ser elevado e ao tamanho do grão do pó utilizado. Para alcançar uma porosidade desejável pode-se diminuir a quantidade de veículo orgânico ou utilizar uma alumina mais reativa com maior área superficial específica, ou utilizar aditivos como o SiO<sub>2</sub> e TiO<sub>2</sub> que tendem a densificar a alumina em temperaturas inferiores a 1650<sup>o</sup>C.

Tabela 4. Valor da densidade média e porosidade do guia-fio sinterizado a 1650<sup>o</sup>C.

Tempo (h)	Densidade Média (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade (%)
2	3,679 ± 0,060	7,09 ± 0,02

**5.4. Microestrutura do sinterizado**

A Figura (6) mostra a micrografia eletrônica de varredura das amostras polidas e atacadas termicamente, que apresentam porosidade elevada, gerando uma má densificação do corpo.

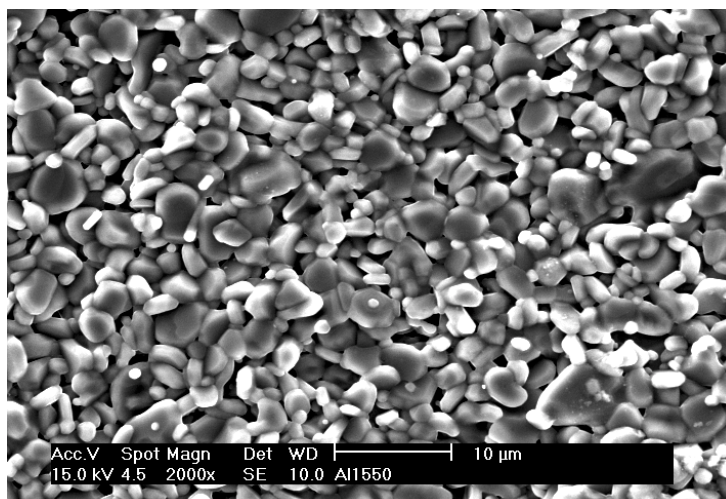


Figura 6. Al-2011SG - ataque térmico a 1550<sup>o</sup>C - 1h - Tamanho do grão 2,05μm.

As medidas de tamanho de grão realizadas apresentam tamanho médio de 2,05μm, verificando-se uma pequena variação nas dimensões. A porosidade excessiva da alumina verificada em nosso trabalho é produzida na etapa de remoção do veículo orgânico. Uma vez as cerâmicas solicitadas mecanicamente, estes vazios passam a ser origens de fratura.

### 5.5. Dureza e tenacidade à fratura

Os valores de dureza superficial e tenacidade à fratura, apresentados na Tab. (5), foram obtidos utilizando-se a técnica de impressão Vickers através de ensaios de 5 amostras, sendo realizadas 6 impressões em cada uma delas. O método da tenacidade à fratura é a indentação, bastante utilizada em materiais cerâmicos (Evans, 1976).

Tabela 5. Valores de dureza e tenacidade à fratura para a alumina.

Dureza Vickers (HV)	Tenacidade à Fratura $K_c$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )
Dureza Média (HV) Obtida	Tenacidade à fratura $K_c$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )
1519 ± 133	2,22 ± 0,33

A dureza média obtida foi de 1519 kg/mm<sup>2</sup> e desvio-padrão de 133, valores compatíveis com os obtidos por Nogueira (1992) utilizando a alumina A152-SG pelo mesmo processo, e compatíveis com (Fanelli, 1989; Nogueira, 1992), obtidos pelo processo de moldagem de injeção e usando alumina A16-SG.

Verificou-se que valor da tenacidade à fratura média  $K_c$  de 2,22 MPa.m<sup>1/2</sup> (desvio padrão de 0,333), obtido no trabalho, é inferior aos obtidos por Acchar (1986) e Nogueira (1992). Isto se deve principalmente à porosidade excessiva de 7,09% das amostras injetadas.

## 6. Conclusões

A utilização de matérias-primas nacionais para o processo de injeção de cerâmicas a baixa pressão foi demonstrada ser viável tecnicamente.

O desenvolvimento de veículo orgânico a base de cera de carnaúba evidenciou um grande potencial como componente majoritário em aplicações no processo de moldagem cerâmica a baixa pressão.

O processo de moldagem por injeção cerâmica a baixa pressão tornou-se mais viável por permitir características, como versatilidade de instalação da máquina e utilização de molde relativamente baratos, em relação ao processo de alta pressão.

As amostras foram moldadas sob uma pressão de 0,5 MPa e após o programa de remoção do veículo orgânico cuidadosamente controlado, foram sinterizadas e alcançaram um volume de densificação de 93% da densidade teórica.

O estudo de moldagem por injeção a baixa pressão para fabricação de guia-fios cerâmicos apresentaram peças com propriedades comparáveis com aquelas obtidas pelo processo de moldagem por injeção a alta pressão. Nessas investigações as amostras apresentaram dureza (Hv-20) de 1519 kg/mm<sup>2</sup> e tensão de fratura de 2,19 MPa.m<sup>1/2</sup>.

## 7. Referências

- Acchar, W. , Costa, C. R. C., Madruga, T. P., 1986, “Estudo da Influência da Pre-trinca no valor de Tenacidade à Fratura de Alumina Sinterizada de Alta Pureza”, *Cerâmica*, Vol. 32, No. 197, pp. 105-108.
- Alcoa Alumínio S/A, 1994, “Calcined Alumina APC-2011”, São Paulo. /folder/.
- Batalha, G. F., 1991, “Conformação de Peças Metálicas pela Moldagem de Pós por Injeção (MPI) - Técnica e Potencialidade”, COMPO-ABM, São Paulo, pp. 78-92.
- Dantas, T. N. C., 1993, “Alternativas Tecnológicas para Cera de Carnaúba”, Natal, CCE/CT.
- Edirisinghe, M. J. and Evans J. R. G., 1987, “Rheology of Ceramic Injection Moulding Formulations”, *British Ceramic Transactions Journal*, Vol. 86, pp. 18-22.
- Evans, A. G. and Charles, E. A., 1976, “Fracture Toughness Determinations by Indentation”, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 59, No.7-8, pp. 371-372.
- Fanelli, J. A., et all, 1989, “New Aqueous Injection Molding Process for Ceramic Powders”, *J. Am. Ceramic Soc.*, Vol. 72, pp. 1833-1836.
- German, R. M. and Bose, A., 1997, “Injection Moulding of Metals and Ceramics”, MPIF, New Jersey, USA.
- Kingery, W. D. et all, 1976, “Introduction To Ceramics”, Second Edition, New York, John Willey & Sons, pp. 490-497.
- Mangels, J. A., 1994, “Low-Pressure Injection Molding”, *Caradyne Inc*, Vol. 73(5), pp. 37-42.
- Mutsuddy, B. C. and Ford, R. G., 1995, “Ceramic Injection Molding”, Ed. Chapman & Hall, London, U.K., pp. 7-245.
- Nogueira, R.E.F.Q., 1992, “Processing and Properties of Moulded Alumina Bodies”, Londres, 192p. Tese (Doutorado) - Brunel University.
- Nogueira, R. E. F. Q., 1993, “Potencialidade e Particularidade do Processo de Moldagem de Pós Cerâmicos por Injeção”, Congresso Brasileiro De Engenharia Mecânica, ABCM, Brasília, Vol. 1.
- Nogueira, R. E. F. Q. et all, 1994, “Contribuição para o Estudo do Desgaste de Cerâmicas Injetadas a Base de Alumina”, Anais do III Seminário Brasileiro de Materiais Resistentes ao Desgaste, ABM, Fortaleza, Ceará, pp.81-92.
- Schwartzwalder, K., 1949, “Injection Molding of Ceramic Materials”, *Amer. Ceram. Soc. Bull.*, Vol. 28, pp.459.
- Zhang, J. G., Edirisinghe, J. and Evans, J. R. G., 1989, “A Catalogue of Ceramic Injection Moulding Defects and Their Causes”, *Industrial Ceramics*, Vol. 9, No.2, pp.72-82.

## DEVELOPMENT OF A CERAMIC COMPONENT OBTAINED BY LOW-PRESSURE INJECTION MOULDING PROCESS

### Maria Rosimar de Sousa

CENTEC – Instituto Centro de Ensino Tecnológico – Unidade Descentralizada de Limoeiro do Norte – CE, Rua Estevão Remígio, 1145 – Centro – Limoeiro do Norte/CE, CEP 62930-000.

[rosimar.sousa@bol.com.br](mailto:rosimar.sousa@bol.com.br)

### Wilson Acchar

Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Centro de Ciências Exatas e da Terra – Departamento de Física – Campus Universitário – Lagoa Nova – Natal/RN – CEP

Ricardo E. F. Q. Nogueira

Universidade Federal do Ceará \_ Centro de Tecnologia – Departamento de Engenharia Mecânica.

**Abstract.** This work has as purpose to describe the low-pressure ceramic injection-moulding process applied to the fabrication of a ceramic component (thread-guide) used in the textile industry. The material used (ceramic powder and organic vehicle) are of easy obtainment in the national market. It was organized and developed a regional organic vehicle of low viscosity based on carnauba wax, compatible with the ceramic powder injection. Analysis of viscosity was used to optimize the proportions of different components of organic vehicle and the adequate temperature for low pressure mass injection (0,5 MPa). It was designed and assembled a simple mould of two cavities in low carbon steel for injection of thread-guide. The pieces injected were tested as much as homogeneity of the mixture. The removal of the organic vehicle was carried out by thermal degradation in furnace, the ramps utilized for programming were determined by means of thermogravimetric analysis. Finally, the pieces were sintered and characterized physically and mechanically. The results show that the organic vehicle is compatible to the process. The sintered bodies showed densification 93 % of theoretical density, medium hardness compared with the literature. The scanning electronic microscopy (SEM) revealed a homogeneous microstructure. All these results indicated that the low-pressure injection process may be successfully used for fabrication of ceramic thread-guide for textile industry.

**Keywords.** Moulding, ceramic, injection, low-pressure, organic vehicle

## ALUMINIUM MATRIX COMPOSITES PRODUCED BY CENTRIFUGAL CASTING: MICROSTRUCTURAL ASPECTS

### L. A. Rocha

Universidade do Minho, Departamento de Engenharia Mecânica  
Campus de Azurém  
4800-058 Guimarães  
PORTUGAL  
lrocha@dem.uminho.pt

### P. D. Sequeira

Universidade do Minho, Departamento de Engenharia Mecânica  
Campus de Azurém  
4800-058 Guimarães  
PORTUGAL  
pdavid.15163@engmateriais.eng.uminho.pt

### A. Velhinho

CENIMAT – Centro de Investigação em Materiais  
Faculdade de Ciências e Tecnologia  
Universidade Nova de Lisboa  
2825-114 Campus de Caparica  
PORTUGAL  
ajv@mail.fct.unl..pt

### C. M. Sá

CEMUP – Centro de Materiais da Universidade do Porto,  
R. Campo Alegre, 823  
4150-180 Porto  
PORTUGAL  
cmsa@cemup.up.pt

**Abstract:** *Al-Si metal matrix composites (MMC's) selectively reinforced at the surface with SiC particles may be considered as advanced materials, aimed to be used in the automotive industry in components requiring high wear resistance, high bulk tenacity or even a thermal barrier at the surface.*

*Casting under a centrifugal force is one of the most effective methods for processing SiC reinforced Al-based functionally graded materials (FGM's). However, accurate control of the ceramic particles distribution in the metallic matrix has not yet been totally attained, impairing industrial application of these materials. A clear understanding of the mechanisms leading to ceramic particles distribution after centrifugal casting is still needed.*

*In this work, preliminary results concerning the influence of centrifugal casting parameters, namely rotational angular velocity/centrifugal acceleration, on the structure and properties of Al-Si/SiC<sub>p</sub> FGM's are presented and discussed. Furthermore, a correlation between the longitudinal hardness profile and microstructural parameters, namely SiC particle distribution, is established. Results suggest that ceramic particle distribution is dictated by a delicate balance between the cooling rate of the cast materials and the differential velocity imposed to the particles by the centrifugal casting conditions.*

**Keywords:** *Metal matrix composites, Functionally graded materials, Al-SiC composites, Centrifugal casting, Quantitative image analysis*

### 1. Introduction

The interest of the automotive industry in producing cast engine blocks and other automobile components – cylinder liners, pistons and valves, among other examples – using aluminium based metal matrix composites (MMC's) constitutes a prime motivation for research to be performed in this area. Potential benefits of MMC's over conventional iron-based alloys are related with important weight savings of the components, together with the attractive tribological properties of the MMC's surface. However, some properties of conventional MMC's such as a low to moderate tenacity, may be disadvantageous for some applications, where it would be desirable to combine high wear resistance with high bulk tenacity, in order to allow the component to absorb impact loads (Jolly, 1990). The fulfilment of these contradictory requirements requires a novel approach to material design. Functionally graded Al-Si composites selectively reinforced at the surface by SiC particles are a promising response to this problem.

Casting under a centrifugal force is one of the most effective methods for processing SiC reinforced Al-based functionally graded materials (FGM's). However, accurate control of the distribution of the particles and of the mechanisms leading to their distribution is not well understood (Watanabe et al, 1998). As a consequence, manufacturing feasibility and/or reliability have partially impaired the industrial application of these materials.

Several parameters in centrifugal casting have been identified which have an influence in the FGM's characteristics, namely atmosphere in the neighbourhood of the melt, melt pouring temperature, mould temperature,

thermal gradient across the mould, solidification rate, centrifugal force and pouring rate (Kang and Rohatgi, 1996; Mamoru et al, 1997; Watanabe et al, 1998; Rocha et al, 2000). These parameters will have influence on several phenomena that will occur when the liquid melt containing solid particles solidifies in the mould: interaction and/or chemical reactions between the solidification front and the moving particles (phenomena occurring in opposite directions), the rate of variation of the viscosity of the liquid during solidification, possible interactions between particles and the liquid, or the initial position of the particles in the mould, before starting their movement in the liquid, are, perhaps, the most important (Watanabe et al, 1998; Lajoie and Suéry, 1988). The balance established between all these phenomena will dictate the outcome in terms of particle distribution, overall microstructure and mechanical properties of the FGM.

In this work, preliminary results concerning the influence of centrifugal casting dynamic parameters, namely rotational angular velocity/centrifugal acceleration, on the structure and properties of Al-Si/SiCp FGM's are presented and discussed. Furthermore, the possibility to correlate the information obtained from a longitudinal hardness profile and some microstructural parameters, particularly the SiC particle spatial distribution and the gradient in the volume fraction of particles along the cast material, is examined.

## 2. Experimental Techniques

### 2.1. Material

Starting point to all experiments consisted of material cut from a *Duralcan*<sup>TM</sup> F3S-20S ingot. F3S-20S is a SiC-reinforced aluminium matrix composite, produced by Alcan Aluminum Ltd., USA, appropriate for general purpose gravity castings. Table 1 summarizes the most relevant characteristics of this material.

Table 1. General characteristics of *Duralcan*<sup>TM</sup> F3S-20S composites (Alcan Aluminum, 1990).

Nominal chemical composition (wt%)	8.5-9.5% Si; 0.45-0.65% Mg; 0.2% Ti; 0.2% Fe (max); 0.2% Cu (max)
Density (g.cm <sup>-3</sup> )	2.77
Ultimate strength (MPa)	221 - 359
Yield Strength (MPa)	165 - 338
Elongation (%)	2.8 - 0.4
Elastic Modulus (GPa)	98.6
Hardness (HRB)	73
<i>Solidus / Liquidus</i> Temperatures (°C)	568 / 609

### 2.2. Centrifugal casting apparatus

In order to produce the FGM samples, amounts of F3S-20S composite (*circa* 0,200 kg in each experiment) were melted and centrifuged using a *Titancast 700 µP Vac* furnace, from *Linn High Therm*, Germany.

The material is inserted into an alumina crucible being then heated in a vacuum chamber (vacuum pressure:  $P < 0,3$  Pa) by an induction heating system. The melt temperature is monitored by a K-type thermocouple, which is channelled through a closed-end alumina tube. This thermocouple provides the input signal to a Shimaden FP-21 temperature controller.

Apart from the vertically mounted crucible, the vacuum chamber also contains a graphite mould placed horizontally. The vacuum chamber itself is positioned in the extremity of a rotating arm, which moves around a vertical axis.

When the melt reaches the desired temperature, the induction coil is lowered and a torque corresponding to a pre-selected program is applied to the rotating arm, thus imposing the desired acceleration ( $\gamma$ ) pattern to the ensemble. The resulting angular velocity ( $\omega$ ) is measured by a system working with eddy-currents induced in a detector by a magnet fixed in the rotating arm.

During rotation, which lasts for 90 s, the melt is forced from the crucible, and is conducted through a pouring hole into the mould, where it will cool down and solidify.

The furnace layout is represented in the scheme of Fig. 1.

The samples produced are cylindrical in shape, with 40 cm both in length and diameter.

The lay-out of the furnace differentiates the FGM's produced in this work from those obtained with the most common geometry for centrifugal casting furnaces, in which the melt is centrally poured into a mould revolving around a concentric axis (Watanabe et al., 1998). This results in the reinforcement particles being radially segregated, as opposed to the longitudinal segregation in the samples studied in this work.

In this work, pouring temperature (850 °C) and mould temperature (20 °C) were kept constant, centrifugal conditions being the only variable being investigated.

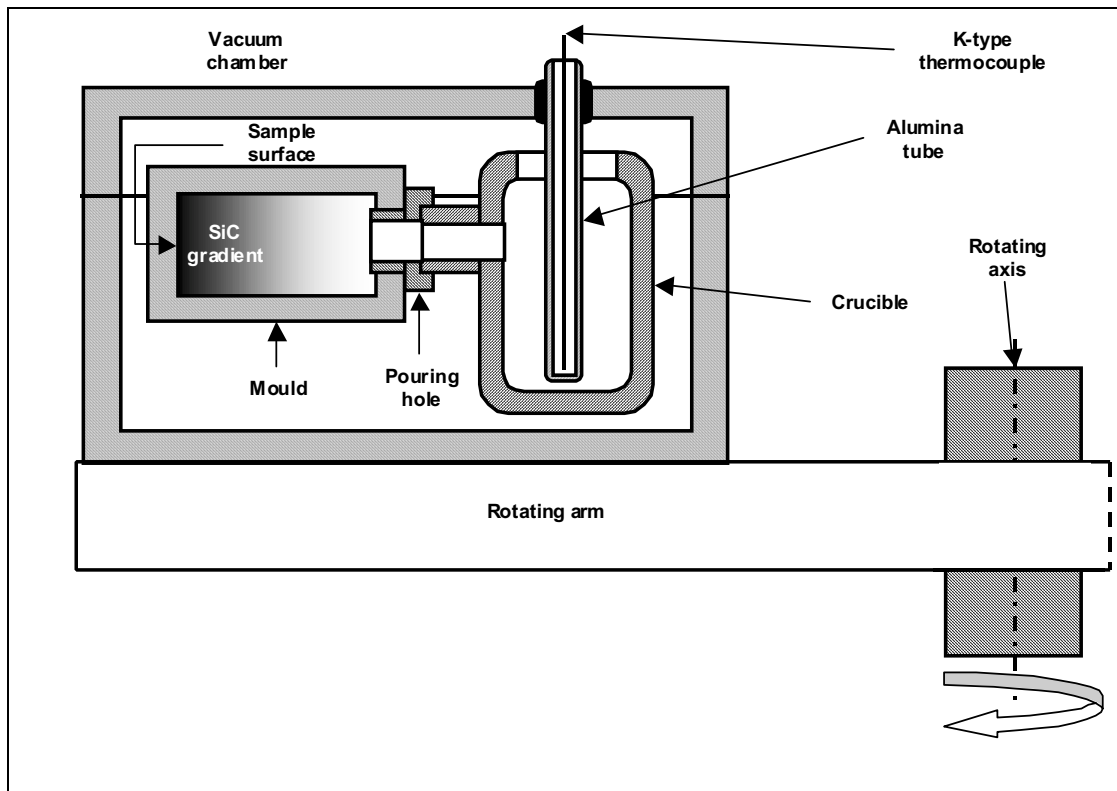


Fig. 1. Schematic representation of the casting arm of the furnace. The region of segregated SiC particles is indicated in the scheme. This region is referred in the text as “surface”.

### 2.3. Analytical procedures

All FGM samples were longitudinally sectioned with a diamond disc. These sections were polished using diamond particles with decreasing sizes in the sequence 9  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  and 1  $\mu\text{m}$ .

In all samples, Vickers hardness profiles (HV) were obtained.

For each sample, the characterization of the particle volume fraction and size dispersion in depth relative to the surface was performed by quantitative analysis of the images of the microstructure of the material, as captured in successive alignments on the longitudinal section of the sample.

Image analysis was performed on grey scale digitized images – 8 bit, 512x512 pixels, after a x 200 bright field image captured by a TV camera on a ZEISS Axioplan reflection optical microscope – from the selected fields according to a proper sampling pattern, and using a image analysis system developed at CEMUP (PAQI).

Image processing and segmentation prior to analysis involved a sequence of operations, repeated as a macro, including: delineation (for contrast and improved phase segmentation), thresholding (for ceramic particles segmentation into a binary image), morphological open-close filtering (for noise suppression), size-based open-reconstruction filtering (for removal of pseudo-particles) and finally particle deagglomeration (for ceramic particles separation, using a watershed based algorithm).

For the analysis of the final segmented (binary) image several parameters were selected: reinforcement surface fraction  $A_A$  (an estimate of the volume fraction  $V_V$ ), the reinforcing particle mean intersect chord (an estimate of volumetric mean intersect chord  $L_3$ ), and reinforcing particle section counting and mean area measurement in each field (for the particle counting a proper frame guard was selected to avoid incomplete particle measurement and counting bias).

### 2.2. Results and discussion

Fig. 2 shows the patterns for the angular rotational velocity ( $\omega$ ) and the linear acceleration ( $\gamma$ ) for several operating conditions. As referred before, casting time is always kept constant (90 sec.). As it can be seen, during casting the furnace allows a maximum angular rotational speed  $\omega_{\text{Max}} = 44 \text{ s}^{-1}$ , corresponding to a maximum acceleration,  $\gamma_{\text{Max}} = 240.4 \text{ m.s}^{-2}$ , i.e. 24.5 g. Control is thus exerted over the time taken to eventually reach the limiting values (Rocha et al, 2000). As a consequence, time to maximum acceleration ( $t_{\gamma_{\text{MAX}}}$ ) will be used throughout this work to characterize the casting conditions employed.

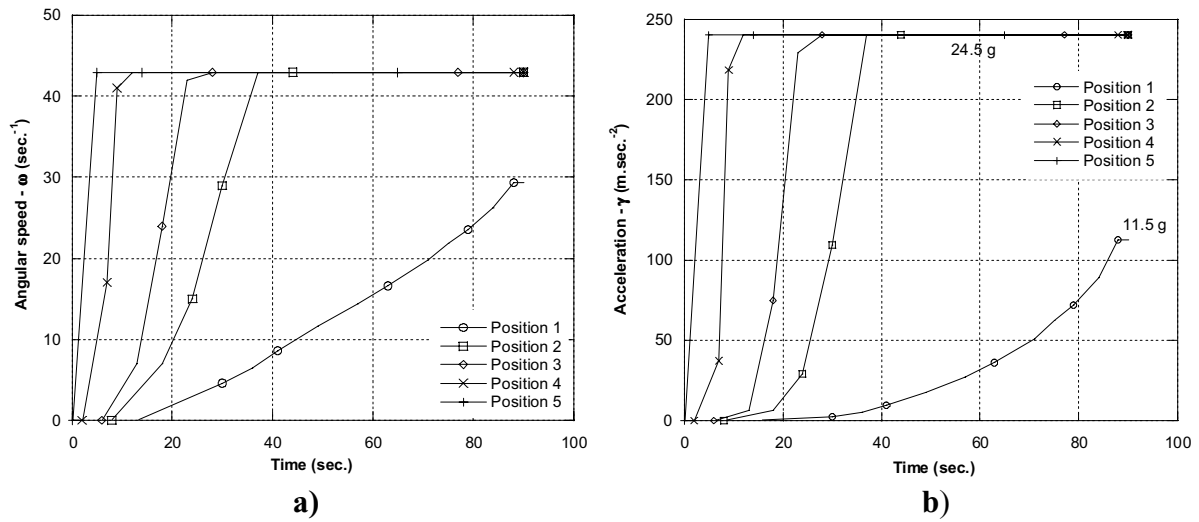


Fig. 2 – Example of several rotational patterns obtained during casting operations in the furnace: angular speed (a) and linear acceleration (b) as a function of casting time.

Three processing conditions were selected for this work, as summarized in Table 2. As referred above, other processing variables such as atmosphere, pouring temperature, or mould temperature were kept constant.

Table 2. Centrifugal casting parameters for each sample. All samples studied were produced with a pouring temperature of 850 °C and the mould at 20 °C.

Sample	Time to maximum acceleration, $t_{\gamma_{MAX}}$ (sec.)
C9	6.0
C10	7.5
C19	24.0

The effect of the centrifugal casting conditions on the longitudinal hardness profile of each sample is presented in Fig. 3. As it can be seen, there is always an increase in hardness from the surface up to some point at the interior of the sample (this point being located between 5 and 12 mm from the surface). Maximum hardness tends to be obtained closer to the surface as centrifugal casting conditions become more severe. In addition, it can be observed that faster rotational conditions lead to higher hardness values, at least in the regions closer to the surface. These results are consistent with earlier reports (Rocha et al, 2000), and can be attributed to the phenomena associated to the SiC particles segregation due to the dynamic casting conditions.

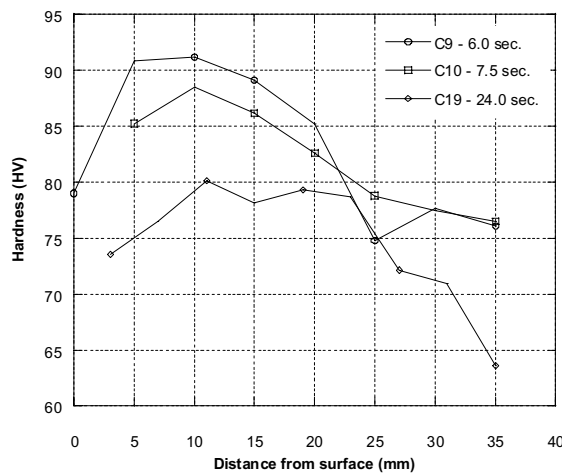


Fig. 3 – Influence of the casting conditions on the longitudinal hardness profile of the cast material.

In fact, according to Lajoie and Suéry (1988), particle segregation towards the surface of the cast occurs due to the difference in density between the ceramic particles and the molten alloy ( $SiC = 3.2 \text{ g cm}^{-3}$  vs. alloy =  $2.3 - 2.7 \text{ g cm}^{-3}$ ).



Under constant acceleration, the velocity ( $v$ ) of a single spherical particle of radius ( $R_p$ ) may be estimated by the Stokes' law (Suresh and Mortensen, 1998):

$$v = \frac{2 R_p^2 (\rho_p - \rho_l) \gamma}{9 \eta} \tag{1}$$

where:  $\rho_p$  and  $\rho_l$  = densities of the ceramic particle and of the liquid;  $\gamma$ = acceleration;  $\eta$ = viscosity of the fluid.

Apart from the effect of differing densities, other effects can be considered. If the particle radius increases, a higher velocity will result. A further increase in velocity will be caused by an increase in the centrifugal acceleration imposed. Finally, the particle will move slower in fluid possessing a higher viscosity. This means that each particle is under two opposing forces: the centrifugal force, and the viscous drag force.

The viscosity of the melt will depend on several factors such as the chemical composition of the metallic alloy and/or pouring temperature (parameters kept constant in this work). The viscous drag force will result from two main contributions: one due to the presence of the reinforcing particles, and the other due to the solidification of the melt.

According to Suresh and Mortensen (1998), the apparent viscosity of the fluid ( $\eta_{app}$ ) will be increased by the presence of a given volume fraction of reinforcing particles ( $V_p$ ), as expressed in Eq. (2):

$$\eta_{app} = \eta_l (1 + 2.5 V_p + 7.6 V_p^2) \tag{2}$$

The particle progression along the mould occurs simultaneously with a decrease in temperature. This causes further viscous drag due to solidification (Watanabe et al, 1998; Lajoie and Suéry, 1988; Suresh and Mortensen, 1998). It is thus conceivable that the advance of the solidification front may impel SiC particles towards the interior of the sample. Results in Fig. 3 suggest this to be the phenomenon occurring for the experimental conditions used in this work.

This behaviour is further confirmed by the graph in Fig. 4, which plots the mean particle diameter profile, evaluated by quantitative image analysis. In this graph, each point represents the average of the measurements made in 20 images collected at the same depth. The profiles for samples C9 and C10 show a predominance of larger particles near the surface, this effect being more pronounced for C9, due to a more severe acceleration (lower  $t_{\gamma_{MAX}}$ ). For sample C19, the larger particles are mainly located towards the interior. This suggests that, given the high  $t_{\gamma_{MAX}}$  imposed, the predominant factor was the progression of the solidification front, which was able to entrap the smaller particles in the solid but pushed the larger ones back into the interior.

Variations in particle size distribution existing in the *Duralcan*<sup>TM</sup> F3S-20S ingots will be preserved by the centrifugal casting process, and may be responsible for the differences observed in Fig. 4 between the position of the curves concerning the different FGM samples.

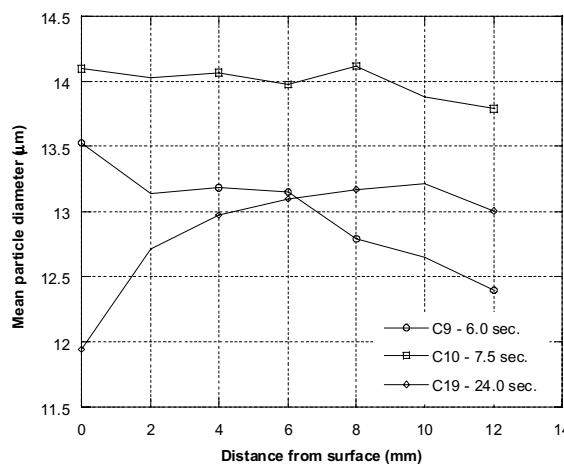


Fig. 4 – Mean particle diameter as a function of depth below the surface of the cast FGM.

In Fig. 5 the evolution of the particle area fraction as a function of the distance to the surface is plotted. Fig. 5 shows that, when compared to interior regions of the composite, the surface is depleted of reinforcing particles. This effect translates into a somewhat degraded performance of the surface regarding the wear resistance properties of the material, as demonstrated by the work of Gomes et al. (2000, 2001).

Earlier work (Rocha et al, 2000) suggested the existence of a correlation between the longitudinal hardness profile and the particle distribution of the cast material, as evidenced by quantitative image analysis. This correlation seems to be confirmed by the results herein. This validates the hardness profile approach as a convenient method to assess the particle gradient in centrifugal cast composites.

In Fig. 6 three micrographs obtained in each sample are presented. For each sample the first two micrographs were obtained at the surface, the first at the edge of the cylinder, i.e. near the mould lateral wall, the second refers to the microstructure at the centreline (nucleus) of the cylinder. The third micrograph was also obtained at the centreline, but at 10 mm from the surface. As it can be seen comparing the micrographs with the data plotted in Fig. 5, putting side by side equivalent regions of each sample, as the  $t_{\gamma_{MAX}}$  value imposed is lower, the particle area fraction increases. Also, particle area fraction increases when one progresses from the surface to the interior of the FGM cylinder. One also notices that, at the surface, particle area fraction becomes higher near the centreline, as compared to the region close to the lateral mould wall. This later effect can be explained by the fact that, near the lateral wall, the particle distribution is affected by the progression of a compound solidification front, moving away from both the top and the lateral mould walls.

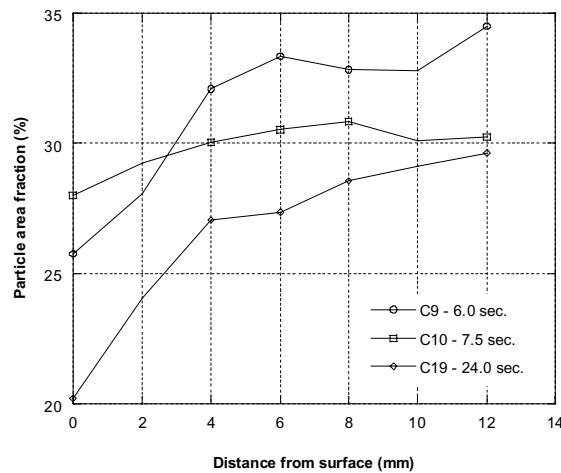


Fig. 5 – Particle area fraction as a function of depth below the surface of the cast FGM.

### 3. Conclusions

In this work the influence of centrifugal acceleration during casting on the structure and properties of Al-Si/SiC<sub>p</sub> FGM's was studied. Results allow the following conclusions to be drawn:

- During centrifugal casting the progression of the particles towards the surface seems to be hindered by two concurring phenomena: self-induced viscosity drag due to accumulation of particles, and particle-pushing by the solidification front progression from the surface towards the interior of the cast material.
- Casting conditions also affects the segregation of particles as a function of their dimensions.
- Centrifugal acceleration produced by the centrifugal arm is unable, by itself, to produce the desirable gradient, volume fraction of particles decreasing from the surface of the sample.
- The mould geometry near the surface induces further perturbation of the particle distribution, causing the particle volume fraction to vary along a transverse direction of the FGM in that region.
- A good correlation exists between the longitudinal hardness profile and the particle volume fraction of the cast FGM's, allowing the hardness profile approach to be employed as a good preliminary indicator of the gradients obtained.

### 4. Acknowledgements

This work was sponsored by Fundação para a Ciência e Tecnologia (FCT – Portugal) under the program PRAXIS XXI (contract PRAXIS P/CTM/12301/1998).

The financial support obtained by A. Velhinho from *Fundo Social Europeu* (FSE), under the program PRODEP, is gratefully acknowledged.

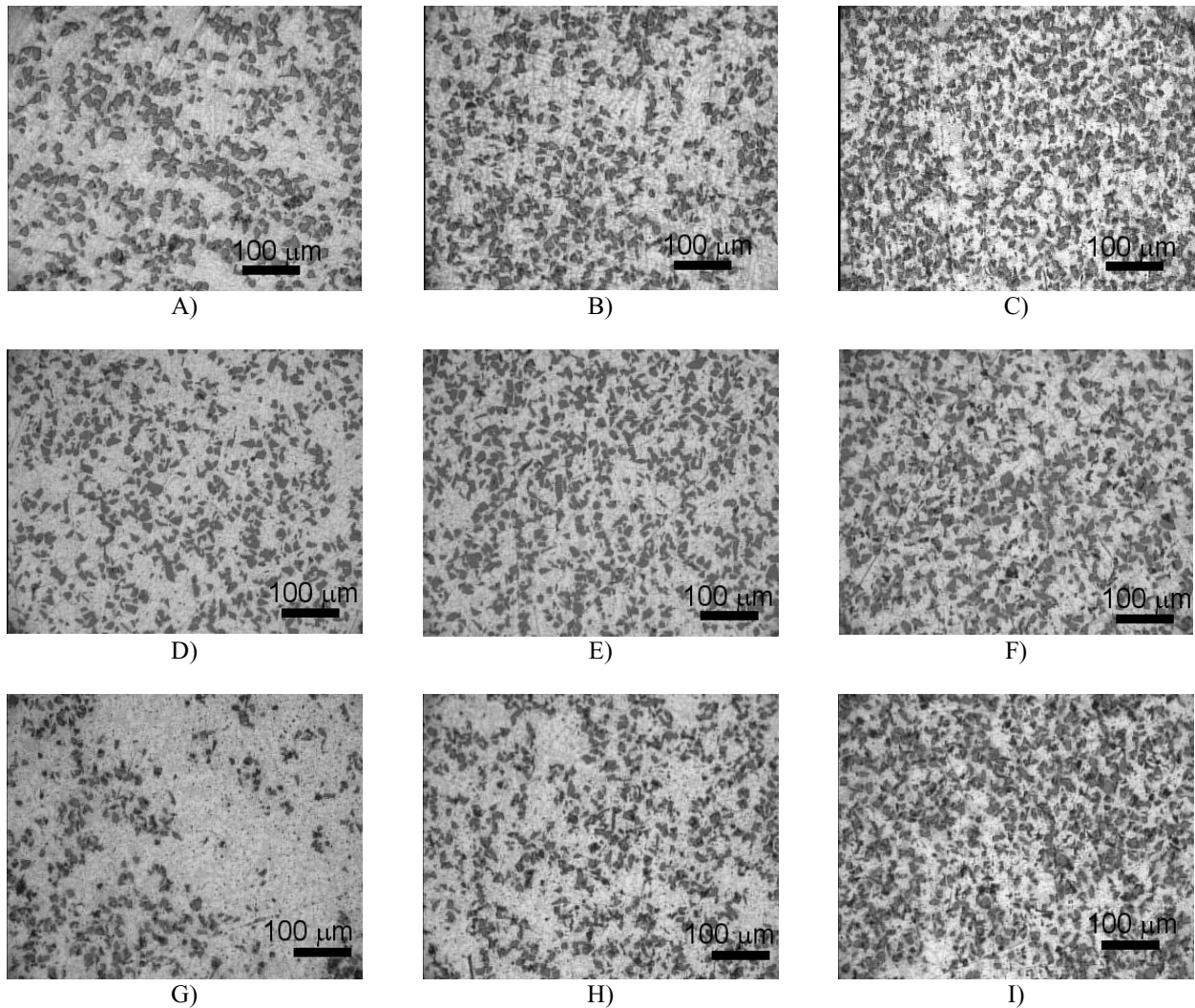


Fig. 6 – Micrographs obtained at different positions of the cast FGM samples:

- Sample C9 ( $t_{\gamma_{MAX}} = 6 \text{ s}$ ) - A) surface near the mould lateral wall; B) surface near the FGM centreline; C) 10 mm from surface, near the FGM centreline
- Sample C10 ( $t_{\gamma_{MAX}} = 7.5 \text{ s}$ ) - D) surface, near the mould lateral wall; E) surface, near the FGM centreline; F) 10 mm from surface, near the FGM centreline
- Sample C19 ( $t_{\gamma_{MAX}} = 24 \text{ s}$ ) - G) surface, near the mould lateral wall; H) surface, near the FGM centreline; I) 10 mm from surface, near the FGM centreline.

## 5. References

- Alcan Aluminum, 1990, "Composite Casting Guidelines", Duralcan, USA
- Gomes, J.R., Miranda, A.S., Soares, D., Dias, A.E., Rocha, L.A., Crnkovic, S.J. and Silva, R.F., 2000, "Tribological Characterization of Al-Si/SiCp Composites: MMC's vs. FGM's", 6th Int. Symp. on Functionally Graded Materials, Estes Park, Colorado
- Gomes, J.R., Miranda, A.S., Rocha, L.A. and Silva, R.F., 2001, "Effect of Functionally Graded Properties on the Tribological Behaviour of Aluminium Matrix Composites", 1st Int. Materials Symp., Coimbra, Portugal
- Jolly, M.R., 1990, "Opportunities for Aluminium Based Fibre Reinforced Metal Matrix Composites (FRMMCs) in Automotive Castings", The Foundryman, Nov. 1990, pp. 509-513
- Kang, C.G. and Rohatgi, P.K., 1996, "Transient Thermal Analysis of Solidification in a Centrifugal Casting for Composite Materials Containing Particle Segregation", Met. & Mat. Trans. B, Vol. 27B, No. 2, pp. 277-285
- Lajoie, L. and Suéry, M., 1988, "Modelling of Particle Segregation During Centrifugal Casting of Al-Matrix Composites", Proc. Int. Symp. on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, ASM International, pp. 15-20
- Mamoru, M., Abe K.-I. and Inoue, T., 1997, "Processing of Metal Matrix Composite by Centrifugal Casting: Technique and Evaluation of the Elastic Properties", J. of the Jap. Soc. of Mat. Sci., Japan, Vol. 46, No. 8, pp. 946-951

- Rocha, L.A., Dias A.E., Soares D., Sá C.M., Ferro A.F., 2000, "Influence of Centrifugal Casting Parameters on the Structure and Properties of Al-Si/SiC<sub>p</sub> FGMs", Communication to the 6th Int. Symp. on Functionally Graded Materials, Colorado, USA; submitted to American Ceramic Society Transactions
- Suresh, S. and Mortensen A., 1998, "Fundamentals of Functionally Graded Materials: Processing and Thermomechanical Behaviour of Graded Metals and Metal-Ceramic Composites", IOM Communications Ltd.
- Watanabe, Y., Yamanaka N. and Fukui Y., 1998, "Control of Composition Gradient in a Metal-Ceramic Functionally Graded Material Produced by the Centrifugal Method", Composites Part A, Vol. 29A, pp. 595-601

# INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA NAS PERDAS MAGNÉTICAS

## Marley Anúnciação Magella

Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PGMAT)/UFSC  
Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)  
88040-900, Florianópolis, SC, Brasil  
[marley@pg.materiais.ufsc.br](mailto:marley@pg.materiais.ufsc.br)

## Ingeborg Kühn

Departamento de Engenharia Mecânica  
Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)  
88040-900, Florianópolis, SC, Brasil  
[ingeborg@emc.ufsc.br](mailto:ingeborg@emc.ufsc.br)

## Marco Antônio da Cunha

Companhia Aços Especiais Itabira – ACESITA S.A.  
35180-000, Timóteo – MG, Brasil  
[macunha@acesita.ind.br](mailto:macunha@acesita.ind.br)

**Resumo:** O objetivo deste trabalho é apresentar o efeito da deformação plástica ocasionada pela operação de estampagem de lâminas de estatores e de rotores nas propriedades magnéticas permeabilidade e perda por histerese. O efeito da direção de corte por estampagem em relação à direção de laminação das chapas de aço também é estudado. As propriedades magnéticas foram medidas em quadro de chapa única, e a microestrutura da região deformada foi analisada através das técnicas de microscopia ótica e eletrônica de varredura. Verificou-se que a deformação plástica gerada na estampagem cria linhas de tensões que dificultam a passagem do fluxo magnético, diminuindo os níveis de permeabilidade e aumentando os níveis de perda por histerese. A direção de corte mostrou-se também como uma variável influente nas propriedades analisadas. Estas propriedades podem ser restituídas através de tratamento térmico de recristalização da região deformada.

**Palavras chave:** deformação plástica, perdas magnéticas, aço elétrico, permeabilidade.

## 1. Introdução

Anualmente são consumidas milhões de toneladas de chapas de aços elétricos na fabricação do núcleo de pequenos motores e geradores. Implicitamente, este quadro indica que o consumo de energia elétrica está diretamente relacionado ao desempenho destes motores e, conseqüentemente, as propriedades magnéticas destes aços.

As propriedades magnéticas, por sua vez, são dependentes de uma série de fatores, sendo os principais a composição química do aço e suas características microestruturais, tais como tamanho de grão e textura (Dupré et al, 1999). Correspondo a 70% das perdas magnéticas, a perda por histerese está relacionada ao processo de magnetização e desmagnetização do material, representando a resistência oferecida por esse a passagem do fluxo magnético.

Nos motores de alta eficiência, são utilizadas chapas de aço ao silício de grão não-orientado. Nesta classe estão incluídos os aços totalmente processados, que apresentam características magnéticas finais desenvolvidas. Isto porque, nas siderúrgicas, a chapa é submetida a um tratamento térmico de recozimento, onde ocorre um considerável crescimento de grão, redução do teor de carbono e alívio das tensões internas oriundas da laminação.

Contudo, quando da fabricação por estampagem dos componentes constituintes do núcleo de um motor, ou seja, dos estatores e dos rotores, geram-se tensões indesejáveis adjacentes às bordas submetidas ao corte. Como mostrado na Fig. (1), as deformações na estrutura cristalina ocasionadas pela estampagem podem alcançar até 0,20 mm da superfície de corte (detalhe A), independente do tipo de material. No detalhe B, a deformação pela redução da espessura corresponde a mais de 10% da espessura total (Acesita, 1996 e Gebler, 2000). Na Fig. (2) pode-se observar que as tensões devido à estampagem criam linhas de tensão que acompanham o movimento do punção, levando a grande deformação plástica. O elevado nível de discordâncias nesta região dificulta o movimento das paredes de domínio no processo de magnetização, o que reduz a permeabilidade e aumenta em várias vezes a perda por histerese, quando estas propriedades são comparadas as de um material não tensionado (Günter e Bölling, 1988; Rygal, 2000 e Moses et al, 2000). Hou (apud Landgraf et al, 2000) sugere que as perdas magnéticas sejam proporcionais a densidade de discordâncias. Nakata et al (apud Moses et al, 2000) mostraram que a degradação das propriedades magnéticas devido à estampagem de chapas de aço ao silício de grão não-orientado se estende por cerca de 10 mm da região do corte, sendo bastante significativas nos primeiros 5 mm.

Este trabalho analisa a influência da quantidade de deformação plástica induzida por estampagem sobre as propriedades magnéticas de um aço ao silício de grão não-orientado, bem como o efeito da direção de corte relativamente ao sentido de laminação.

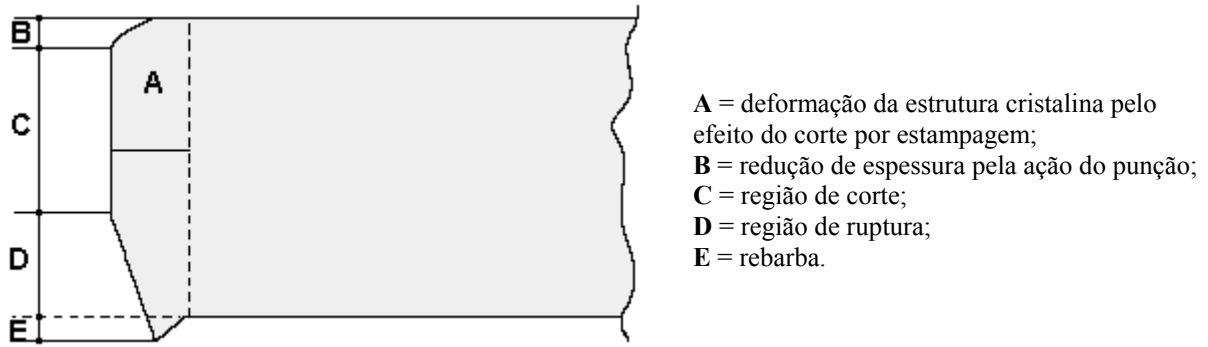
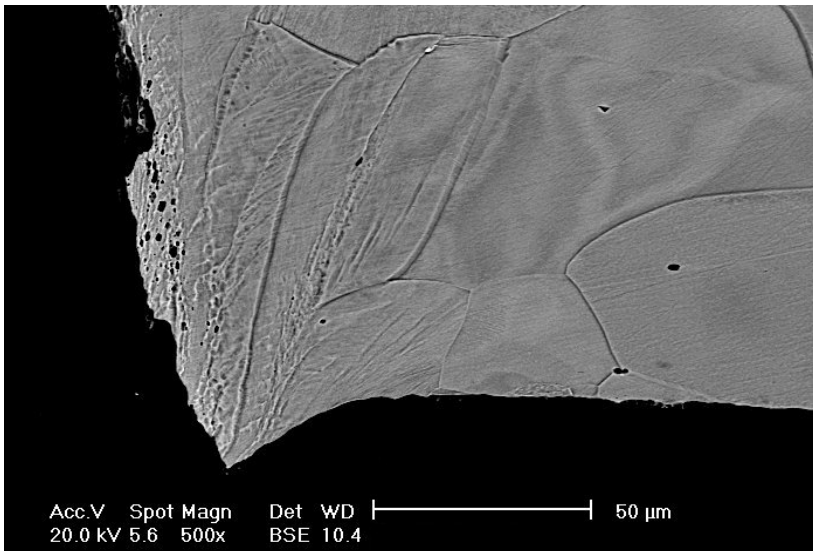


Figura 1. Representação das regiões deformadas de uma lâmina estampada.



(a)



(b)

Figura 2. Microestrutura da região deformada pelo corte por estampagem. (a) microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

## 2. Materiais e métodos

O trabalho foi realizado utilizando-se chapas de 0,5 mm de espessura de aço ao silício de grão não orientado totalmente processado, cuja composição química é mostrada na Tab. (1). O teor de carbono deste aço é de 30 ppm. As lâminas encontravam-se revestidas com fosfato.

Tabela 1. Composição química do aço usado neste estudo.

Elem.	Fe	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Al	P	S	N
%	bal.	3,25	0,26	0,07	0,04	0,01	0,55	0,011	0,038	0,0011

Para simular o efeito da quantidade de deformação e da direção de corte, foram confeccionadas amostras com as geometrias representadas na Fig. (3). À dimensão padrão (30 x 305 mm), foram adicionadas “rebarbas” (regiões hachuradas) de 15 mm. Todas as amostras foram cortadas na direção de laminação que foi a direção usada na medida das propriedades magnéticas. Para essa operação foi utilizada uma tesoura Newton, com 5 centésimos de folga.

Estes nove lotes de amostras foram então submetidos ao tratamento de recozimento na temperatura de 840° C por 1h, em atmosfera contendo uma mistura de 90% N<sub>2</sub> e 10% H<sub>2</sub>. O ciclo de recozimento (aquecimento, encharque, resfriamento) foi de 5h. Para tal, foi utilizado um forno de laboratório da Combustol.

As amostras foram então submetidas à estampagem para a retirada das “rebarbas”, com exceção daquelas pertencentes ao primeiro lote.

As propriedades magnéticas foram medidas em quadro Epstein de chapa única na direção de laminação. Na análise metalográfica foram utilizados um microscópio eletrônico de varredura Philips Modelo XL 30 (MEV) que tinha acoplado um analisador de energia dispersiva de Raios-X (EDAX), e um microscópio ótico Olympus Modelo Vanox.

### 3. Resultados e Discussões

A Figura (4) apresenta os valores de perdas magnéticas em função da quantidade total de área deformada e da direção de corte em relação ao sentido de laminação. De uma forma geral, as perdas cresceram com o aumento da área deformada. Estes resultados comprovam que a densidade de discordâncias tem efeito marcante sobre a movimentação das paredes de domínio, conforme já apontado por outros autores.

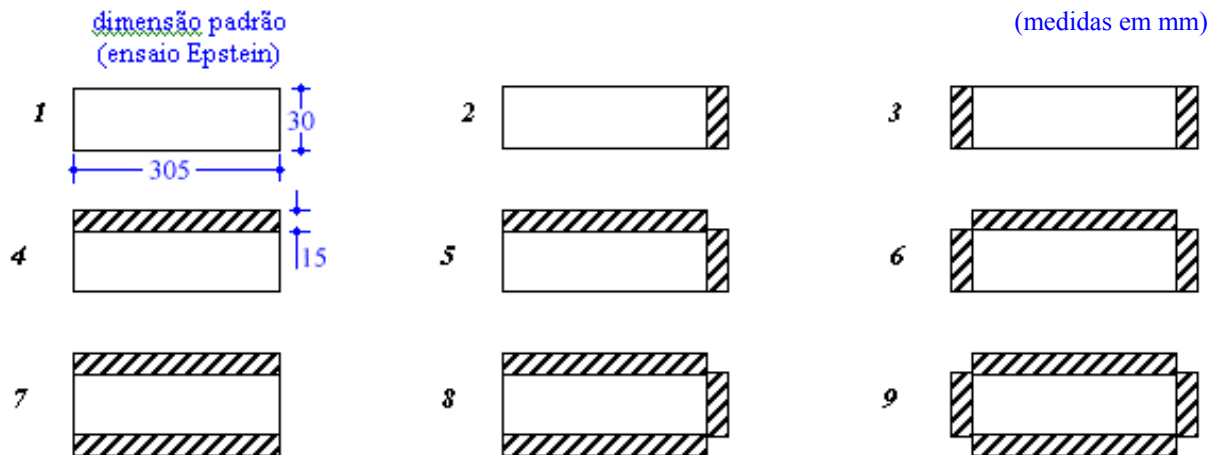


Figura 3. Esquema de corte das amostras.

Note-se que a direção de corte tem um efeito decisivo sobre as perdas: cortes transversais mostram uma maior tendência de aumento que cortes longitudinais. Estes resultados indicam que a variável textura cristalográfica tem uma influência nada desprezível sobre as propriedades magnéticas. A orientação cristalográfica influi diretamente sobre a orientação dos domínios magnéticos, uma vez que a estrutura cristalina dos metais apresenta anisotropia quanto à direção de magnetização. Segundo Werner e Jaffee (1992), alguma textura é normalmente desenvolvida durante o processamento de aços para motores elétricos e o termo não-orientado é somente aproximado, visto que podem desenvolver alguma orientação aleatória durante a laminação.

A textura gera tensões residuais anisotrópicas, que, por sua vez, levam a anisotropia das perdas. Conforme Landgraf et al (1999), esta anisotropia pode ser atribuída à componente histerética, uma vez que as componentes parasítica e anômala mostram muito pouca anisotropia.

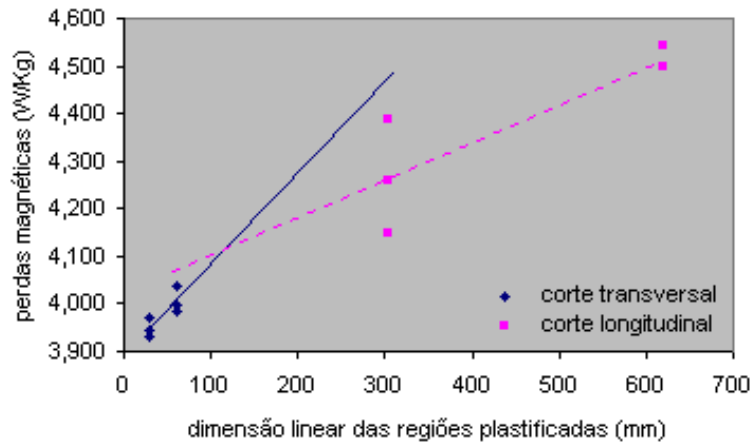


Figura 4. Perdas magnéticas em função da quantidade total de área deformada e da direção de corte.

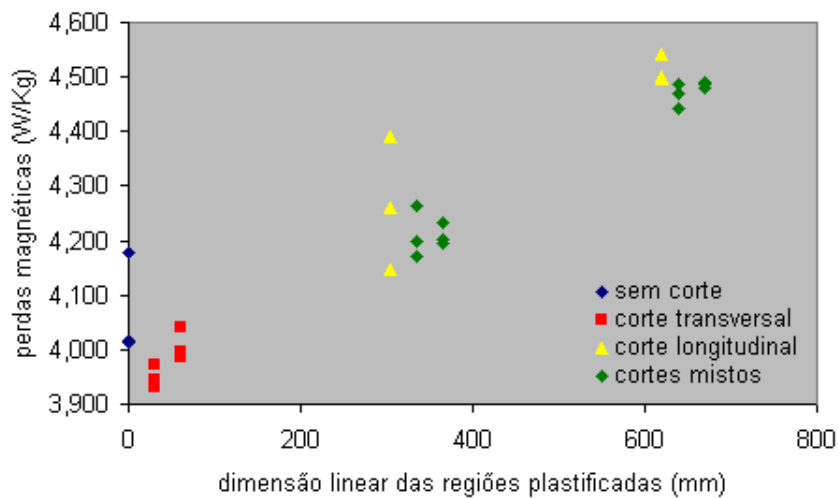


Figura 5. Perdas magnéticas em função da quantidade total de área deformada.

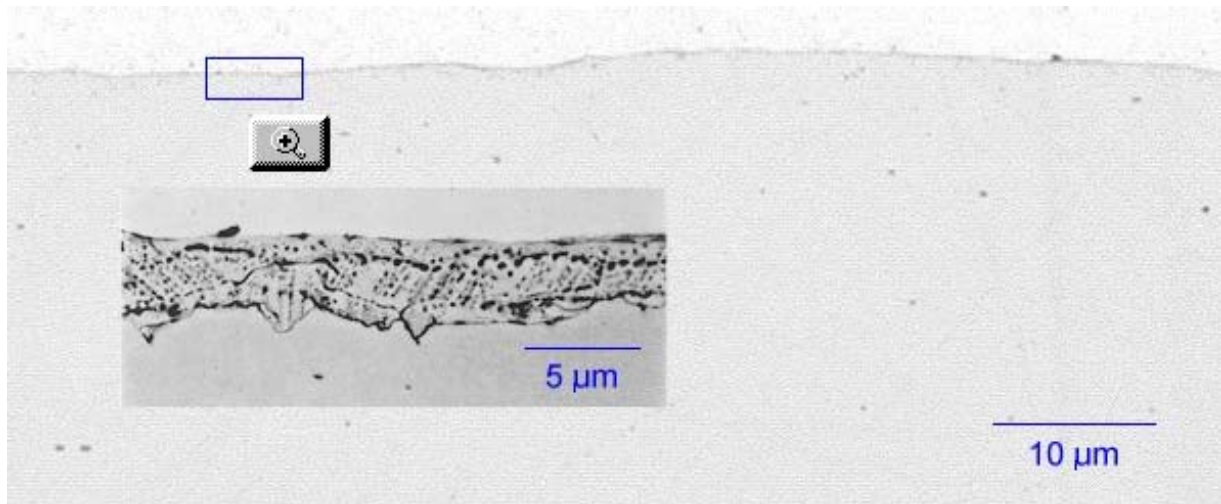
Na Figura (5) pode-se observar a influência da quantidade de área deformada sobre as perdas para todos os casos analisados neste trabalho. Note-se o efeito das tensões residuais anisotrópicas no caso de cortes mistos, cabendo ressaltar que a área atribuída aos cortes transversais é dez vezes menor que a dos cortes longitudinais. Para estas condições de estudo, a parcela que mais contribui para o aumento das perdas é a quantidade total de área deformada.

Observando a Fig. (5), percebe-se que os valores de perda para as amostras do lote 1 (sem corte após o tratamento térmico) foram maiores que os valores das amostras do lote 2, o que não era esperado estando em análise a influência da deformação provocada pelo corte nas propriedades magnéticas. Com o auxílio de análises microscópicas e de composição química qualitativa, via EDAX, constatou-se que as amostras deste lote apresentavam nitretos subsuperficiais, provavelmente decorrentes do tratamento de recozimento realizado em atmosfera rica em nitrogênio (Figs. 6). Analisando-se o procedimento adotado quando da realização do tratamento térmico, verificou-se que as amostras deste lote ficaram mais expostas à atmosfera do forno uma vez que encontravam-se no topo do empilhamento das lâminas. Essa exposição favoreceu a formação de nitretos, Fig. (6b), o que não se verificou nas demais amostras que ficaram no meio do empilhamento, Fig. (6a). A presença desses nitretos pode ter sido a causa do aumento dos valores de perda observados para as amostras do lote 1, conforme reportado por Geiger (1979) citado por Santos (1999).

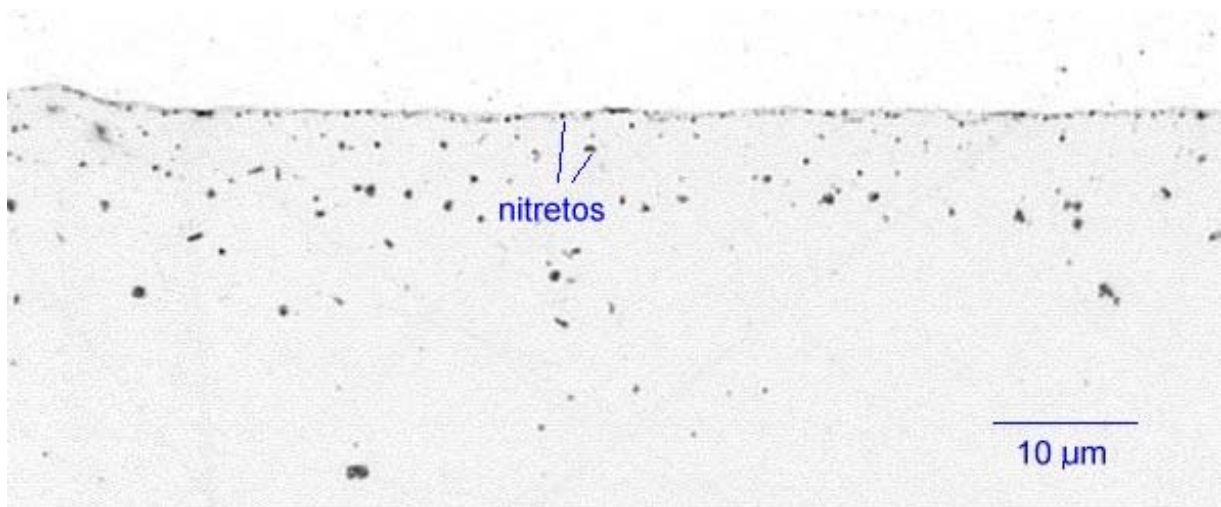
É conhecido o efeito de outros fatores sobre as perdas magnéticas além das tensões devido à estampagem. Dentre eles está a existência de oxidação e/ou de nitretação interna. Estas reações ocorrem quando um componente da atmosfera de tratamento difunde-se para o interior do material e reage com átomos do soluto precipitando a segunda fase do composto abaixo da superfície do material (Geiger, 1979). A morfologia e a espessura desta camada são geralmente dependes da concentração do soluto, potencial de oxigênio e/ou nitrogênio, atmosfera do forno, tempo e temperatura de tratamento (Lyudkosvsky et al, 1982).

A Figura (7) mostra os valores de permeabilidade magnética para uma indução de 15 KGauss (1,5 T) nas frequências de 50 e 60 Hz. Em acórdância com os resultados de Son et al (1996), verificou-se que a permeabilidade é influenciada pela frequência. A Fig. (8) apresenta os valores de permeabilidade em função da direção de corte para a condição de indução de 15 KGauss e frequência de 60 Hz. Note-se novamente o significativo efeito da direção de corte, indicando que a textura é uma variável importante nas propriedades magnéticas.





(a)



(b)

Figura 6. Superfície das amostras submetidas a tratamento térmico de recozimento: a) amostra do meio do empilhamento – em destaque o revestimento de faialita; b) 1ª amostra do empilhamento (mais exposta a atmosfera de tratamento).

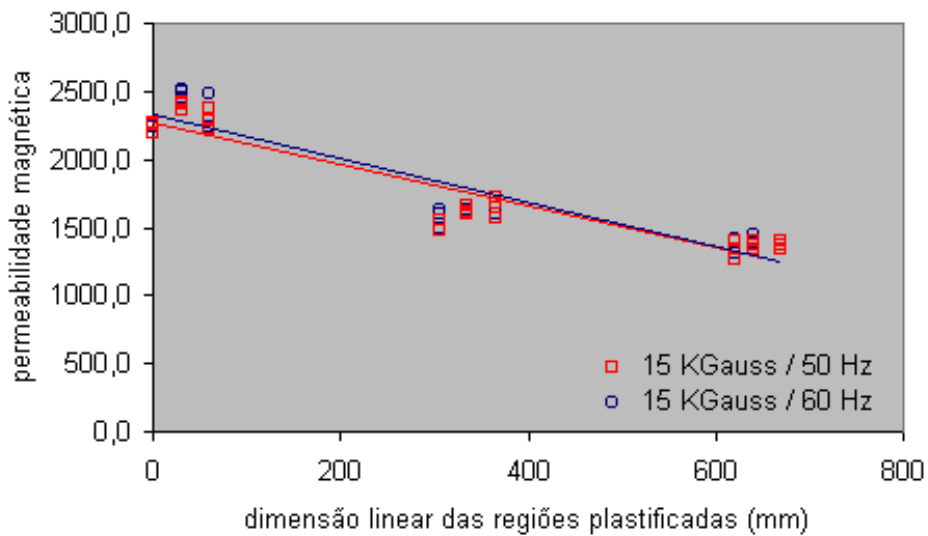


Figura 7. Permeabilidade magnética em função da quantidade total de área deformada e da frequência.

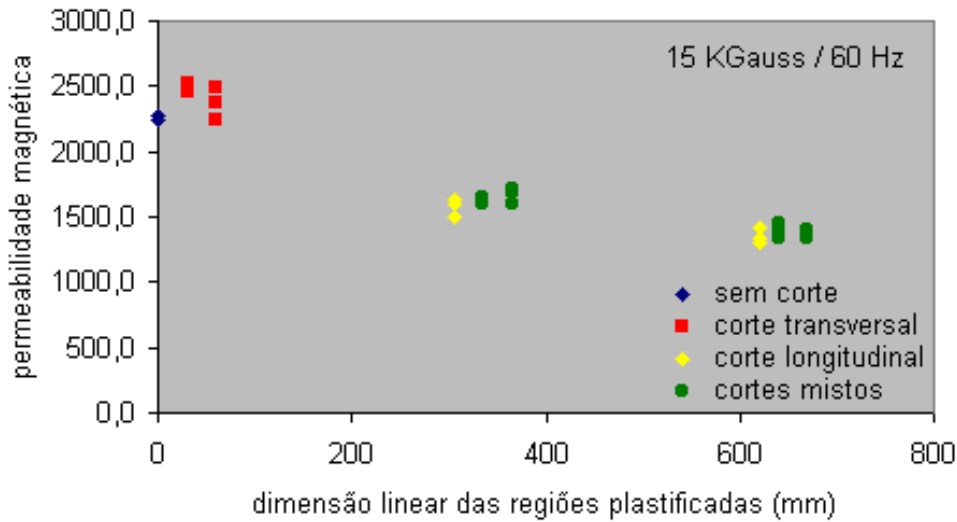


Figura 8. Permeabilidade magnética em função da quantidade total de área deformada e da direção de corte para uma indução de 15 KGauss na frequência de 60 Hz.

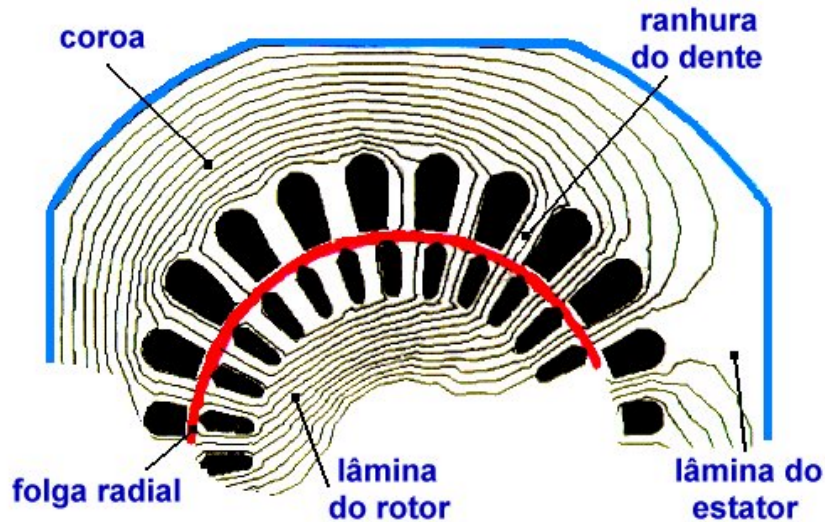


Figura 9. Representação do fluxo magnético entre as lâminas do estator e do rotor em um núcleo de motor.

Teoricamente, a utilização de aço ao silício de grão não-orientado não requer a realização de tratamento térmico pelo fabricante do motor, uma vez que apresenta estrutura completamente desenvolvida pela siderúrgica. No entanto, os resultados apresentados mostraram que a deformação plástica proveniente da estampagem danifica a estrutura cristalina levando a deterioração das propriedades magnéticas e conseqüente comprometimento do desempenho dos motores. Desta forma, é imprescindível a realização de tratamento térmico nas lâminas estampadas para promover a recristalização das regiões deformadas pelo corte.

O processo de estampagem é uma operação importante porque é a etapa que define a geometria das lâminas do motor. A geometria de um núcleo é complexa. Neste, as regiões de corte são aquelas que concentram maior densidade de fluxo magnético, como pode ser visto na Fig. (9), e assim maior é o prejuízo causado pela deformação plástica.

#### 4. Conclusões

Os experimentos descritos neste trabalho foram realizados visando não apenas quantificar o efeito da quantidade de deformação plástica, mas também fornecer subsídios capazes de indicar a influência da textura metalográfica sobre as propriedades magnéticas de aço elétrico. Os resultados obtidos permitem concluir que:

- a operação de estampagem, etapa necessária quando da confecção de estatores e de rotores de motores elétricos, leva à deformação plástica das regiões próximas ao corte. O aumento da densidade de discordâncias nestas regiões dificulta o movimento das paredes de domínio no processo de magnetização, o que reduz a permeabilidade e aumenta a perda;

- a deterioração nas propriedades magnéticas é função da relação (quantidade total de área deformada) / (volume total);
- a textura cristalográfica tem forte efeito sobre as perdas e a permeabilidade magnética; a presença de tensões residuais, dada sua anisotropia, leva a anisotropia das propriedades magnéticas;
- mesmo aços ao silício de grão não orientado do tipo totalmente processado devem ser submetidos a tratamento térmico após a estampagem para restaurar a estrutura via recristalização da região mais deformada, quando utilizados em motores de menor porte.

As dispersões encontradas nos resultados podem ser atribuídas a heterogeneidade verificada no tamanho de grão do material em estudo, bem como aos demais fatores que influem decisivamente sobre a magnetização, tais como (a) as diferenças nas direções dos eixos cristalográficos dos grãos individuais, (b) os defeitos da estrutura cristalina e (c) a segregação de impurezas (Tumanski e Winek, 1997).

## 5. Agradecimentos

A ACESITA S.A. pela oportunidade de realização e divulgação desse trabalho e a CAPES pelo apoio financeiro na forma de bolsa de doutorado de um dos autores.

## 6. Referências

- Acesita S.A., 1996, "Aço silício para núcleos magnéticos", Catálogo.
- Dupré, L. R., Bán, G., von Rauch, M., Melkebeek, J.A.A., 1999, "Relation between the microstructural properties of electrical steels and the Preisach modeling", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 195, pp. 233-249.
- Gebler, S. R., 2000, "Caracterização dos parâmetros de recozimento de aços totalmente processados para fins elétricos", dissertação de mestrado da Universidade Federal de Santa Catarina, Ciência e Engenharia dos Materiais.
- Geiger, A. L., 1979, "Effects of internal oxidation and nitridation on the magnetic properties of non oriented electrical steels", *J. Appl. Phys.*, v. 50, nº 3, pp. 2366-2368.
- Günther, K. & Bölling, F., 1988, "Detrimental effect of oxidation on magnetic properties of nonoriented electrical steel sheet", *J. Appl. Phys.*, v. 64, nº 10, pp. 5347-5349.
- Landgraf, F. J. G., M. Emura, M., Teixeira, J. C., Campos, M. F., Muranaka, C.S., 1999, "Anisotropy of the magnetic losses components in semi-processed electrical steels", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 196-197, pp. 380-381.
- Landgraf, F. J. G., M. Emura, M., Ito, K., Carvalho, P. S. G., 2000, "Effect of plastic deformation on the magnetic properties of non-oriented electrical steels", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 215-216, pp. 94-96.
- Lyudkovsky, G., Preban, A.G., Shapiro, J.M., 1982, "Influence of annealing conditions on the internal oxidation and magnetic properties of silicon-aluminium heating electrical steels", *J. Appl. Phys.*, v. 53, nº 3, pp. 2419-2421.
- Moses, A. J., Derebasi, N., Loisos, G., Schoppa, A., 2000, "Aspects of the cut-edge effect stress on the power loss and flux density distribution in electrical steel sheets", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 215-216, pp. 690-692.
- Nakayama, T., Honjou, N., 2000, "Effect of aluminum and nitrogen on the magnetic properties of non-oriented semi-processed electrical steel sheet", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 213, nº 1-2, pp. 87-94.
- Paolinelli, S. C., 2000, "Tratamento de alívio de tensões de lâminas de aço silício de grão não orientado totalmente processado, ACESITA S. A.
- Rygal, R., Moses, A. J., Derebasi, N., et alli, 2000, "Influence of cutting stress on magnetic field and flux density distribution in non-oriented electrical steels", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, 215-216, pp.687-689.
- Santos, C. P., 1999, "Caracterização da textura do aço silício de grão não orientado 3,2% Si", proposta de dissertação de mestrado em Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal de São Paulo.
- Son, D., Sievert, J. D., Cho, Y., 1996, "Core loss measurements including higher harmonics of magnetic induction in electrical steels", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 160, pp. 65-67.
- Tumanski, S & Winek, T., 1997, "Measurements of the local values of electrical steel parameters", *J. of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 174, pp. 185-191.
- Werner, F. E. & Jaffee, 1992, "R. I., Energy-efficient steels for motor laminations", *J. of Materials Engineering and Performance*, v. 1, nº 2, pp. 227-234.

## INFLUENCE OF THE PLASTIC DEFORMATION IN THE MAGNETIC LOSSES

### **Marley Anúciação Magella**

Mechanical Engineering Department  
Post-Graduation Program in Materials Science and Engineering (PGMat)/UFSC  
Federal University of Santa Catarina (UFSC)  
88040-900, Florianópolis, SC, Brazil  
[marley@pg.materiais.ufsc.br](mailto:marley@pg.materiais.ufsc.br)

### **Ingeborg Kühn**

Mechanical Engineering Department  
Federal University of Santa Catarina (UFSC)  
88040-900, Florianópolis, SC, Brazil  
[ingeborg@emc.ufsc.br](mailto:ingeborg@emc.ufsc.br)

### **Marco Antônio da Cunha**

Center of Development and Research  
Itabira Special Steels Company – ACESITA S.A.  
35180-000, Timóteo – MG, Brazil  
[macunha@acesita.ind.br](mailto:macunha@acesita.ind.br)

***Abstract:** The objective of this work is to present the effect of the plastic deformation caused by the operation of stamping of stator and rotor laminates on the magnetic properties permeability and hysteresis loss. The effect of the cutting direction for stamping in relation to rolling direction of steel sheets is also studied. The magnetic properties were measured in single strip tester, and the microstructure of the deformed area was analyzed by scanning electron microscopy. It was verified that the plastic deformation generated in the stamping creates lines of tension that hinder the passage of the magnetic flux, decreasing the permeability levels and increasing the loss levels for hysteresis. The cutting direction was also shown to play an important role on the properties analyzed. These properties can be restored through thermal treatment of recrystallization of the deformed area.*

***Keywords:** plastic deformation, magnetic losses, electric steel, permeability.*

## TRATAMENTOS DESCONTÍNUOS DE UMA LIGA FE-MN-AL-C

**Edgard de Macedo Silva**

Centro Federal de Educação Tecnológica do Ceará, CEFET-CE, Brasil, Av. Treze de Maio 2081 Fortaleza-Ceará CEP 60040-531, 55 85 2883711, [edgard@cefet-ce.br](mailto:edgard@cefet-ce.br).

**Oscar Acelrad**

Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais COPPE/URFJ

**Igor Serafimovick Kalashnikov**

Instituto de Materiais para Aviação de Moscou, Rússia.

**Resumo.** Ligas austeníticas do sistema Fe-Mn-Al-C são estudadas como alternativas em algumas aplicações estruturais como material de alta resistência mecânica sem perda substancial da tenacidade. O tratamento isotérmico a 550°C por 16 horas é considerado como o que concede melhores resultados de propriedades mecânicas. Este resultado é atribuído a precipitação de partículas finamente dispersas de uma fase ordenada  $\kappa$  de composição  $(Fe,Mn)_3AlC_x$ , a qual é formada pelo mecanismo de decomposição espinoidal no interior da matriz. Um diagrama temperatura, tempo e transformação (TTT) de uma liga austenítica de composição nominal Fe-28%Mn-8%Al-1%C-1,25%Si, em peso, foi construído para tempos de envelhecimentos até 10 horas. Tomando como base o diagrama TTT, foram definidos diferentes condições de resfriamentos descontínuos a partir da temperatura de solubilização com o objetivo de comparar com o tratamento de envelhecimento convencional na temperatura de 550°C. O fator de intensidade de tensões e medidas de durezas foram utilizados para comparação dos tratamentos. Os resultados mostraram que resfriamentos até temperaturas intermediárias de parada em torno de 550°C, seguidos de parada com tempos em torno de 15 min dentro da região de decomposição espinoidal do diagrama e posterior resfriamento lento até a temperatura ambiente, apontam para um material com as características desejadas.

**Palavras chave:** Propriedades mecânicas; tratamentos térmicos; ligas FeMnAlC.

### 1. Introdução

Ligas do sistema FeMnAlC têm sido estudadas por mais de 40 anos, tendo composição usual de 25-30% Mn, 8-10% Al e 0,8-1,1% C (Benz, 1985; Sato, 1990; Schmatz, 1960; Kalashnikov, 2000). Estas ligas são 15 % mais leves do que os aços inoxidáveis e apresentam boas propriedades de resistência à oxidação e mecânica. Estas ligas na condição solubilizadas são empregadas na indústria aeronáutica, apresentando uma estrutura austenítica com excelente ductilidade (60-70% de alongamento) e um limite de resistência cerca de 800-900 MPa. Na indústria química, elas são empregadas na condição, envelhecida na faixa de 500-600°C por 16 horas, dependendo da composição. Nesta última condição a austenita apresenta a precipitação de uma fase finamente dispersa no interior da matriz de uma fase ordenada de partículas  $\kappa$  de composição  $(Fe,Mn)_3AlC_x$ , orientado nas direções  $\langle 100 \rangle$  (Sato, 1990), com alta resistência mecânica (limite de resistência à tração de 1200-1400 MPa) e baixa tenacidade. Pesquisas mais recentes apontam para possibilidade de aplicações como aço estrutural através da possibilidade do controle das transformações da austenita supersaturada em Al e C durante processamentos termomecânicos, além de aplicações como ligas superparamagnéticas na condição superenvelhecida (Choo, 1997; Lin, 1999).

No presente trabalho é levantado um diagrama temperatura, tempo e transformação (TTT) esquemático de uma liga de composição Fe-28%Mn-8%Al-1%C com 1,2% de Si, e a partir dele são definidas condições de resfriamento contínuo a partir da temperatura de solubilização e comparadas com os envelhecimentos convencional a 550°C em termos de tenacidade das ligas sem adição de Si.

### 2. Materiais e Métodos

Um lingotes de 10 Kg e composição Fe-28Mn-8,5Al-1C-1,25Si foi preparado em forno de indução à vácuo. Ele foi homogeneizado por 6 horas a 1150°C e então laminado até uma placa de espessura final de 13 mm. Depois de cortada, a placa foi solubilizada a 1050°C por 2 horas e resfriada em água. Os envelhecimentos posteriores para construção do diagrama TTT foram realizados na faixa de temperatura de 400-900°C seguidos de resfriamento em água.

Os resfriamentos descontínuos foram simulados em um Máquina Simuladora de Ciclos Térmicos Smitweld, em corpos de prova Charpy. Os corpos de prova foram ensaiados por dobramento em três pontos em uma máquina universal de ensaios Instron na temperatura ambiente.

As amostras metalográficas foram submetidas a ataque em solução de 5% de ácido nítrico em álcool etílico. Um microscópio eletrônico de varredura MEV-ZEISS 940-A foi utilizado para observação microestrutural e das superfícies de fratura, além de microscopia de força atômica em um microscópio Topometric. A cinética de precipitação no interior da matriz foi acompanhada por medidas de resistividade elétrica. As medidas de resistividade elétrica foram realizadas pela técnica dos quatros pontos.

### 3. Resultados e discussão

A liga estudada apresentou uma estrutura austenítica na condição inicial, ou seja, após solubilizada a 1050°C e resfriada em água. O diagrama temperatura, tempo e transformação esquemático da liga Fe-28Mn-8,5Al-1C com 1,25% de Si foi obtido para intervalo de tempo de até 10 horas. Neste (figura 1) são representadas as curvas de início de precipitação nos contornos de grão e de início de precipitação de uma fase ordenada  $\kappa$  no interior da matriz. O início de precipitação nos contornos de grão foi observado por microscopia eletrônica de varredura, sendo esta cinética altamente dependente da temperatura: enquanto a 550°C esta precipitação se inicia em torno de 16 horas, a 700°C já se constata a ocorrência de precipitados em apenas 5 minutos.

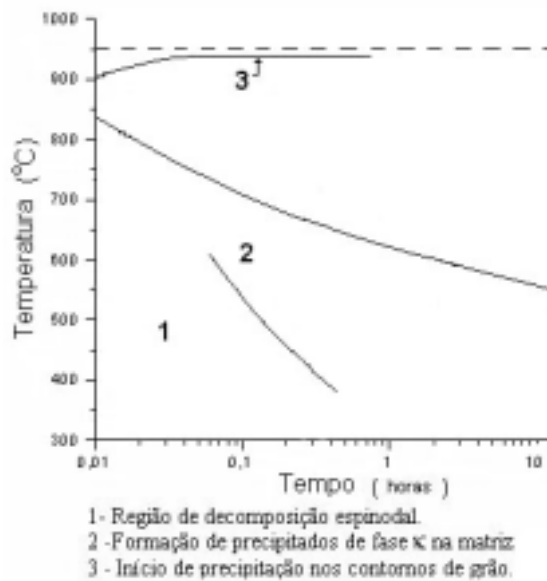


Figura 1- Diagrama temperatura, tempo e transformação esquemático da liga do sistema FeMnAlC com 1,25 %Si.

A variação do valor de resistividade elétrica com a temperatura e tempo de envelhecimento na faixa de temperatura de 400-600°C para ligas com 1,25%Si é apresentada na figura 2. Nota-se um aumento nos valores de resistividade elétrica em função da temperatura e tempo de envelhecimento para esta faixa de temperatura. Esta dependência é típica de ligas metálicas na qual a fase precipitada é isomorfa com a matriz (Chustov, 1975; Kalashnikov, 1986). Os valores de resistividade elétrica em ligas supersaturadas, submetidas a tratamentos de envelhecimentos isotérmicos, tendem a diminuir com o tempo de envelhecimento devido aos processos de alívio de tensões e eliminação de vazios (Zhao, 1998). O processo de decomposição espinoidal tem efeito contrário, ou seja, aumenta os valores de resistividade elétrica. Este efeito é explicado pelo aparecimento de zonas de segregação de átomos de C e Al alternadas com regiões empobrecidas de átomos de C e Al (Karakishev, 1986) na solução sólida austenítica inicial das ligas FeMnAlC. A decomposição da austenita nessa faixa de temperatura é atribuída ao processo de decomposição espinoidal, podendo ser notada pelo aumento dos valores de resistividade elétrica devido ao efeito deste tipo de decomposição. Na figura 2 podemos notar a presença de um máximo no diagrama  $\rho \times T$ . À medida que aumentamos o tempo de permanência, processos sucessivos de ordenamento de uma fase  $\kappa$  coerente com a matriz ocorre nas regiões de segregação. A formação desta fase ordenada leva à redução dos valores de resistividade elétrica e ao aparecimento de um máximo na curva  $\rho \times T$ . A existência deste máximo foi usada para separar os dois estágios de decomposição; isto é, o estágio de segregação (decomposição espinoidal) e precipitação (isto é, formação das partículas de fase ordenadas  $\kappa$ ), as quais são responsáveis pelas partes de aumento e decréscimo dos valores de resistividade elétrica na curva  $\rho(T)$ . O interesse em se obter a região de início de formação da fase  $\kappa$  no diagrama TTT, deve-se ao mecanismo de endurecimento das ligas FeMnAlC ser atribuído a uma estrutura modular, de regiões ricas e pobres em C e Al, que precede a formação da fase ordenada  $\kappa$ , sendo esta a região de decomposição espinoidal (Sato, 1989; Kalashnikov, 1984). Pelas determinações experimentais realizadas, as transformações que ocorrem na matriz para temperaturas abaixo de 700°C são devidas ao processo de decomposição espinoidal, como indicado no diagrama TTT. Na faixa de temperatura acima de 700°C e abaixo de 900°C, o processo é de nucleação e crescimento devido às altas

taxas de difusão. O tempo de início de formação de precipitado na matriz não foi representado devido à rápida cinética de decomposição nestas temperatura. Acima de 900°C não temos mais evidência de decomposição da austenita.

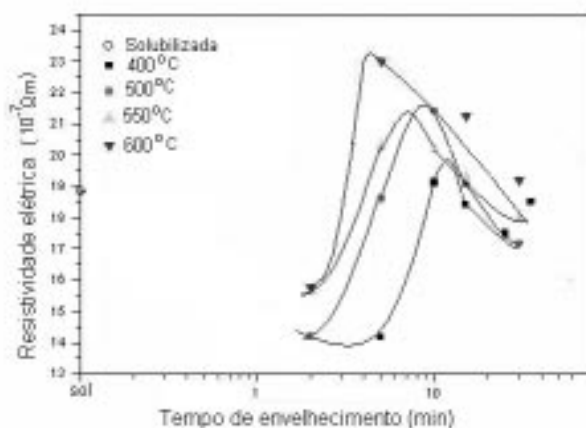


Figura 2- Variação das medidas de resistividade elétrica para amostras envelhecidas na faixa de temperatura de 400-600°C.

O tratamento térmico que fornece bons resultados em termos de resistência mecânica para ligas do sistema FeMnAlC é um envelhecimento isotérmico na temperatura de 550°C por 16 horas (Hale, 1987). De posse do diagrama temperatura, tempo e transformação, trajetórias de resfriamento a partir da temperatura de solubilização foram definidas com o objetivo de se apontar para tratamentos que dessem bons resultados em termo de tenacidade comparado com os envelhecimentos convencionais, sem a necessidade de reaquecimento para a realização de envelhecimento.

Foram definidas quatro trajetórias de resfriamento (figura 3), tendo como objetivo empregar uma velocidade de resfriamento a partir da temperatura de solubilização até as temperaturas de parada de 700°C e 550°C, capaz de evitar a precipitação nos contornos de grão. Nestas temperaturas as amostras ficariam tempo suficiente para decomposição no interior da matriz. Posteriormente, um resfriamento rápido e um lento a partir destas temperaturas intermediárias seriam empregados para avaliarmos o efeito destes na tenacidade do material. Os valores obtidos de dureza e fator de intensidade de tensões para os resfriamentos descontínuos empregados são apresentados na figura 4 juntos dos obtidos por envelhecimento isotérmico a 550°C por 16 horas.

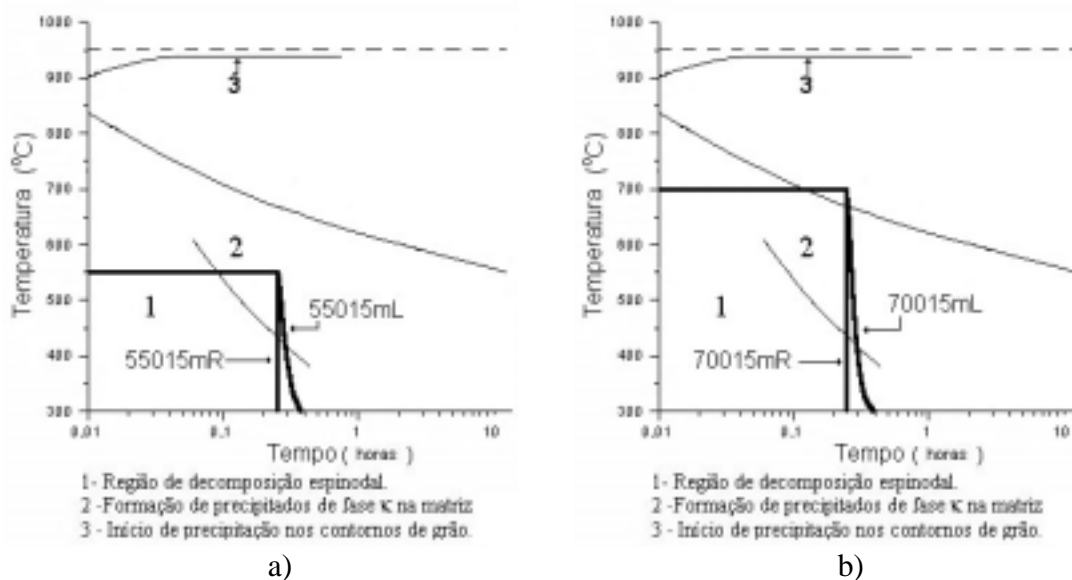


Figura 3- Esquema das trajetórias de resfriamento contínuo empregado em amostras com 1,25%Si. a) Resfriamento de 34 °C/s de 1050°C até 550°C permanecendo 15 min, seguido de resfriamento de 34°C/s até a temperatura ambiente (55015mR) e resfriamento rápido até a temperatura de parada 550°C seguido de resfriamento lento de 2°C/s até a temperatura ambiente (55015mL).

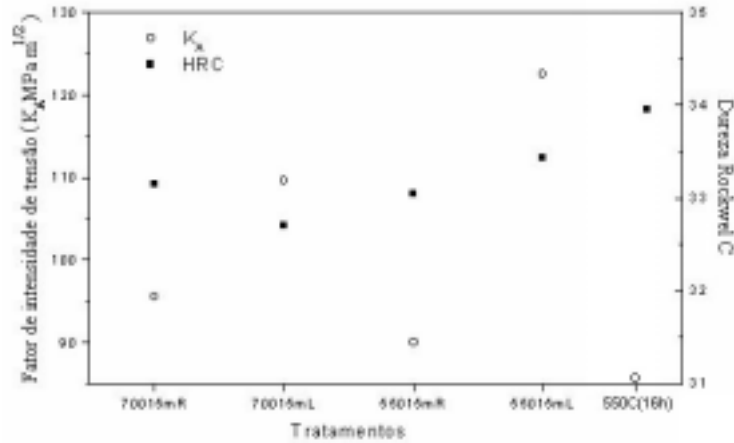


Figura 4. Variação dos fatores de intensidades de tensões aparente e dureza Rockwell C com as trajetórias de resfriamento contínuo, para liga com 1,25% Si.. 550C(16h) amostra envelhecida a 500°C por 16 horas.

De uma maneira em geral os valores de dureza resultantes das diferentes trajetórias de resfriamento ficaram bastantes próximos. Os valores dos fatores de intensidade de tensão das trajetórias de resfriamento descontínuos foram superiores ao da condição envelhecida a 550°C por 16 horas, chegando a um aumento de 40% para a condição 55015mL. Ao observarmos os contornos de grão (figura 5) de uma amostra submetida ao tratamento de resfriamentos descontínuos 55015mL, notamos a presença de precipitados nos contornos de grão. De acordo com o diagrama TTT, esta precipitação ocorreu durante o resfriamento a partir da temperatura de solubilização. A taxa de resfriamento de 34°C/s não foi suficiente para evitar a formação de precipitados nos contornos, refletindo nos valores de fator de intensidade de tensões das trajetórias de resfriamento descontínuos. O mecanismo de fratura obtido em todas as trajetórias foi predominantemente transgranular (figura 6). Isto está associado à hipótese de um elevado nível dos campos de tensões, devido à modulação composicional da estrutura austenítica do sistema FeMnAlC durante a decomposição (Sato, 1989). A formação da fase ordenada  $\kappa$  no interior da matriz é acompanhada pelo enriquecimento desta em C e Al e o conseqüente empobrecimento da austenita destes elementos. Isto irá refletir no aumento do parâmetro de reticulado da fase  $\kappa$  e conseqüentemente na redução do parâmetro de reticulado da austenita em torno do precipitado, causando assim um desarranjo entre matriz e precipitado e geração de tensões elásticas no interior da matriz (Choo, 1997). O aumento desta tensões elásticas são responsáveis pelo mecanismo de fratura transgranular observado. Isto indica que a estrutura presente na matriz é característica de uma matriz com precipitação de uma fase  $\kappa$ . A estrutura esperada pelas trajetórias seria uma característica da região espinoidal, tendo um menor índice de tensões elásticas, ou seja, durante o resfriamento a partir da temperatura de solubilização a velocidade não foi suficiente para evitar transformações na matriz nas temperaturas elevadas, nas quais a cinética é mais rápida, sendo assim intensificada a formação da fase ordenada  $\kappa$  no interior da matriz.

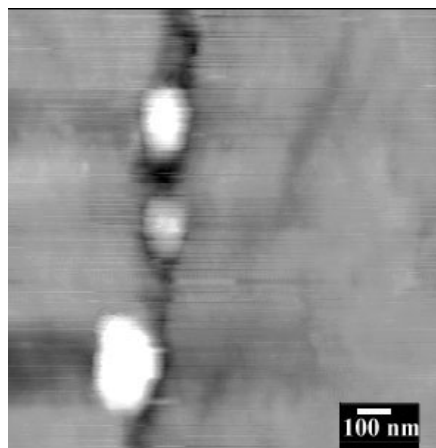


Figura 5 – Microestruturas resultantes das trajetórias de resfriamento. Resfriamento de 34°C/s de 1050°C até 550°C permanecendo por 15 min, seguido de resfriamento de 2°C/s até a temperatura ambiente (55015mL). Foto de Microscopia de Força Atômica.



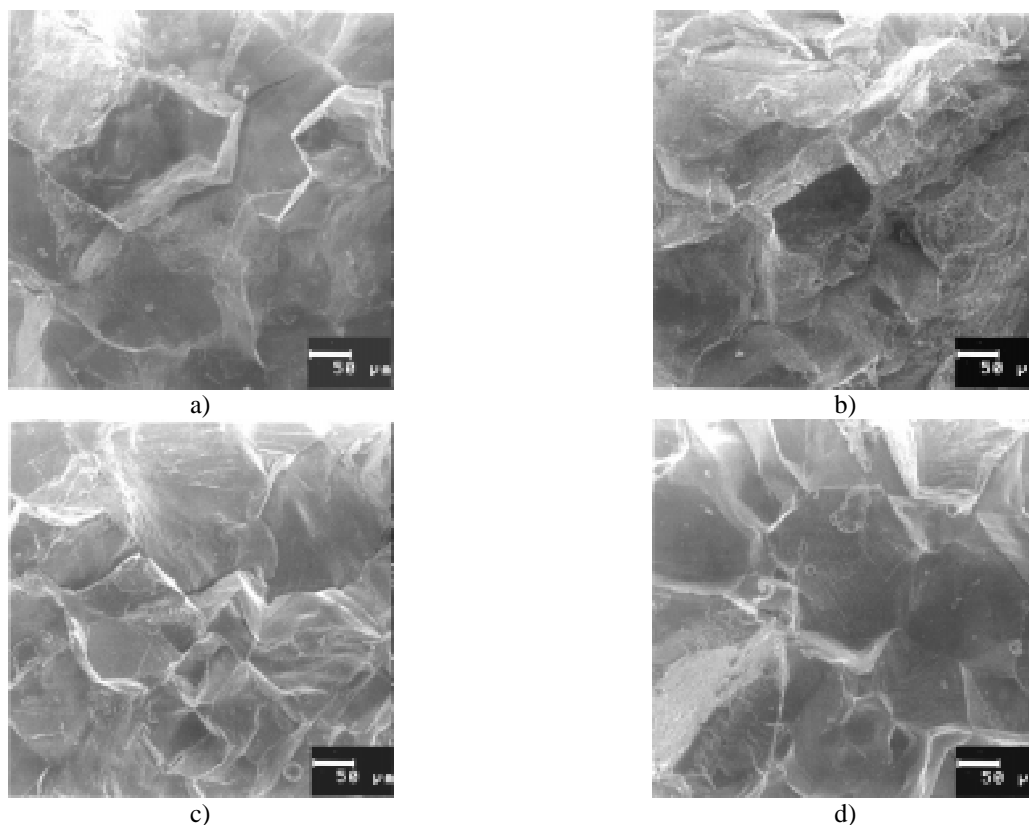


Figura 6- Superfícies de fraturas (MEV). a) Resfriamento de 34°C/s de 1050°C até 700°C permanecendo por 15 min, seguido de resfriamento de 34°C/s até a temperatura ambiente (70015mR). b) Tratamento semelhante ao anterior, sendo que o resfriamento após a parada a 700°C foi de 2°C/s (70015minL). c) Resfriamento de 34°C/s de 1050°C até 550°C permanecendo por 15 min, seguido de resfriamento de 34°C/s até a temperatura ambiente (55015mR). d) Resfriamento de 34°C/s de 1050°C até 550°C permanecendo por 15 min, seguido de resfriamento de 2°C/s até a temperatura ambiente (55015mL).

O tratamento (55015mR) de temperatura de parada de 550°C seguido de permanência de 15 min e resfriamento rápido posterior, apresentou valores de fator de intensidade de tensões similares ao de parada a 700°C (70015mR), tendo em vista que o parâmetro de reticulado da fase ordenada  $\kappa$  é dependente da temperatura (Storchak, 1978), a fase precipitada no interior da matriz a 550°C teria um parâmetro de reticulado menor e consequentemente uma menor diferença em relação ao parâmetro da matriz, resultando em menores níveis de tensões elásticas no interior da matriz. Isto indica que o resfriamento rápido a partir da temperatura de parada leva a um tensionamento na matriz que reflete nos valores de  $K_A$ .

Aplicação de velocidades de resfriamento lenta a partir das temperaturas de parada refletiu na melhora dos valores de  $K_A$ , principalmente para o tratamento com paradas a 550°C por 15 min seguido de resfriamento lento. A taxa de resfriamento menor levou após a temperatura de parada levou ao alívio das tensões geradas pelo resfriamento rápido após as temperaturas de paradas. A trajetória 55015L teve um aumento de  $K_A$  de 36% em relação a 55015mR apesar de também apresentar uma fratura transgranular, indicando a existência de tensões elásticas no interior da matriz.

Tomando como base os resultados dos resfriamentos descontínuos, temos que níveis melhores de tenacidade podem ser obtidos com uma estrutura menos tensionada, resultante de resfriamento lento a partir de 550°C. Além disso, tempos de parada menores que 15 min, na faixa de decomposição espinoidal parecem apontar para trajetórias com melhores resultados em termo de tenacidade.

#### 4. Conclusões

Diferentes trajetórias de resfriamento descontínuos foram obtidas a partir de um diagrama temperatura, tempo e transformação esquemático levantado a microscopia na faixa de temperatura de 400-900°C, sendo a tenacidade avaliada por ensaio de dobramento e chegando as seguintes conclusões:

- 1- A taxa de resfriamento a partir da temperatura de solubilização até as temperaturas de paradas não foi suficiente para evitar a formação de precipitados nos contornos de grão. Taxas maiores apontariam para uma melhora dos valores de tenacidade com a diminuição ou eliminação dos precipitados nos contornos de grão.

- 2- O tratamento com parada a 550°C seguido de resfriamento de 2°C/s mostrou melhores resultados em termos de tenacidade. O resfriamento lento após a temperatura de parada serviu para relaxação das tensões geradas nos precipitados na matriz durante os resfriamentos mais rápidos.
- 3- Tempos de envelhecimentos inferiores a 15 min para temperaturas de parada 550°C, apontam para tratamentos com melhores resultados em termo de tenacidade, aproveitando melhor a estrutura com menores tensões elásticas, no interior da matriz, resultante do processo de decomposição espinoidal.

**5. Agradecimentos-** Os autores agradecem o suporte financeiro do CNPq, CAPES e FAPERJ.

## 6. Referências

- Benz, J.C. and Leavenworth, H.W., 1985, "An assessment of Fe-Mn-Al alloy as substitutes for stainless steels", J. Metals, March, Vol.37, pp. 36-39.
- Choo, W.K., Kim, H.J. and Yoon, J.C., 1997, "Microstructure change in austenitic Fe-30.0wt%Mn-7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinoidal decomposition and its influence on mechanical properties", Acta. Mater., Vol. 45, No. 12, pp. 4877-4885.
- Chuitov, K.V., 1975, "Modulated structure of Age-hardenable alloy", Naukova Dumka.
- Hale, G.E. and Baker, A.J., 1987, "Carbide precipitation in austenitic Fe-Mn-Al-C alloy", Alternate Alloy for environmental Resistance, New Orleans, Louisiana, USA, 2-6 Mar., The Metallurgical Society, pp. 67-89.
- Kalashnikov, J.S., Litvinov, V.S., Khadyev, M.S. and Cchumakova, L.D., 1984, "The fine structure of carbon Fe-Mn-Al austenite after aging", Fiz. Metal. Metaloved, Vol.57, No. 6, pp. 1216-1219.
- Kalashnikov, I.S., Kibalnik, V.D., Litvinov, V.S. and Maliyenko, Y.I., 1986, "Structure deviation in a high-strength 90G28Yu9MVB steels at the early stages of aging", in Structure and properties of non-magnetic steels. Moscow Nauka, pp. 83.
- Kalashnikov, I.S., Ayselrad, O., Kalichak, T., Khadyev, M.S. and Pereira, L.C., 2000, "Behavior of Fe-Mn-Al-C steel during Cyclic Testes", JMEPEG, Vol. 9, No. 3, June, pp. 334-337.
- Karakishev, S.D., Kalashnikov, I.S., 1986, "Short range ordering of aluminum atoms in austenite lattice of 9G28Yu9MVB steel", Phys. Met. Metallogr., Vol. 62, No. 3, pp. 647-650.
- Lin, Y.C., 1999, "Structure and Superparamagnetic Properties of Overaged Fe-Mn-Al-C alloy", Acta. Mater., Vol. 47, No 18, pp. 4665-4681.
- Sato, K., Tagawa, K. and Inoue, Y., 1990, "Modulated structure and magnetic properties of age-hardenable Fe-Mn-Al-C alloy.", Metall. Trans., 21A, pp. 5-11.
- Sato, K., Tagawa, K. and Inoue, Y., 1989, "Spinodal decomposition and mechanical Properties of an austenitic Fe-30wt%Mn-9wt%Al-0.9wt%C alloy.", Mat. Sci. Eng., A 111, pp. 45-50.
- Schmatz, D.J., 1960, "Structure and properties of austenitic alloy containing aluminum and silicon.", Trans. ASM, Vol. 52, pp. 898-913.
- Storchak, N.A. and Drachinskaya, A. G., 1978, "Strengthenig of Fe-Mn-Al-C alloy during aging.", Phys. Met. Metall., Vol. 44, No. 2, pp. 123-130.
- Zhao, J.C. and Notis, M. R., "Spinodal decomposition, ordering transformation and discontinuous precipitation in a Cu-15Ni-8Sn alloy.", Acta. Mater., Vol. 46, No. 12, pp. 4203-4218.

### Discontinuous treatments of an Fe-Mn-Al-C alloy

#### Edgard de Macedo Silva

Federal Center for Technological Education, CEFET-CE, Brazil, Av. Treze de Maio 2081 Fortaleza-Ceará CEP 60040-531, 55 85 2883711, [edgard@cefet-ce.br](mailto:edgard@cefet-ce.br).

#### Oscar Ayselrad

Metallurgy and Materials Engineering, COPPE/URFJ, Brazil

#### Igor Serafimovick Kalashnikov

Institute for Aviation Materials, VIAM, Russia.

### Abstract

*The alloy of the austenitic FeMnAlC system has been studied as alternative in some structural applications, as a material of high resistance without substantial loss of toughness. Isothermal treatment at 550°C for 16 hours is considered to give the best results of mechanical properties. This result is attributed to the precipitation of fined dispersed particles of an ordered  $\kappa$  phase  $(Fe,Mn)_3AlC_x$  formed by spinodal decomposition in the matrix. A temperature, time and transformation (TTT) diagram of an austenitic alloy with nominal composition Fe-28%Mn-8%Al-1%C-1.25% Si, in weight, was built in the temperature range of 400-900°C, for times of treatments up to 75 hours. According to the TTT diagram different conditions of discontinuous cooling*

*from solution treated temperature (1050°C) was defined, in order to compare with the conventional treatment at 550°C. The apparent tension intensity factor  $K_a$  and hardness were used to compare the treatments. The results showed that fast cooling to temperature around 550°C, followed by permanence with time around 15 min inside the area of spinodal decomposition and slow cooling until the room temperature, can drive to a material with the desired characteristic.*

**Keywords.** *Mechanical properties, heat treatment and FeMnAlC alloys.*

# AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE COMPÓSITOS CERÂMICOS PARA CONFEÇÃO DE FERRAMENTAS DE CORTE COM O USO DE VISÃO COMPUTACIONAL

Sandro Aparecido Baldacim<sup>1</sup>

João Eduardo Borelli<sup>2</sup>

Celso Aparecido de França<sup>3</sup>

Olivério Moreira Macedo Silva<sup>4</sup>

Cosme Roberto Moreira da Silva<sup>5</sup>

Luís Gonzaga Trabasso<sup>6</sup>

<sup>1,4,5</sup> AMR - IAE - CTA, 12228-901, São José dos Campos – SP, Brazil

<sup>2,6</sup> Instituto de Tecnologia de Aeronáutica, Departamento de Engenharia Mecânica, CTA, 12228-901, São José dos Campos – SP, Brazil

<sup>3</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Computação, 13570-970, São Carlos – SP,

**Resumo:** Apesar de muitos trabalhos realizados nesse assunto, a quantificação dos fenômenos de desgaste permanece problemática, onde as principais propriedades que são normalmente correlacionadas com a resistência de desgaste são a tenacidade à fratura e a dureza. Em materiais cerâmicos, estes dois parâmetros são dependentes do tipo de microestrutura, como a morfologia e a razão de aspecto (comprimento versus diâmetro) dos grãos, formada após o processo de sinterização, e dos whiskers utilizados como agentes tenacificadores. Para a determinação desses parâmetros foi desenvolvido um software, baseado na teoria de momentos, que faz as análises das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, fornecendo índices de parâmetros de área, eixo maior, eixo menor e alongação dos grãos de cada composição. O objetivo deste trabalho foi analisar a morfologia, principalmente a razão de aspecto dos grãos da matriz e dos whiskers, dado pela relação eixo maior / eixo menor, e correlacioná-la às propriedades mecânicas dos compósitos cerâmicos estudados.

**Palavras chaves:** compósitos cerâmicos, dureza, tenacidade à fratura, razão de aspecto, ferramentas de corte.

## 1. Introdução

Apesar de muitos trabalhos realizados neste assunto, a quantificação dos fenômenos de desgaste permanece problemática, onde as principais propriedades que são normalmente correlacionadas com a resistência de desgaste, são a tenacidade e a dureza (Gonzales, 1994). Assim, a alta dureza em combinação com a alta tenacidade e geometria, que evitam de certa forma cavacos irregulares, são, sem dúvida, os fatores decisivos no aumento de resistência ao desgaste de ferramentas de corte.

O comportamento de ferramentas de corte com relação a dureza em função da temperatura, pode ser observada na Fig. (1) (Oliveira, 1991), onde os materiais cerâmicos, por sua alta dureza, são, sob este aspecto, superiores aos metais duros, especialmente em temperaturas elevadas.

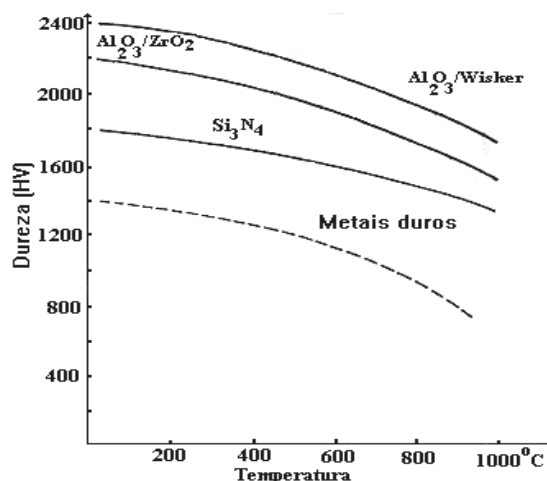


Figura 1. Gráfico de dureza em função da temperatura, de ferramentas cerâmicas e metal duro (Oliveira, 1991).

A variedade de processos complexos de atrito, associado ao corte do material a ser usinado, exige que os fatores que controlam o desgaste de ferramentas sejam definidos para cada aplicação específica (Silva, 1992).

Os resultados referentes à caracterização de uma operação de usinagem, tais como as forças de usinagem e desgastes de ferramentas, são difíceis de serem analisados e interpretados, devido a multiplicidade de fatores que intervêm no processo, como a velocidade e profundidade de corte, avanço, geometria da ferramenta, aresta postiça de corte, combinação de materiais, etc. O número de combinações possíveis de todos estes fatores é muito grande. Por exemplo, as ferramentas de corte para torneamento, ficam submetidas a diferentes solicitações em serviço, para diferentes operações e tipos de materiais. As principais solicitações são o desgaste, fadiga térmica, choque térmicos e/ou mecânicos. Assim, o grande desafio dos fabricantes de ferramentas de corte é produzir ferramentas que resistam da melhor maneira possível a estas solicitações (Silva, 1992).

De uma maneira geral, as ferramentas que apresentam boa resistência ao desgaste são, normalmente, aquelas que apresentam elevada dureza. Por outro lado, são suscetíveis à ruptura catastrófica, devido à baixa tenacidade. Assim, surgiu o interesse de fabricar ferramentas de corte a partir de compósitos cerâmicos, pois, com o incremento de whiskers, procura-se um aumento considerável com relação a tenacidade à fratura.

Por outro lado, a utilização de whiskers altera a microestrutura final, influenciando nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos cerâmicos, tornando-se necessário um estudo mais aprofundado neste aspecto. Tem-se que para compósitos cerâmicos reforçados com whiskers, a densificação via sinterização normal é muito difícil, devido a interferência dos whiskers no rearranjo das partículas da matriz e na retração volumétrica do compósito (Tiegs, 1990; Tuffe, 1994; Porter, 1987). Entretanto, para compósitos densificados por prensagem uniaxial à quente, a interferência dos whiskers também existe, mas é extremamente atenuada pela utilização de pressão durante a sinterização, o que força o rearranjo das partículas, obtendo-se desta forma, compósitos cerâmicos com densidades próximas da teórica (Tuffe, 1994; Porter, 1987).

A redução da razão de aspecto (razão entre o comprimento versus diâmetro) dos whiskers promove uma maior densificação, pelo aumento do empacotamento das partículas. Todavia, diminui a resistência mecânica à flexão e a tenacidade à fratura do compósito (Baek, 1989]. Portanto, como consequência deste comportamento ambíguo, deve haver um equilíbrio com relação a razão de aspecto dos whiskers, de modo a se balancear as propriedades mecânicas envolvidas.

Baek e Kim (1989) estudaram a influência do comprimento dos whiskers nas propriedades mecânicas do compósito  $Al_2O_3$ - 20% vol  $SiC_{(w)}$ , onde verificaram que, utilizando whiskers maiores, há um aumento tanto na resistência mecânica quanto na tenacidade à fratura dos compósitos.

Whiskers longos são mais efetivos para o aumento da resistência mecânica do compósito, porque o mecanismo básico é a transferência de carga da matriz para os whiskers, ou seja, quanto maior o comprimento dos whiskers, maior será a quantidade de carga transferida. Por outro lado, com o aumento do comprimento médio dos whiskers, o incremento da resistência mecânica é reduzido e esta propriedade mostra um limite assintótico, pois, em composições contendo mais de 20% em volume de whiskers, a densificação começa a ser fortemente inibida, mesmo utilizando prensagem à quente, acarretando um aumento na porosidade do material e uma consequente redução da resistência mecânica.

Com relação a tenacidade à fratura, quanto maior o comprimento dos whiskers, maior será a tenacidade, pois haverá mais interação da trinca com os whiskers, ativando os diversos mecanismos de ganho de tenacidade, que consumirá mais energia da trinca.

## 2. Análises por visão computacional

A tarefa de visão de máquina pode ser dividida em quatro etapas: transdução do sinal, pré-processamento, extração de características e interpretação das características (França, 1994), conforme Fig. (2).

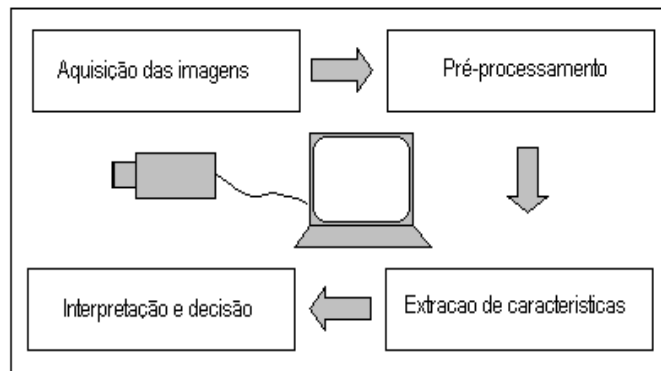


Figura 2. Análise por visão computacional.

Para aquisição das imagens foi efetuada por uma câmera CCD ligada a uma placa framegrabber acoplada a um microcomputador. Para o pré-processamento e análise dos dados das imagens das estruturas foi usado um computador Pentium II, 450 MHz e 128 Mb de RAM. O pré-processamento melhora o sinal que vem do sensor e prepara a imagem para que dela sejam extraídas as características de interesse do usuário. Os filtros usados para eliminar ruídos e detectores de borda, segmentação, histograma, equalização, binarização, são exemplos de rotinas de pré-processamento e podem ser implementados em software ou hardware.

O pré-processamento é condição necessária à extração de características. Nessa etapa utilizou-se a rotina de segmentação de região de duas maneiras: automática e iterativa. O processo automático consiste na aplicação do algoritmo denominado *region growing* que isola e binariza regiões de interesse na imagem. A Fig. (4) mostra o resultado do algoritmo aplicado na Fig. (3). O processo iterativo necessita de um especialista que delimite a região de interesse e especifica a segmentação com o auxílio de um mouse. A Fig. (5) mostra a delimitação e binarização da região selecionada pelo especialista. O processo iterativo é útil em casos onde o processo automático não é capaz de segmentar as regiões de interesse. As medidas da área, comprimento de eixos são calculados tomando-se como base a referência graduada colocada canto inferior direito das imagens.

A segmentação é um processo que divide o domínio espacial da imagem em um conjunto de regiões mutuamente exclusivas. Cada região é uniforme e homogênea em relação a alguma propriedade em comum, tal como tom ou textura e o valor de sua propriedade é de alguma maneira significativamente diferente do valor de cada região vizinha. O processo de segmentação que usa a intensidade da imagem como propriedade produz regiões que apresentam características tonais discretas (Borelli, 2000; Nitzan, 1988). A segmentação é um dos elementos mais importantes na análise automatizada de imagens porque é neste processo que objetos e outras entidades de interesse são extraídas da imagem para processamento posterior. Os algoritmos de segmentação geralmente baseiam-se em uma das duas propriedades básicas de valores de nível de cinza: descontinuidade e similaridade. Podem ser usadas técnicas como binarização, (*threshold*), crescimento de região (*region growing*) e estratégias “divide-e-une” (*splitting and merging*) (Gonzales, 1993). A binarização significa dividir a imagem em dois tons com corte em um *threshold* pré estabelecido.

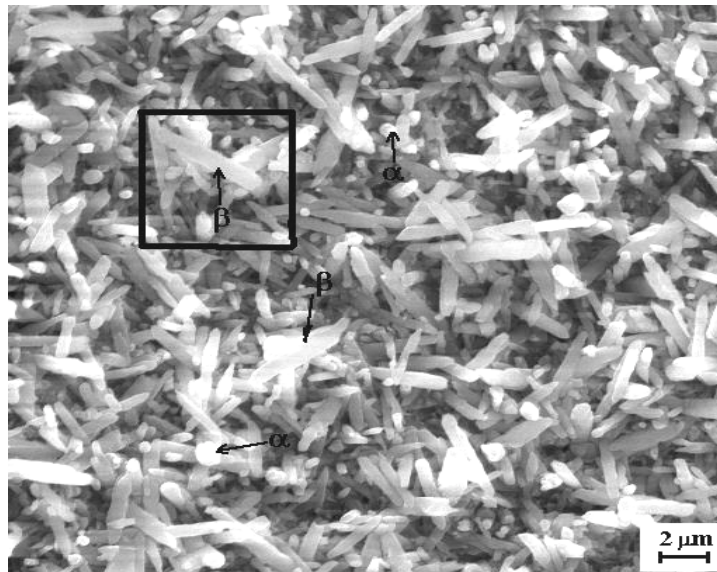


Figura 3. Imagem original.

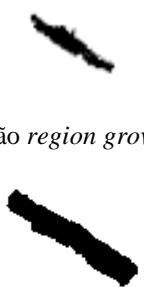


Figura 4. Algoritmo de segmentação *region growing* aplicado na imagem original.

Figura 5. Segmentação iterativa aplicada a imagem original.

As características de forma como área, comprimento dos eixos maior e eixo menor e alongação foram extraídas com o uso de momentos. Os momentos de baixa ordem representam várias características relacionadas com a forma dos objetos. A área pode ser calculada pelo momento de ordem zero ( $m_{00}$ ). Os momentos de primeira ordem  $m_{01}$  e  $m_{10}$  são usados para calcular o centro de massa do objeto e com os momentos de segunda ordem ( $m_{11}$ ,  $m_{20}$  e  $m_{02}$ ) pode-se obter as direções principais, conforme pode ser visto nas Eq. (1) (Nitzan,1988; Ballard, 1982; Teague, 1980).

Considerando os momentos de segunda ordem, a imagem segmentada de um grão é equivalente a imagem de uma elipse com tamanho, orientação e excentricidade definidos e centralizados no centro de massa da imagem, conforme mostra a Fig. (6) extraída de Teague (1980) e Parker (1996).

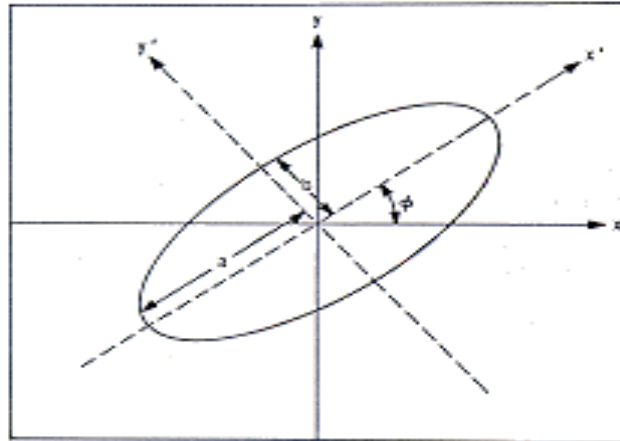


Figura 6. Imagem da elipse.

Os comprimentos dos eixos maior  $\alpha$  e eixo menor  $\beta$  são calculados pelas Eq. (2) e Eq. (3) (Ballard, 1982). A inclinação do eixo principal da elipse é dada pela Eq. (4) e a alongação pode ser calculada através da Eq. (5).

$$\begin{aligned}
 m_{0,0} &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) dx dy \\
 m_{1,0} &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} x \cdot f(x, y) dx dy \\
 m_{0,1} &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} y \cdot f(x, y) dx dy \\
 m_{2,0} &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} x^2 f(x, y) dx dy \\
 m_{0,2} &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} y^2 f(x, y) dx dy \\
 m_{1,1} &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} x \cdot y \cdot f(x, y) dx dy
 \end{aligned}
 \tag{1}$$

$$\alpha = \left[ \frac{2 \left[ m_{20} + m_{02} + \sqrt{(m_{20} - m_{02})^2 + 4m_{11}^2} \right]}{m_{00}} \right]^{\frac{1}{2}}
 \tag{2}$$

$$\beta = \left[ \frac{2 \left[ m_{20} + m_{02} - \sqrt{(m_{20} - m_{02})^2 + 4m_{11}^2} \right]}{m_{00}} \right]^{\frac{1}{2}}
 \tag{3}$$

$$\phi = \frac{1}{2} \tan^{-1} \frac{2m_{11}}{(m_{20} - m_{02})} \tag{4}$$

$$e = \sqrt{\frac{m_{20} \cos^2 \phi + m_{02} \sin^2 \phi - m_{11} \sin^2(2\phi)}{m_{20} \sin^2 \phi + m_{02} \cos^2 \phi - m_{11} \cos^2(2\phi)}} \tag{5}$$

As características de média de nível de cinza tanto na parte interior das lesões como na parte exterior, foram calculadas através da Eq. (6) (Teague, 1980).

$$Mc = \frac{1}{m_{00}} \sum_{m=x_1}^{x_2} \sum_{n=y_1}^{y_2} f(x,y) \tag{6}$$

Onde  $f(x,y)$  representa a intensidade de cinza da imagem no ponto  $(x,y)$ .

### 3. Procedimento Experimental

Foram utilizados, como materiais de partida para a fabricação de compósitos cerâmicos, uma matriz composta de nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), nitreto de alumínio (AlN) e óxido de ítrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ). Como reforço, utilizou-se whiskers de carbeto de silício ( $\text{SiC}_{(w)}$ ). As composições estão apresentadas na Tab. (1).

Tabela 1. Composições utilizadas na confecção dos compósitos cerâmicos.

Composição	Matriz (% em peso)			Whiskers (% em volume)
	$\text{Si}_3\text{N}_4$	AlN	$\text{Y}_2\text{O}_3$	SiC
1	90	5	5	10
2	90	5	5	20
3	90	5	5	30

Após estipuladas as composições, por meio das regra da mistura, realizou-se a etapa de moagem/homogeneização via úmido, em moinho de bolas, por um período de 24 hs. Após esta etapa, as composições foram compactadas em matriz de aço, com camisa flutuante, com carga de 50 MPa, sendo em seguida submetidas a prensagem uniaxial a frio à 300 MPa. O processo de sinterização, por prensagem uniaxial a quente, foi realizado em atmosfera de nitrogênio, sob temperatura de 1750 °C, com taxa de aquecimento de 15 °C/min, patamar de 30 min. e pressão de 20 MPa.

Com relação as propriedades físicas, a massa específica foi determinada utilizando-se a norma ASTM C20-87, tomando-se em média três medidas de cada corpos-de-prova.

As análises microestruturais das seções transversais dos corpos-de-prova sinterizados, polidas e atacadas com um reagente adequado, foram realizadas por intermédio de um microscópio eletrônico de varredura Zeiss, modelo DSN/950. As análises de tamanho de grãos e as medidas da razão de aspecto foram efetuadas com o uso de visão computacional.

Com relação as propriedades mecânicas, determinou-se a microdureza e a tenacidade à fratura, utilizando o método de impressão por indentação Vickers, onde os corpos-de-prova foram submetidos a cinco indentações, com carga de 2,5 kg., utilizando penetrador de diamante.

### 4. Resultados e Discussões

#### 4.1. Massa específica

Os resultados obtidos foram muito satisfatórios, fornecendo valores de massa específica próxima a teórica. Como o mecanismo atuante de densificação ocorre através da fase líquida, a utilização de pressão, associada a alta temperatura, acelera a cinética de densificação pelo aumento do contato entre as partículas e pelo maior rearranjo das posições produzido, aumentando, assim, o empacotamento do corpo a ser sinterizado. Por outro lado, os valores de massa específica decresceram com o acréscimo da fração volumétrica de whiskers, indicando a interferência destes no rearranjo de partículas da matriz e na retração volumétrica dos compósitos.



A Tabela (2) apresenta os valores de massa específica e a respectiva densidade teórica para as composições utilizadas neste trabalho.

Tabela 2 – Resultados de massa específica e respectiva densidade teórica.

Composição	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade teórica (%)
1	3,20	98,40
2	3,16	97,00
3	3,10	95,70

#### 4.2. Análises por microscopia eletrônica de varredura

As análises por microscopia eletrônica de varredura, mostrada pela Fig. (7), mostram a dependência da microestrutura ( forma, tamanho e distribuição de grãos) com a fração volumétrica de whiskers utilizada.

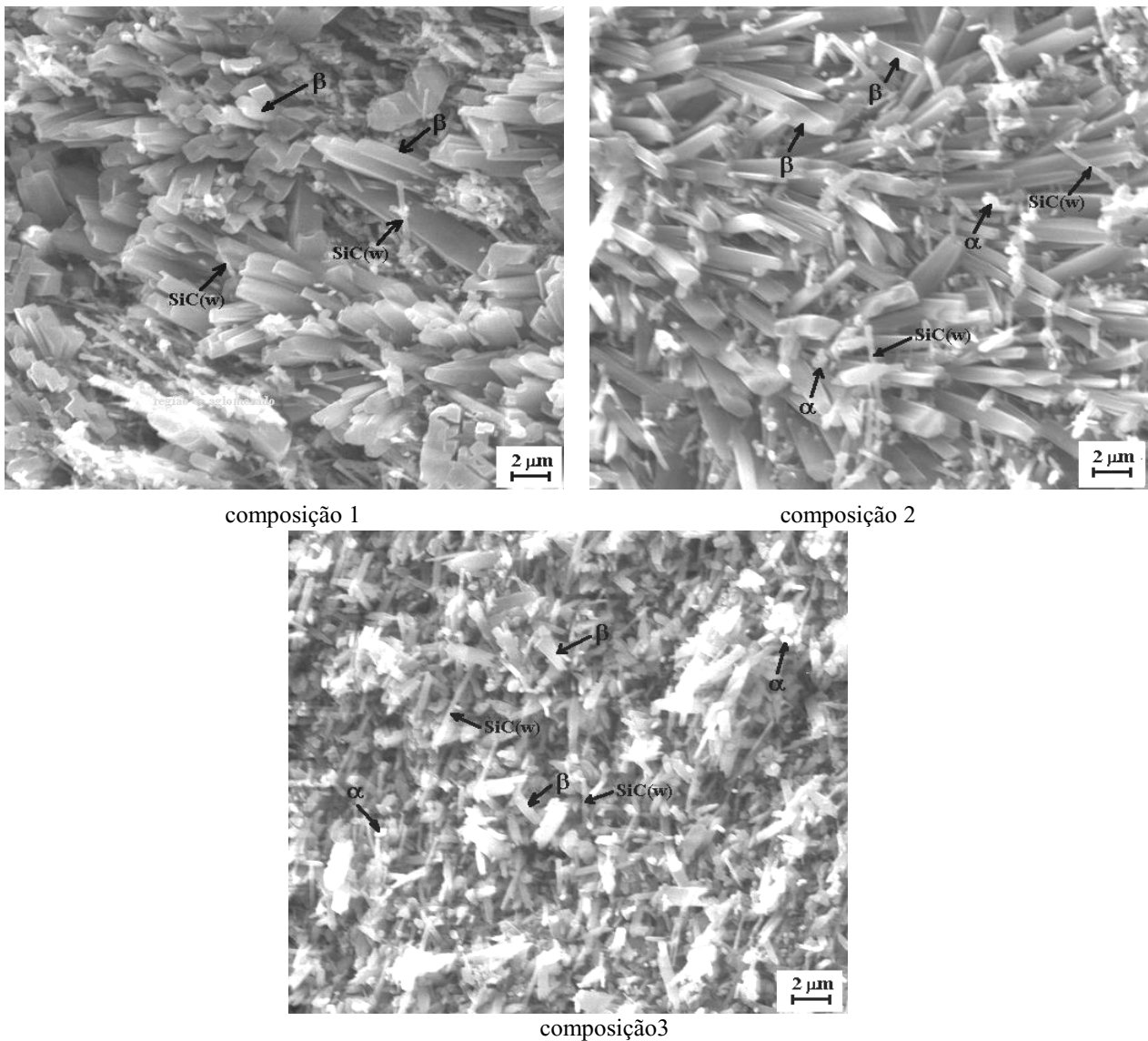


Figura 7 – Fotomicrografia mostrando a dependência da microestrutura com a quantidade de fração volumétrica de whiskers utilizada em cada composição. Observa-se a presença de grãos  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (formato equiaxial), grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (formato alongado) e whiskers distribuídos uniformemente na matriz.

Observa-se a presença de grãos  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, caracterizado pelo formato equiaxial, grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, caracterizado pelo formato alongado e whiskers com aspecto microfibras. Observa-se, também, que os SiC<sub>(w)</sub> promovem uma inibição no crescimento de grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, tornando mais acentuada com o aumento da fração volumétrica de whiskers. A presença de porosidades, mais significativa para os compósitos com alta fração volumétrica de SiC<sub>(w)</sub>, deve-se a interferência dos SiC<sub>(w)</sub> no rearranjo de grãos da matriz, provocando um decréscimo da massa específica aparente.

O processo de moagem/homogeneização mostrou-se eficaz, podendo-se observar, pelas microestruturas analisadas, uma distribuição uniforme e homogênea de whiskers na matriz. Este é um fator muito importante de ser atingido durante o processamento, pois a não homogeneidade é a principal causa no decréscimo das propriedades físicas e mecânicas.

### 4.3. Determinação da razão de aspecto

As propriedades morfológicas dos whiskers de carbetto de silício e dos grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> foram extraídas das imagens obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura, mostradas pela Fig. (7).

O sistema de coleta dos dados está mostrado na Fig. (8), onde apresenta as medidas para um whiskers detectado na composição 1. O botão “referencia” carrega a imagem de área conhecida, o botão “imagem” carrega a imagem do whisker seguímentado e fornece as medidas da área, eixo maior, eixo menor e alongação com base no calculo dos momentos: m01, m10, m02, m20, m03, m30 e ângulos: fi1, fi2, f3, fi4, fi5, fi6 e fi7. Os resultados dos cálculos são obtidos segundo o software desenvolvido.

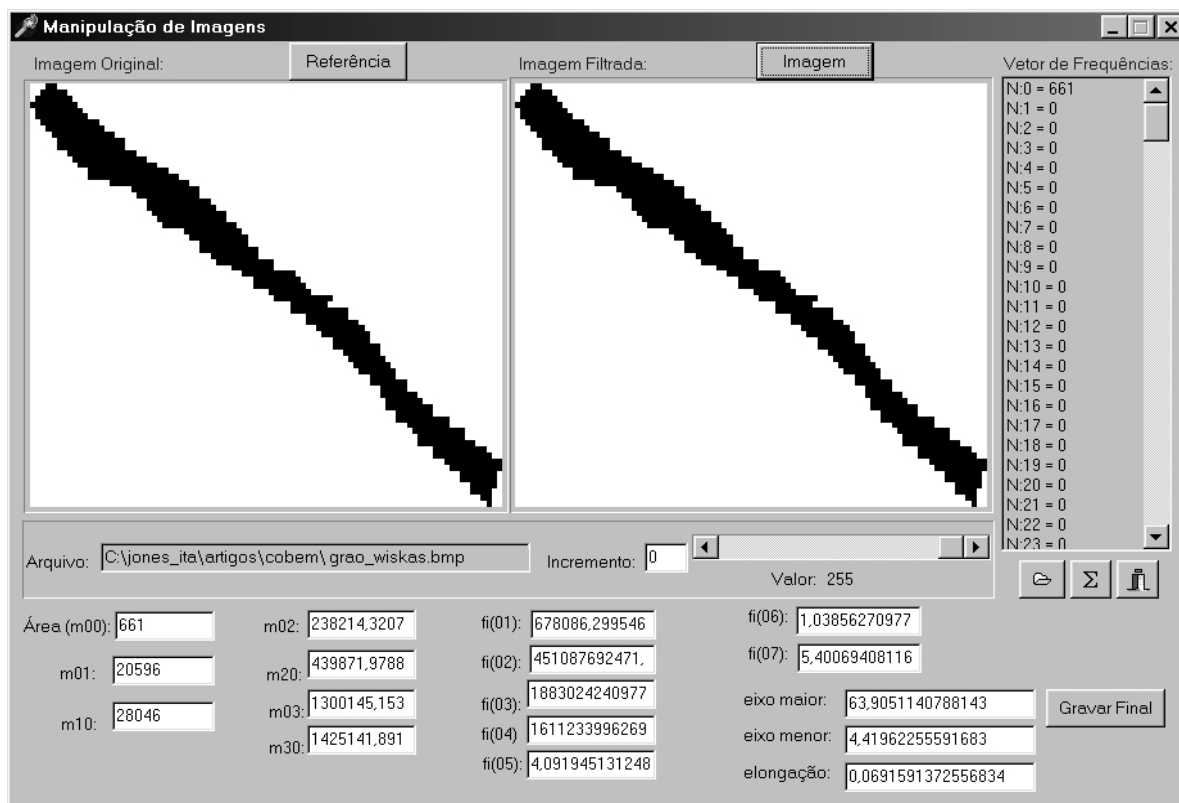


Figura 8. Sistema de coleta de dados da característica morfológica do whiskers.

A determinação da razão de aspecto dos whiskers e dos grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> foram obtidas pela relação eixo maior / eixo menor, tomando-se em média cinco medidas, sendo os resultados mostrados na Tab. (3).

Tabela 3. Resultados de razão de aspecto para os whiskers e grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, utilizando visão computacional.

Composição	Whiskers de carbetto de silício	Grãos $\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
1	11,96 ± 0,16	7,86 ± 0,20
2	18,03 ± 0,17	8,91 ± 0,18
3	8,60 ± 0,27	5,94 ± 0,36

As composições 1 e 2 apresentaram uma alta razão de aspecto para os whiskers e grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Por outro lado, na composição 3, pode observar a interferência da alta fração volumétrica na microestrutura, onde o crescimento de grãos foi fortemente inibido apresentando uma baixa razão de aspecto.

#### 4.4. Propriedades Mecânicas

A tabela 3 mostra os resultados obtidos de microdureza e tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ), ambos obtidos pelo método de indentação Vickers, tomando-se em média cinco medidas.

Tabela 3 – Resultados das propriedades mecânicas obtidas.

Composição	Microdureza (GPa)	$K_{Ic}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )
1	16,60 ± 0,25	8,33 ± 0,23
2	15,52 ± 0,21	10,36 ± 0,38
3	13,97 ± 0,15	8,10 ± 0,22

O nível de densificação, avaliado pela massa específica aparente, é o principal fator para justificar os valores de microdureza Vickers obtidos. Observou-se que estes valores decresceram à medida que o nível de densificação diminuiu, estando diretamente ligados a fração volumétrica de whiskers.

Outro fator importante para justificar os valores de microdureza é a presença da fase  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> remanescente mais dura que a fase  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, segundo a literatura. Assim, dependendo da aplicação, a conjugação da elevada dureza da fase  $\alpha$  com a melhor tenacidade à fratura da fase  $\beta$  é fundamental para obter excelentes propriedades mecânicas.

A utilização de whiskers, como reforço, promoveu um aumento significativo, da ordem de 60 à 70%, na tenacidade à fratura, quando comparado com o material monolítico ( $\approx 6$  MPa. m<sup>1/2</sup>). Isto pode estar relacionado com a possível atuação de mecanismos de tenacificação, como a deflexão de trinca e de ponte de trinca. Outro fator importante para este aumento está relacionado com alta razão de aspecto da microestrutura, pois quanto maior o comprimento dos grãos e whiskers, maior a tenacidade à fratura, devido a maior interação da trinca com estes, ativando os mecanismos citados acima.

O decréscimo da tenacidade à fratura para a composição 3 pode estar relacionado à alta fração volumétrica de whiskers utilizada que inibiu o crescimento de grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e promoveu uma interferência significativa no rearranjo de grãos da matriz, ocasionando um decréscimo no nível de densificação desta composição.

#### 5. Conclusões

As propriedades físicas e mecânicas dos compósitos cerâmicos estudados apresentaram-se dependentes da fração volumétrica de whiskers utilizadas, que influenciou diretamente o tipo de microestrutura formado. Análise microestrutural revelou as estruturas  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, caracterizadas por grãos equiaxiais e grãos alongados, respectivamente, e a presença de whiskers distribuídos de maneira homogênea na matriz, sendo este o fator crítico na fabricação de compósitos cerâmicos.

A massa específica obtida na sinterização por prensagem uniaxial a quente foi próxima à teórica, indicando que a interferência dos whiskers no rearranjo das partículas e na retração linear foi atenuada pela utilização de pressão durante a sinterização.

Obteve-se um aumento significativo da tenacidade à fratura com a utilização de whiskers, devido a alta razão de aspecto dos grãos  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e dos whiskers, que possibilitou a atuação de diversos mecanismos de tenacificação.

Com o uso de visão computacional foi possível analisar a morfologia e determinar a razão de aspecto dos grãos da matriz e dos whiskers, que exerceram uma significativa influência nas propriedades mecânicas nos compósitos cerâmicos estudados. Esta técnica apresentou-se em mais uma alternativa viável para caracterizar os materiais envolvidos, conferindo assim um maior confiabilidade nos resultados obtidos.

#### Agradecimentos

FAPESP - Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo

CTA/IAE/AMR - Centro Técnico Aeroespacial - Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço

IPEN - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - Área de Tecnologia Nuclear - Divisão de Materiais

ITA – Depto. de Eng. Mecânica – Instituto Tecnológico de Aeronáutica

UFSCar- Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Computação,

## Referências Bibliográficas

- Baek, Y.K. and Kim, C.H. , “The effect of whisker length on the mechanical properties of alumina-SiC whisker composites”, J. Mater. Sci., vol. 24, 1989, p. 1589.
- Ballard, D.H. and Brown, C.M., “Computer Vision”, Prentice Hall Inc. New Jersey, 1982.
- Borelli, J. R. , “Diagnóstico do estado de desgaste de ferramentas para o monitoramento de condições de usinagem de alto desempenho”, Tese de Mestrado, USP – São Carlos, 2000.
- França, C.A. , “Determinação da posição de objetos tri-dimensionais para manipuladores de robôs”, Tese de Mestrado, USP – São Carlos, 1994.
- Gonzales, R.V.B. , “Rugosidade superficial”, Manual Técnico - Mitutoyo do Brasil, São Paulo, 1994.
- Gonzales, R.C. and Woods, R.E. , “Digital image processing”, New York, Addison-Wesley Publishing, 1993.
- Nitzan, D. , “Three Dimensional vision structure for robot applications”, IEEE Trans on PAMI, 1988.
- Oliveira, C.J.G. , “Desgaste e projeto de ferramentas de corte cerâmicos”, Trabalho de Pós-Graduação – Unicamp, 1991.
- Parker, J.R. , “Practical computer vision using C”, New York, John Wiley, Inc., ISBN 0471-59259-5.
- Porter, J.R. , Lange, F.F. and Chokshi, A.H. , “Processing and creep performance of SiC-whisker-reinforced Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>”, Am. Ceram. Soc. Bull., vol. 66(2), 1987, p. 343.
- Silva, R.F. , “Cinética de sinterização e desgaste de pastilhas de corte do sistema Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-CeO-AlN”, Tese de Doutorado - Universidade de Aveiro, Portugal , 1992.
- Teague, M.R. , “Image analysis via the general theory of moments”, Journal of Opt. Soc. Am., vol. 70 (8), 1980.
- Tiegs, T.N. and Dillard, D.M. , “Effect of aspect ratio and liquid - phase content on densification of alumina-silicon carbide whisker composites”, J. Am. Ceram. Soc., vol. 73(5), 1990, p. 1440.
- Tuffe, S. , Dubois, J. and Fantozzi, G. , “Processing and fracture behavior of hot pressed silicon carbide whiskers reinforced alumina”, Ceram. Intern., vol. 20, 1994, p. 425.

## MICROSTRUCTURE EVALUATION OF CERAMIC COMPOSITES FOR CUTTING TOOLS WITH COMPUTACIONAL'S VISION USE

**Sandro Aparecido Baldacim**<sup>1</sup>

**João Eduardo Borelli**<sup>2</sup>

**Celso Aparecido de França**<sup>3</sup>

**Olivério Moreira Macedo Silva**<sup>4</sup>

**Cosme Roberto Moreira da Silva**<sup>5</sup>

**Luís Gonzaga Trabasso**<sup>6</sup>

<sup>1,4,5</sup>AMR - IAE - CTA, 12228-901, São José dos Campos – SP, Brazil

<sup>2,6</sup>Instituto de Tecnologia de Aeronáutica, Departamento de Engenharia Mecânica, CTA, 12228-901, São José dos Campos – SP, Brazil

<sup>3</sup> Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Computação, 13570-970, São Carlos – SP,

**Abstract:** *In spite of many works realized in that subject, the quantification of the wear phenomena stays problem, where the main properties that are usually correlated with the wear resistance are the fracture toughness and the hardness. In ceramic materials, these two parameters are dependents of the microstructure type, as the morphology and the aspect ratio (length versus diameter of the grain, formed after the sintering process. For the determination of those parameters a software was developed, based on the theory of moments, that makes them analysis of the images obtained by scanning electron microscopy, supplying indexes of area parameters, larger axis, smaller axis and elongation of the grains of each composition. The aspect ratio was determined by the relationship larger axis / smaller axis and it exercised strong influence in the mechanical properties of the analyzed ceramic composites.*

**Key words:** *ceramic composites, hardness, fracture toughness, aspect ratio, cutting tools.*

## GRAIN REFINING MECHANISMS OF CAST Mg-Al-Zn ALLOYS

**Tetsuichi Motegi**

Department of Metallurgical Engineering  
Chiba Institute of Technology  
Narashino, Chiba-ken, 275-0016, Japan  
TEL: + 81-474-78-0313  
FAX: + 81-474-78-0329  
E-mail: motegi@ pf.it-chiba.ac.jp

**Abstract:** The grain refining mechanisms and technology by superheat treating process, by addition of pure carbon or and niobium were proposed. Quenching technique was applied to clarify the grain refining mechanism of superheat treated samples. In each grain, one  $Al_4C_3$  compound existed as a nucleation site. The alloy made by high-purity magnesium and aluminum refined the grain size without superheat treating because the impurity C existing in 99.99%Mg reacted with Al and formed  $Al_4C_3$  in the molten alloy. As pure carbon powder or  $Nb_2O_5$  were added into the molten alloy, the grain refining occurred effectively. The carbon powder reacted with the molten aluminum, and formed  $Al_4C_3$ . On the other hand, as the  $Nb_2O_5$  was added in the molten alloy,  $Nb_3Al$  or some niobium compounds were formed and acted as nucleation sites. In this case, Al-Mn compounds became smaller and granular.

**Keywords:** grain refining ,magnesium alloy, solidified structure, superheat treatment, grain refiner

### 1. Introduction

Grain refinement of cast structures in castings and ingots are very important to improve their mechanical properties and to reduce various casting defects. Grain refinement of cast magnesium alloys containing Al component is attained by superheat treating or by adding carbon materials. Both techniques are well established, but the grain refining mechanisms have not been clarified yet. Several theories have been proposed. One of these is heterogeneous nucleation due to Al-Mn or Al-Fe-Mn compounds that are formed during superheat treatment (Fox et al, 1940; Tiner, 1945) . Another is the formation of  $Al_4C_3$  in the molten magnesium alloy by existence of the impure carbon (Kaufmann , 1961). An important problem that has recently arisen is that  $C_2Cl_6$  used as the grain refiner generates harmful dioxin materials. Therefore it is impossible to use the grain refiners containing chloride. In this study, the grain refining mechanism by superheat treating of Mg-Al-Zn alloys and new grain refiners, pure carbon or Nb, are introduced.

### 2. Experimental procedures

#### 2.1 Quenching of superheat-treated Mg-Al-Zn alloy

An AZ91E magnesium alloy was used in this experiment. Table 1 shows chemical compositions of the AZ91E magnesium alloy. The alloy was superheat-treated at 1123 K for 900 s. It was then cooled at 2.5 K/s and cast at 873, 923, 973, and 1023 K, respectively. During pouring, the molten alloy was quenched by using two chilled copper blocks. Samples without superheat-treatment were also quenched at 1023 K to compare with the superheat treated one.

Table 1 Chemical compositions of AZ91E magnesium alloy. (mass%)

Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Mg
8.5	0.71	0.23	< 0.001	0.001	< 0.001	0.002	Bal.

#### 2.2 Grain refinement of Mg-Al alloy made from high purity metals

Mg-Al alloys containing 5.6 to 14.1% Al were alloyed by melting 99.99% Mg and 99.999% Al in order to avoid the influence of the impurities on the microstructures. Table 2 shows impurities in the distilled 99.99% Mg. Mixed  $SF_6$  and  $CO_2$  gases were used to prevent burning of the molten alloy during melting and cooling. The samples were also superheat-treated at 1123K for 900 s, then cooled at 2.5K/s and cast into the copper mold. Samples without superheat treatment were also cast into the same one.

Table 2 Impurities in the distilled 99.99% Mg. (mass%)

Al	Zn	Mn	Si	Cu	Fe	Ni	C	Mg
0.0010	0.0005	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001	0.0007	Bal.

### 2.3 Grain refinement by adding pure carbon powder

In this experiment, high-purity carbon powder was added to molten AZ91E alloy of 700g using an argon gas carrier. 5 micron meters in diameter of carbon powder was charged into a tank, and argon gas that imposed pulsating motion flowed in the tank. The pulsating motion of argon gas agitated the carbon powder grains and carried into the molten alloy. In order to examine the optimum temperature for addition, carbon powder was added at 973, 993, 1053, and 1073 K for 600s. To examine the optimum time for addition of the carbon powder, carbon was added for 300, 600, 900, 1200, 1500, and 1800 s at 1023, 1053, and 1073K. After carbon was added, the molten alloy was poured into the copper mold. In the experiments at 1053K and 1073 K for more than 120 s, the molten alloy burned and the experiments were impossible.

### 2.4 Grain refinement by adding Nb

$\text{Nb}_2\text{O}_5$  was added into the molten magnesium alloy, because the melting point of niobium is very high. So the molten magnesium could reduce easily  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . In order to examine the optimum amounts of niobium, 0.1, 0.2, 0.5, and 1.0% of  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  were added in the molten alloys of 993, 1013, 1033, 1053, and 1073 K. A phosphorizer was used to add the  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  tablets into the molten alloy. The molten alloy was covered with a mixture gas of  $\text{SF}_6 + \text{CO}_2$  to prevent the burning. All casting temperatures after addition of  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  were cast at 973 K into the copper mold.

### 2.5 Microscopic observation and EPMA analysis

All samples obtained were observed through a microscope, and a quality analysis was performed by an EPMA. Grain sizes of the samples that were cast in a chilled mold were measured.

## 3. Results and discussion

### 3.1 Solidified structures of quenched samples at various temperatures

Figure 1 shows the microstructures of superheat treated and untreated AZ91E alloy samples that were obtained by quenching at 873 K. The superheat treated samples show that foreign substances existed in the center of dendrite crystals grown radially.

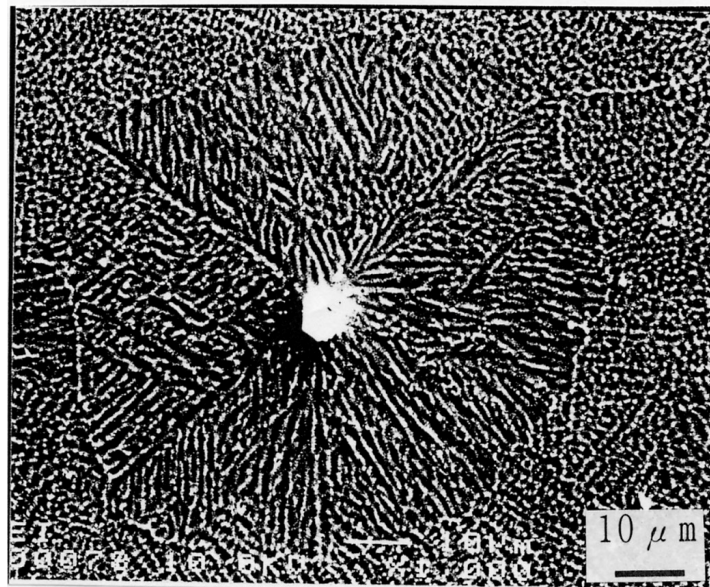
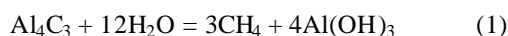


Figure 1.  $\text{Al}_4\text{C}_3$  compounds appeared by quenching at 1023 K.

The results of analysis by the EPMA reveal that the foreign substance consisted of Al, C, and O or Al, C, Mn, Si, and O. C, Mn, and Si were impurities in the AZ91E alloy. It is estimated that an  $\text{Al}_4\text{C}_3$  or  $\text{Al}_2\text{CO}$  compound was probably formed during superheat treatment. However, O in the  $\text{Al}_2\text{CO}$  might have been introduced by polishing the sample because water was used for polishing and the following chemical reaction occurred.



The samples quenched at 873, 923, and 973 K reveal that Al, Mn, C, O and Si elements coexisted. Mn and Si free

Al-C-O compounds appeared only in the sample of 1073 K. Al, Mn, and Si were probably soluble in the molten magnesium during superheat treatment, then Mn and Si crystallized on the  $Al_4C_3$  compounds or only Mn compounds formed below 973 K. In contrast, the compounds consisting of Al, Mn, and Si also existed in the samples without superheat treatment, but the compounds did not nucleate the magnesium dendrite crystals.

### 3.2 Grain refining of Mg-Al alloy made by high-purity metals

In general, commercial magnesium alloys contain various impurities, especially Mn and Fe. Therefore, it is difficult to clarify the grain-refining mechanisms. In this study, high-purity metals of magnesium and aluminum were used to eliminate the influence of impurities on the microstructures. The high purity alloy reveals that the grain refining occurred without superheat treatment, but this was not so in the commercial alloy.

Figure 2 shows the influence of superheat treatment and the aluminum content on the grain size. In the commercial alloy, the grain refinement occurred with increasing aluminum content, and the superheat treatment decreased the grain size. The high-purity alloy appeared to produce fine grains independent of superheat treatment and aluminum content. It seems that numerous nucleation substrates of  $Al_4C_3$  formed in the high purity alloy. The  $Al_4C_3$  compound can nucleate magnesium crystals as described above. I conclude that the same nucleation phenomenon that occurs in the AZ91 alloy also occurs in the high-purity alloy in spite of the lack of superheat treatment.

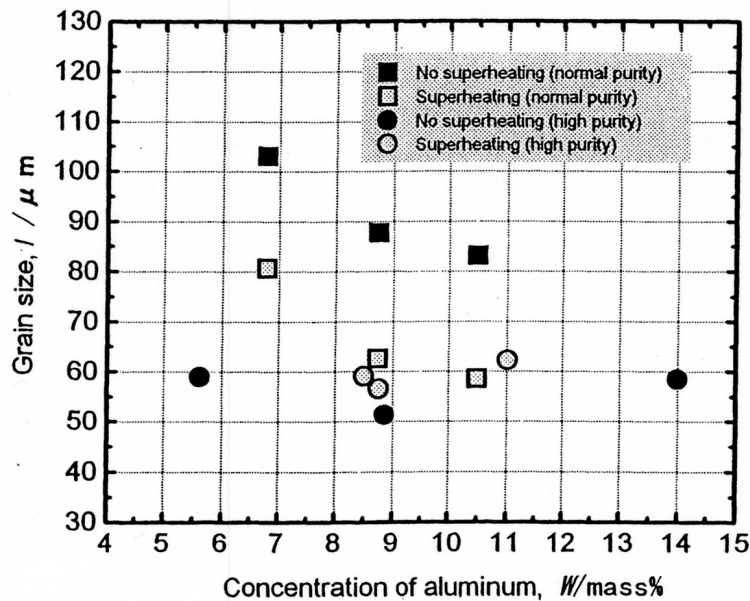


Figure 2. Influence of superheat treatment and Al content on the grain size.

### 3.3 Grain refinement by adding pure carbon powder

It is clear that  $Al_4C_3$  is very effective nucleant for Mg-Al system alloys. In this study, high-purity carbon powders were used instead of  $C_2Cl_6$ . Figure 3 shows the influence of adding temperature and time on grain size. Both results show that the optimum time for adding carbon powders at 1023 K was 1800 s, and times at 1053 K and 1073 K were 600 and 300 s. Finer grain sizes were obtained for higher additive temperatures.

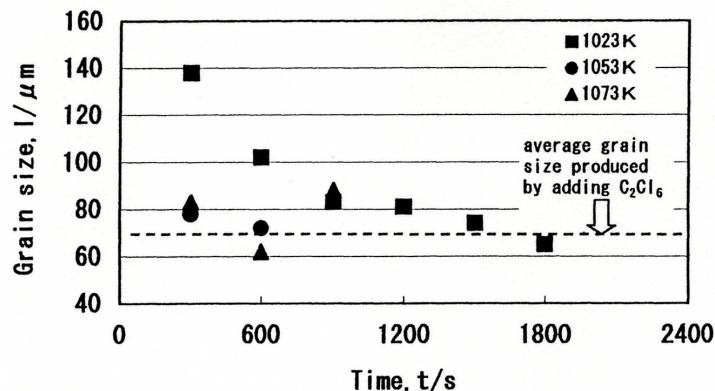


Figure 3. Influences of adding times and temperatures of carbon powder on grain size.

### 3.4 Grain refinement by adding Nb

The higher adding temperature of  $Nb_2O_5$ , the finer grain size was obtained because the reduction rate of  $Nb_2O_5$  due to molten magnesium was larger. Figure 4 shows the typical microstructures of cast structures added at 1073 K. In addition, manganese compounds existing in the matrix became fine and round shape as shown in Fig.5.

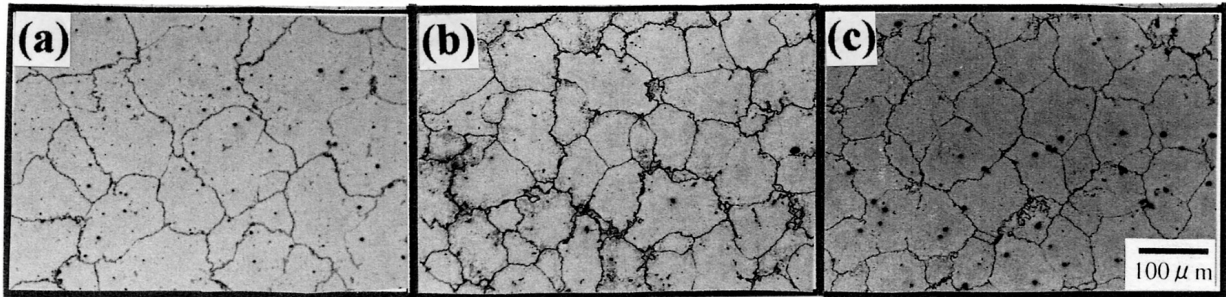


Figure 4. Influence of  $Nb_2O_5$  contents and temperatures on microstructures of AZ91E alloy. (a) 1.0% at 1033 K, (b) 0.2% at 1073 K, (c) 1.0% at 1073 K.

In addition, manganese compounds existing in the matrix became fine and granular shapes as shown in Fig. 5.

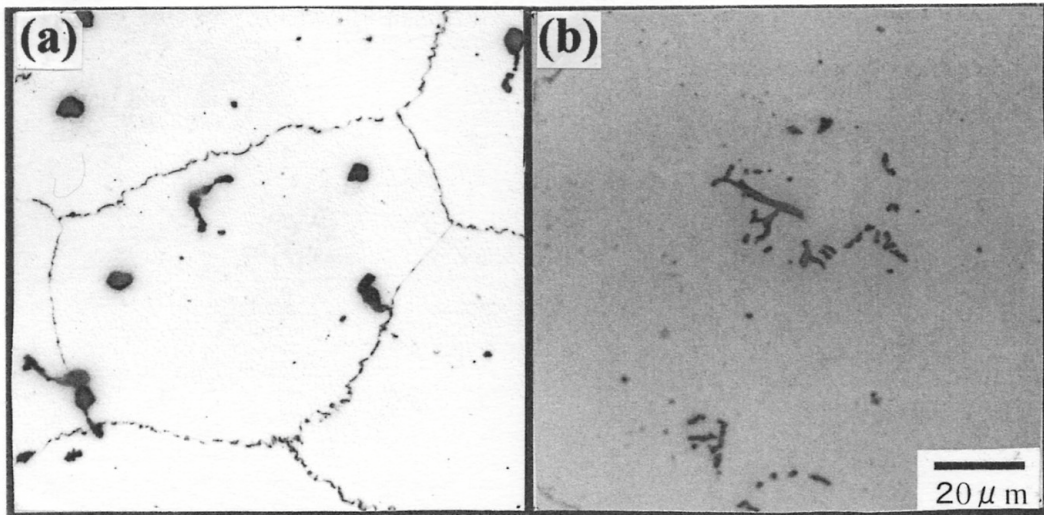


Figure 5. Shapes of manganese compounds by addition and non addition of Nb.

The grain refining mechanism by addition of  $Nb_2O_5$  has not clarified yet.  $Nb_3Al$  or  $NbC$  compounds as nucleation sites were formed in the molten alloy and nucleation of magnesium occurs during solidification.

### 4. Conclusions

In order to clarify the grain refining mechanisms of Mg-Al system alloys by superheat treatment and two kinds of grain refiners, carbon and niobium were added into the molten alloy for grain refiners. The results obtained were as follows.

- (1) In the commercial alloy of AZ91,  $Al_4C_3$  heterogeneous nucleant formed as the superheat treatment was performed.
- (2) In the Mg-Al alloy made of 99.99% Mg and 99.999% Al, grain refining occurred without superheat treatment.
- (3) Pure carbon powder is an effective replacement for  $C_2Cl_6$  in Mg-Al system alloys.
- (4)  $Nb_2O_5$  is an active grain refiner for Mg-Al system alloys.

### 5. References

- Fox, F.A.; Lardner, E. Jr. (1940), J. Inst. Metals 71, p.1.  
 Tiner, N.,(1945), Metals Technology 12, p.13.  
 Kaufmann, V.B.,(1961), Trans.AIME 22, p.540.



## Um método para determinar a concentração crítica de hidrogênio para a fragilização pelo hidrogênio em um aço API P-110

Sérgio Pinheiro de Oliveira, Paulo Emilio Valadão de Miranda

Coppe/UFRJ – Av. Seis, Centro de Tecnologia da UFRJ, bloco F, Sala 210, Rio de Janeiro-RJ, CEP 21945-970

[sergio@labh2.coppe.ufrj.br](mailto:sergio@labh2.coppe.ufrj.br), [pmiranda@labh2.coppe.ufrj.br](mailto:pmiranda@labh2.coppe.ufrj.br)

**Resumo.** É apresentada uma metodologia para a determinação da concentração crítica de hidrogênio necessária para a propagação de trincas causadas pelo fenômeno de fragilização pelo hidrogênio num aço API P-110, cuja microestrutura no estado como recebida (martensítica revenida) é suscetível a esse fenômeno. Esta metodologia aplica-se num modelo matemático, o qual faz uso das propriedades físicas obtidas em testes de permeação do hidrogênio em amostras pré-deformadas a frio 60%. O aço utilizado também foi caracterizado mecanicamente e eletroquimicamente. Todos os testes eletroquímicos foram executados a  $298,0\text{K} \pm 0,1\text{K}$  ( $25,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$ ). Os resultados de permeação mostraram que a cinética de permeação é mais lenta, o tempo para atingir o estado estacionário é maior e o fluxo de hidrogênio é menor na microestrutura deformada 60% do que naquela como recebida. Quanto maior é o nível de deformação a frio do aço, maior é a solubilidade e menor a difusibilidade do hidrogênio. A concentração crítica de hidrogênio para fragilização é igual a 0,39 ppm em peso. Observou-se, através de curvas da velocidade de propagação da trinca versus concentração crítica de hidrogênio, que a susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio diminui à medida que a velocidade de propagação da trinca aumenta.

**Palavras chave:** fragilização pelo hidrogênio, propagação de trinca, concentração crítica de hidrogênio, permeação do hidrogênio, solubilidade do hidrogênio.

### 1. Introdução

A acumulação do hidrogênio em sítios da rede pode enfraquecer as ligações metálicas e nuclear uma trinca, a qual, sob condições apropriadas, se propagará e levará à fratura dos componentes metálicos contaminados. O resultado disto é a falha catastrófica e prematura de componentes no ambiente de serviço com tensões aplicadas inferiores às de projeto, ou seja, a fragilização pelo hidrogênio. A fragilização pelo hidrogênio é caracterizada pelos seguintes fatos (Beghini et al, 1998):

- degradação das propriedades mecânicas dos aços;
- diminuição da ductilidade em tração, que é diretamente proporcional ao teor de hidrogênio contido no metal;
- tendência a mudar a morfologia da fratura de dútil para frágil;
- redução da tenacidade à fratura;
- é mais crítica em situações de baixa taxa de deformação;
- ocorre entre 173K e 373K ( $-100^\circ\text{C}$  e  $100^\circ\text{C}$ ), sendo maior em temperaturas próximas à ambiente;
- necessita que o metal que contém hidrogênio esteja submetido a tensões tratativas locais;
- aços de alta resistência mecânica são particularmente suscetíveis ao fenômeno.

A fragilização pelo hidrogênio também está ligada à existência de um ambiente rico em hidrogênio e ao aparecimento de um potencial químico na superfície do metal adequado à reação de evolução do hidrogênio. Também influenciam a facilidade do hidrogênio de acumular-se em sítios defeituosos da rede cristalina, núcleos das discordâncias, vazios, lacunas e interfaces.

Vários autores defendem a idéia de que existe uma concentração crítica de hidrogênio para a fragilização pelo hidrogênio (Chu et al, 1999; Sofronis e Lufrano, 1999). Dietzel e Pfuff (1996) trataram do caso da concentração crítica de hidrogênio para a propagação de trincas pré-existentes.

O objetivo deste trabalho é, a partir de modelo matemático (Dietzel e Pfuff, 1996), determinar experimentalmente a concentração crítica de hidrogênio para a fragilização pelo hidrogênio num aço API P-110, que é utilizado pela Petrobrás como coluna de revestimento ("casing steel") em poços de petróleo em águas profundas.

### 2. Materiais e Métodos Experimentais

O material utilizado, o aço API P-110, possui a composição química dada na Tab. (1).

Tabela 1. Composição química do aço API P-110 utilizado.

Elemento	C	S	P	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	Fe
% em peso	0,41	0,014	0,022	0,90	0,33	0,86	0,02	0,25	0,01	restante

O tubo de aço API P-110 foi cedido pela Petrobrás. A seguir, ele foi cortado por uma serra em setores circulares. Cada setor foi aplainado gerando tiras de cerca de 0,25 m de comprimento, 0,02 m de largura e 0,003 m de espessura. Este foi o material "como recebido". Estas tiras foram subsequentemente laminadas 60% a frio, resultando no material

“laminado”. As tiras como recebidas e as laminadas foram posteriormente cortadas em chapas de cerca de 0,02 m de lado. O material como recebido (que possui microestrutura de martensita revenida) foi caracterizado mecanicamente por ensaio de tração e por dureza (Rockwell B e Vickers 50g).

Foram realizados testes eletroquímicos de permeação do hidrogênio e de polarização potenciodinâmica a  $298\text{K} \pm 0,1\text{K}$  ( $25,0^\circ\text{C} \pm 0,1^\circ\text{C}$ ). Os testes de polarização potenciodinâmica foram usados para a obtenção do potencial de geração do hidrogênio a serem utilizados nos testes de permeação subseqüentes.

Para os testes de permeação utilizou-se a técnica duplo-potenciostática, conforme norma (ASTM, 1997). Utilizou-se como solução eletrolítica NaOH 0,1N, a qual foi introduzida numa célula eletroquímica de dois compartimentos (o de geração e o de detecção do hidrogênio). A solução foi preparada com pelo menos 12 horas de antecedência e, deste momento até o fim do teste de permeação, foi deaerada através de borbulhamento de nitrogênio. A célula eletroquímica de permeação utilizada é mostrada na Fig. (1).

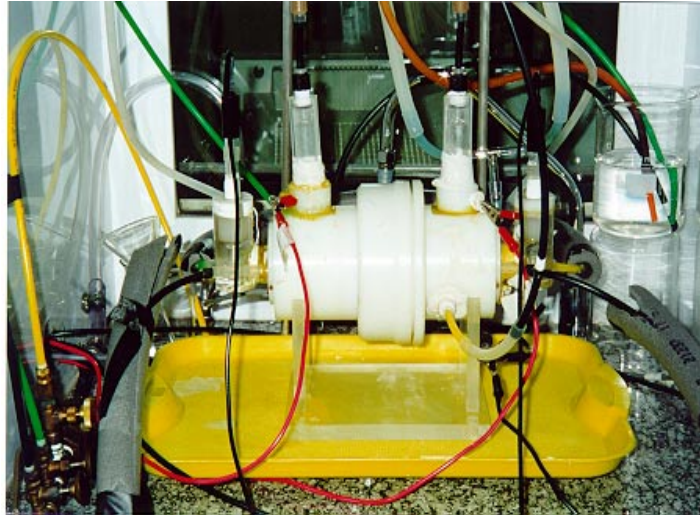


Figura 1. Célula eletroquímica utilizada nos testes de permeação.

Os testes eletroquímicos foram automatizados por meio de uma interface eletroquímica multicanal programável, a qual, além de controlar os potenciais aplicados, monitorou as correntes elétricas, os potenciais e as temperaturas medidas nos dois compartimentos da célula eletroquímica.

Os dados brutos controlados pela interface eletroquímica originaram as curvas sigmoidais de corrente anódica (de detecção do hidrogênio,  $i_L$ ) versus tempo (t), que foram então filtradas. O coeficiente de difusão aparente da amostra como recebida foi calculado a partir do ajuste da Eq. (1) aos dados experimentais e o coeficiente de difusão aparente da amostra deformada 60% foi calculado a partir da Eq. (2) (Boes e Züchner, 1976):

$$i_L(t) = i_\infty \left\{ 2 \sqrt{\frac{L^2}{\pi D t}} \sum_0^\infty (-1)^n \exp \left[ -\frac{L^2 (2n+1)^2}{4 D t} \right] \right\} \quad (1)$$

$$t_L = \frac{1}{6} \frac{L^2}{D} \quad (2)$$

onde  $i_\infty$  é a corrente anódica no estado estacionário, L é a espessura da amostra, n é o número de termos da série de potências, D é o coeficiente de difusão,  $t_L$  é o tempo referente à regressão linear até o eixo das abscissas da parte reta (para tempos longos) da curva  $\int i_L dt$ , onde  $i_L$  é a corrente anódica detectada no lado de saída da célula eletroquímica de permeação do hidrogênio, e "t" é o tempo decorrido do teste de permeação.

A seguir, calculou-se o fluxo de hidrogênio e as propriedades físicas solubilidade aparente e permeabilidade (ASTM G 148-97, 1997; Boes e Züchner, 1976; Devanathan e Starchurski, 1962). Por fim, procedeu-se à aplicação de modelo de concentração crítica de hidrogênio (Dietzel e Puff, 1996).

O fluxo de hidrogênio J ( $\text{mol H.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ ) foi calculado pela Eq. (3):

$$J_L(t) = \frac{i_L(t)}{zFA} \quad (3)$$

onde:  $z$  é o número de elétrons que participam da reação eletroquímica (neste caso é igual a 1),  $F$  é a constante de Faraday ( $96484,56 \text{ C.mol}^{-1}$ ) e  $A$  ( $\text{m}^2$ ) é a área da superfície da amostra em contato com o eletrólito no lado de saída do hidrogênio.

A permeabilidade  $P$  ( $\text{mol H.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$ ) e a solubilidade  $S$  ( $\text{mol H.m}^{-3}$ ) foram calculados respectivamente pela Eq. (6) e pela Eq. (7):

$$P = J_L(t) \cdot L \quad (4)$$

$$S = \frac{P}{D} \quad (5)$$

### 3. Modelo matemático para a determinação da concentração crítica do hidrogênio

Este modelo (Dietzel e Pfuff, 1996) é uma extrapolação de um outro modelo que foi criado para a fadiga em monocristais de níquel (Vehoff e Klameth, 1985), o qual, por sua vez, derivou de um modelo original que foi aplicado em ligas de FeSi submetidas à tração (Vehoff e Rothe, 1983).

Trata-se de um modelo preditivo que assume que a contribuição induzida pelo hidrogênio ao processo de propagação da trinca é diretamente relacionado com a concentração de hidrogênio à frente da trinca que avança. E ainda, que esta contribuição pode ser calculada usando condições de contorno simplificadas para o teor de hidrogênio nas bordas da trinca. O modelo considera que a extensão total da trinca é fruto da superposição de duas contribuições: a causada pela falha dútil e a causada pela fragilização pelo hidrogênio.

Dietzel and Pfuff (1996) realizaram testes de abertura de trinca com taxa de deformação constante ("rising displacement tests") utilizando amostras pré-trincadas de aço FeE 690T num ambiente marinho (para inserir hidrogênio nas amostras) e também no ar. Estes autores (Dietzel e Pfuff, 1996) mostraram que em testes com altas taxas de deformação a morfologia de fratura apresentou caráter dútil nos dois ambientes. Entretanto, ao se diminuir a taxa de deformação, as amostras testadas no ar continuaram com a mesma morfologia de fratura, ao passo que as testadas com hidrogênio apresentaram falha frágil (com facetas de quase-clivagem e várias trincas secundárias). Entre estes dois extremos observou-se um estágio de transição com um modo de fratura mista.

Os testes utilizados por Dietzel e Pfuff (1996) fizeram com que a abertura da trinca fosse controlada. Isto poderia ser comprovado se se traçassem curvas de velocidade da trinca ( $da/dt$ ) versus abertura de trinca (CTOD ou  $\delta$ ), as quais atingiriam um platô após o estágio de iniciação, ao contrário do que ocorre numa curva tradicional de velocidade da trinca versus fator de intensidade de tensão ( $K$ ).

Assumindo uma relação do tipo:

$$\dot{a} = C \cdot \dot{\delta}^m \quad (6)$$

onde  $\dot{a} = da/dt$  e  $\dot{\delta} = d\delta/dt$ , Dietzel e Pfuff (1996) traçaram as curvas de velocidade da trinca ( $da/dt$ ) da região do platô em função da taxa de deformação  $\left( \frac{dCTOD}{dt} \text{ ou } \frac{d\delta}{dt} \right)$ , as quais estão mostradas na Fig. (2), onde observaram:

- a) para os testes realizados no ambiente marinho com altas taxas de deformação e para todos os testes ao ar, o coeficiente angular  $m \approx 0,9$ ;
- b) para os testes com taxas de deformação menores que  $10^{-8} \text{ m s}^{-1}$  no ambiente marinho  $m \approx 0,5$ ;
- c) a taxas de deformação menores que  $10^{-10} \text{ m s}^{-1}$ , a inclinação do ramo correspondente ao ambiente marinho pareceu se aproximar da unidade outra vez; contudo, isto não pode ser confirmado devido à escassez de dados experimentais.

A partir destes experimentos, desenvolveu-se modelo matemático que é baseado nas premissas seguintes (Dietzel e Pfuff, 1996):

- a) A velocidade de crescimento total da trinca,  $\dot{a}$ , resulta de uma superposição de duas contribuições, isto é, uma primeira componente,  $\dot{a}_d$ , devido à falha dútil e a segunda,  $\dot{a}_H$ , causada pela fragilização pelo hidrogênio:

$$\dot{a} = \dot{a}_d + \dot{a}_H \quad (7)$$

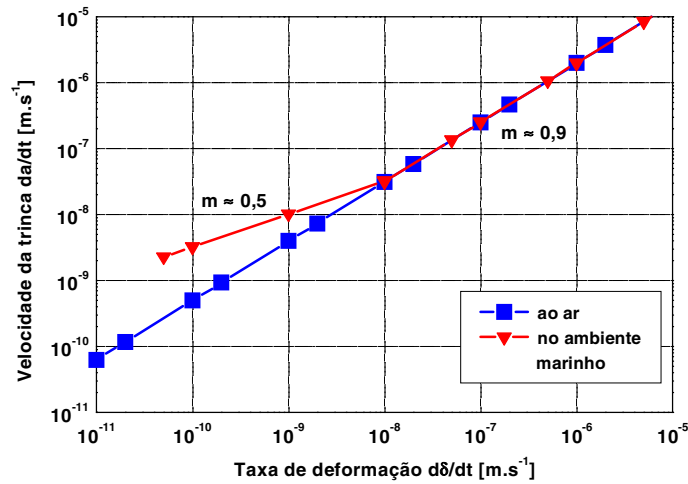


Figura 2. Relação entre a taxa de deformação aplicada (dδ/dt) e a velocidade de crescimento da trinca (da/dt) medida na região do platô da curva da/dt versus δ para os testes ao ar e no ambiente marinho. Os parâmetros "m" fornecem a inclinação das retas no gráfico log-log (adaptada de ref. (Dietzel e Pfuff,1996)).

b) As duas contribuições dependem da taxa de deformação  $\dot{\delta}$ :

$$\dot{a}_d = A_d \dot{\delta} \quad (8)$$

$$\dot{a}_H = A_H \dot{\delta} \quad (9)$$

$$\dot{a} = (A_d + A_H) \dot{\delta} \quad (10)$$

c) A contribuição da fragilização pelo hidrogênio ( $A_H$ ) depende linearmente do teor de hidrogênio,  $n_H$ , na zona de processo à frente da ponta da trinca, mostrada na Fig. (3):

$$A_H = \alpha n_H \quad (11)$$

d) A concentração de hidrogênio  $c_H$  na zona de processo à frente da ponta da trinca é dada por:

$$c_H = c_0 \exp\left(-\dot{a} \frac{x}{D}\right) \quad (12)$$

com D sendo o coeficiente de difusão do hidrogênio. Esta expressão resulta de um tratamento simplificado da difusão do hidrogênio à frente da trinca que se move.

A trinca é substituída por um plano que se move com a velocidade da ponta da trinca, local cuja concentração de hidrogênio é mantida constante. Assim:

$$n_H = \int c_H dx = c_0 \frac{D}{\dot{a}} \left[ 1 - \exp\left(-\dot{a} \frac{r}{D}\right) \right] \quad (13)$$

onde "r" é o diâmetro da zona de processo e "x" é a distância a partir da ponta da trinca. Ver Fig.(3).

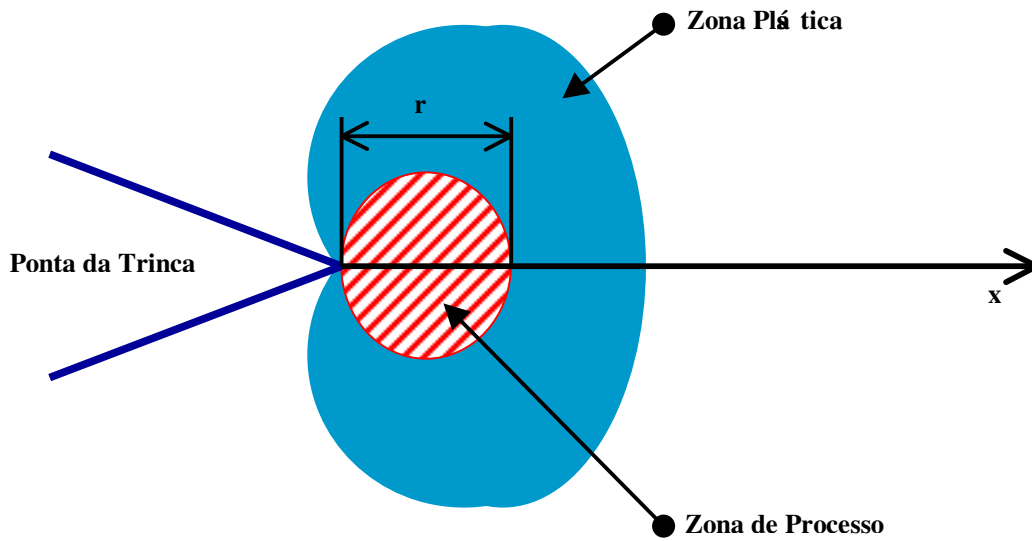


Figura 3 - Definição da zona de processo (Dietzel e Pfuff, 1996).

Se for assumido que  $\frac{D}{r} = 10^{-8} \text{ m.s}^{-1}$ , três casos podem ser identificados:

i) Velocidade alta de crescimento da trinca  $\dot{a} > 5 \times 10^{-8} \text{ m.s}^{-1}$ . Neste caso  $n_H \approx 0$  e  $A_H \approx 0$ . Logo:

$$\dot{a}_H \ll \dot{a}_d \quad (14)$$

$$\dot{a} \approx A_d \dot{\delta} \quad (15)$$

o que significa que nesta região a inclinação torna-se  $m \approx 1$ .

ii) Velocidade baixa de crescimento da trinca  $\dot{a} < 5 \times 10^{-9} \text{ m.s}^{-1}$ . Neste caso  $n_H \approx n_{H,\max}$  e  $A_H = A_{H,\max} = \text{constante}$ . Logo:

$$\dot{a} = (A_d + A_{H,\max}) \dot{\delta} \quad (16)$$

e a inclinação  $m \approx 1$ .

iii) Velocidade intermediária de crescimento de trinca  $10^{-9} < \dot{a} < 5 \times 10^{-8} \text{ m.s}^{-1}$ . Neste caso  $n_H$  pode ser aproximado por  $n_H = c_0 \frac{D}{\dot{a}}$ . Logo:

$$A_H = \beta \dot{a}^{-1} \quad (17)$$

$$\beta = \alpha c_0 D \quad (18)$$

$$\dot{a} = (A_d + \beta \dot{a}^{-1}) \dot{\delta} \quad (19)$$

Assumindo que  $A_d \ll A_H$ , vê-se que  $a \approx a^{0,5}$ . Este valor de  $m$  ( $=0,5$ ) está em boa correspondência com a inclinação medida para a mesma região na curva experimental na Fig. (2).

**4. Resultados experimentais**

As propriedades mecânicas e de dureza do material como recebido estão na Tab. (2) e na Tab. (3), respectivamente.

Tabela 2: Limite de escoamento ( $\sigma_E$ ), limite de resistência à tração ( $\sigma_R$ ) e alongamento da parte útil do corpo de prova após ruptura ( $A$ ) para o material como recebido.  $L_c$  é o comprimento inicial da parte útil do corpo de prova.

$\sigma_E$ (MPa)	$\sigma_R$ (MPa)	A (%) para $L_c = 0,037266m$
637	801	16,7

Tabela 3: Dureza Rockwell B e microdureza Vickers 50g para o aço API P-110 com microestrutura como recebida.

Dureza Rockwell B	Microdureza Vickers 50g
$100 \pm 1$	$279,0 \pm 15,5$

As curvas de polarização potenciodinâmicas para as microestruturas como recebida e deformada 60% estão mostradas na Fig. (4). Nota-se que o potencial de geração de hidrogênio ( $E_{H_2}$ ) das duas microestruturas são semelhantes.

As curvas de permeação (na forma de fluxo de hidrogênio contra o tempo de teste) para as amostras como recebida e deformada 60% estão mostradas na Fig. (5). Os dados retirados da análise destas curvas estão na Tab. (4).

Pela análise da Fig. (5) e da Tab. (4) observa-se que a microestrutura como recebida, por ser menos defeituosa que a deformada 60%, possui cinética de permeação mais rápida e um fluxo de hidrogênio maior que a outra microestrutura. A amostra como recebida também tem maior difusibilidade e menor solubilidade que a amostra deformada 60%.

A Fig. (6) mostra, a partir do modelo matemático mostrado neste trabalho, a curva de concentração do hidrogênio em função da velocidade de propagação da trinca na zona de processo (concentração crítica de hidrogênio para a menor velocidade de propagação de trinca) para a microestrutura mais defeituosa, ou seja, a deformada 60%.

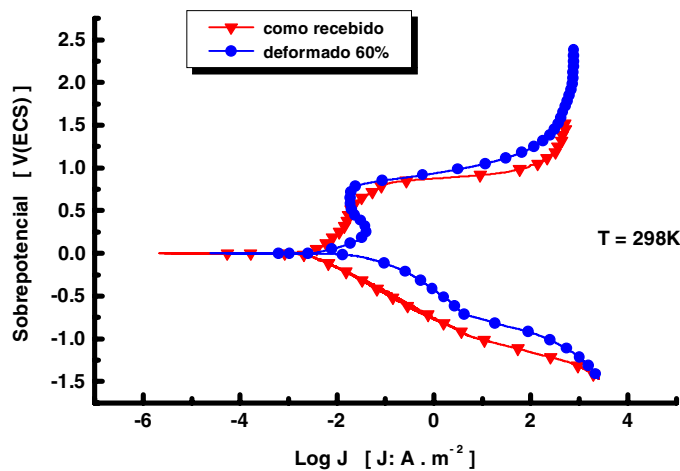


Figura 4: Curvas de polarização potenciodinâmica para o aço API P-110 com as microestruturas como recebida e deformada 60%.

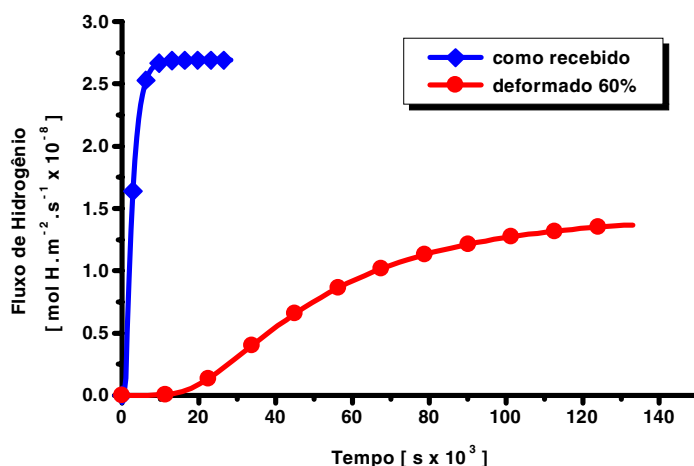


Figura 5. Curvas de permeação do aço API P-110 para as microestruturas como recebida e deformada 60%.

Tabela 4. Parâmetros de permeação do hidrogênio (difusibilidade aparente D, solubilidade aparente S e permeabilidade P) do aço API P-110 para as microestruturas como recebida e deformada 60%.

Tipo de microestrutura	Difusibilidade (m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )	Solubilidade (ppm)	Permeabilidade (molH.m <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> )
como recebida	4,07 x 10 <sup>-11</sup>	0,7 x 10 <sup>-1</sup>	2,66 x 10 <sup>-11</sup>
deformada 60%	4,77 x 10 <sup>-12</sup>	3,9 x 10 <sup>-1</sup>	1,47 x 10 <sup>-11</sup>

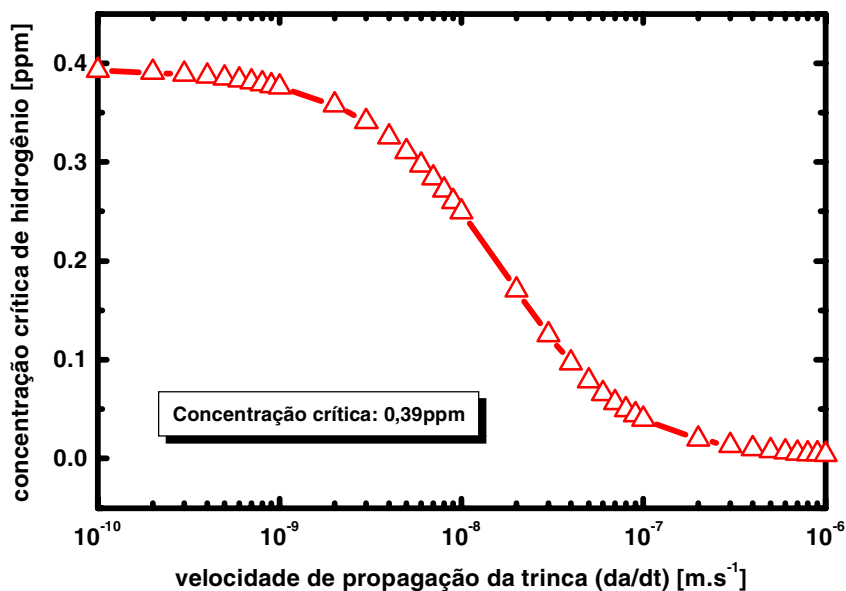


Figura 6. Concentração do hidrogênio (em ppm em peso) na zona de processo, em função da velocidade de propagação da trinca (em m.s<sup>-1</sup>), para o aço API P-110 pré-deformado 60% a frio e testado a 298K.

## 5. Discussão

O que se propõe neste trabalho é a utilização do modelo (Dietzel e Pfuff, 1996) para determinar a concentração crítica para a fragilização pelo hidrogênio. Esta, como será mostrado, é caracterizada por um valor limite da concentração do hidrogênio na zona de processo definida na Fig. (3).

Imaginou-se neste trabalho que o material deformado de 60% equivaleria à região adjacente à ponta da trinca. Esta região teria grande densidade de defeitos e, conseqüentemente grande solubilidade e baixa difusibilidade, condições indispensáveis para o aprisionamento irreversível do hidrogênio. É exatamente este o caso do material deformado de 60%, conforme a Tab. (5). A deformação plástica cairia à medida que aumenta a distância a partir da ponta da trinca até atingir uma região submetida somente à deformação elástica ou nenhuma deformação, a qual equivaleria ao material como-recebido. O material como-recebido tem menor solubilidade e maior difusibilidade aparentes do hidrogênio e é, portanto, uma microestrutura menos crítica em termos dos efeitos da acumulação do hidrogênio no aço aqui utilizado. Por isto, o modelo matemático vai ser aplicado à microestrutura deformada de 60%, que dentre as duas deste trabalho, é a mais crítica para a fragilização pelo hidrogênio. Calculou-se, na Fig. (6), a concentração de hidrogênio  $n_H$  na zona de processo à frente da ponta da trinca da Fig. (3) em função da velocidade de propagação da trinca para o aço estudado.

Na Fig. (6) nota-se que a concentração de hidrogênio na ponta da trinca é de cerca de 0,39 ppm a 298K, em se tratando de velocidades baixas de propagação de trinca – o que corresponderia a taxas de deformação baixas. Por outro lado, para velocidades altas de propagação da trinca (equivalendo a taxas de deformação altas) a concentração de hidrogênio se aproxima de zero ppm de hidrogênio. Se na Fig. (6) houvesse uma outra curva para uma temperatura maior (por exemplo 303K ou 308K), seria de se esperar que a concentração de hidrogênio seria maior no caso de velocidades baixas de propagação de trinca; por outro lado, para velocidade baixa de propagação de trinca, no caso hipotético de curvas referentes a testes a temperaturas maiores que 298K, a concentração de hidrogênio na zona de processo também se aproximaria de zero, do mesmo modo que ocorre para 298K. Isto é explicado pelo fato do coeficiente de difusão do hidrogênio variar exponencialmente com a temperatura; ou seja, há maior disponibilidade de átomos de hidrogênio na zona de processo à medida que aumenta a temperatura.

A seguir vai ser descrita a fenomenologia de crescimento da trinca. Observa-se na Fig. (6) que, com a diminuição da velocidade de propagação da trinca, a concentração de hidrogênio na zona de processo,  $n_H$ , aumenta até atingir assintoticamente um valor limite. Este maior valor de concentração de hidrogênio na zona de processo é resultado de que com uma velocidade de propagação da trinca lenta há mais tempo para o hidrogênio difusível se acumular nos campos de tensão e de deformação elásticos (além, é claro, de ficar aprisionado nas lacunas, núcleos de discordâncias e interfaces de plaquetas de martensita), dentro da zona de processo à frente da ponta da trinca (ou da pré-trinca) existente, até atingir a concentração máxima  $n_H$ . Ao atingir esta concentração, a trinca cresce e parte do hidrogênio local se recombina para formar hidrogênio gasoso. Para que haja um incremento no tamanho da trinca, toda a seqüência descrita se repete até que se forme uma fratura macroscópica que, por sua vez, leve à falha da estrutura metálica, como representado esquematicamente na Fig. (7). Nesta figura, H representa o hidrogênio protônico e/ou atômico e  $H_2$  é a molécula de hidrogênio. Na Fig. (7a), é mostrada a difusão do hidrogênio da matriz martensítica em direção à zona de processo da pré-trinca. Na Fig. (7b), o hidrogênio saturou a zona de processo da pré-trinca, além da região elasto-plástica ter grande concentração de hidrogênio que diminui à medida que a distância da ponta da pré-trinca aumenta. Na Fig. (7c), a trinca propagou sobre a zona de processo da pré-trinca e o hidrogênio difundiu-se para a nova zona de processo formada.

Caso a trinca seja superficial, o hidrogênio gasoso gerado com a propagação da trinca evolui para fora do material. Caso a trinca seja interna, a acumulação deste hidrogênio gasoso assim formado, contribuirá para aumentar a concentração de tensão na ponta da trinca. Isto faz com que diminua o valor da concentração crítica para a fragilização subsequente.

A fenomenologia descrita é especialmente aplicada às baixas taxas de deformação a 298K. Isto ocorre, porque a agitação térmica inerentemente menor do hidrogênio a esta temperatura do que a maiores temperaturas, torna mais provável a captura do hidrogênio pelos defeitos microestruturais, que atuam como aprisionadores de hidrogênio. Este é o motivo porque é mais difícil ocorrer crescimento de trinca com baixas taxas de deformação a maiores temperaturas, embora a esta temperatura o suprimento de hidrogênio à zona de processo seja maior como conseqüência de um coeficiente de difusão maior.

À medida que a velocidade de propagação da trinca aumenta – ver Fig. (6) –, torna-se mais difícil para o hidrogênio atingir a zona de processo, fenômeno cuja possibilidade de ocorrência torna-se desprezível com altas taxas de deformação. Tudo isto é condizente com o comportamento esperado do hidrogênio, pois a fragilização pelo hidrogênio é crítica com baixas taxas de deformação.

Se for considerado somente o caso de velocidade baixa de propagação de trinca, o valor limite de concentração de hidrogênio na zona de processo, como mostrado na Fig. (6), pode ser considerado como a concentração crítica de hidrogênio. Em termos de projeto, o valor de concentração crítica de hidrogênio que deve ser considerado é aquele obtido em testes a 298K para taxas de deformação menores ou iguais a  $10^{-10} \text{ m.s}^{-1}$ . Ao se utilizar este valor se estará também atuando no sentido do aumento da segurança, uma vez que foi calculado para as condições de serviço mais críticas (aqui representadas pela microestrutura deformada 60%). Os estados de tensões e deformações desta



microestrutura poderiam perfeitamente ser aqueles existentes localmente junto a um concentrador de tensões (uma heterogeneidade no material ou uma pré-trinca), local onde uma trinca causada pelo hidrogênio poderia iniciar o seu crescimento.

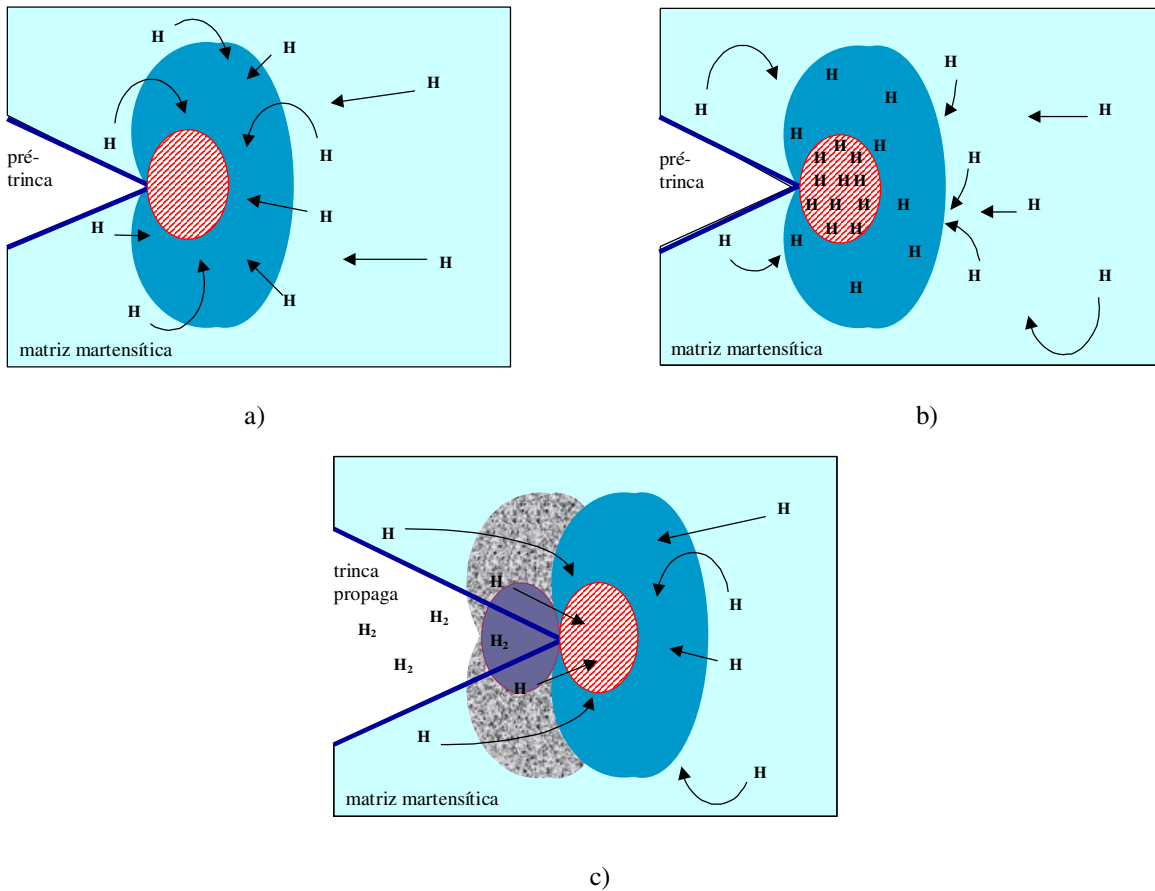


Figura 7. Estágios da propagação da trinca: a) hidrogênio difundindo-se para a zona de processo da pré-trinca; b) zona de processo saturada de hidrogênio; c) trinca propaga na zona de processo da pré-trinca e o hidrogênio migra para a nova zona de processo.

Ressalta-se que este modelo, que relaciona a contribuição induzida pelo hidrogênio à propagação da trinca com a concentração deste elemento à frente da trinca que cresce, utiliza condições de contorno simplificadas. Como desenvolvimento futuro, julga-se necessário melhor definir o diâmetro da zona de processo "r" e introduzir um parâmetro microestrutural no modelo de fragilização.

### 5. Conclusão

A aplicação de um modelo matemático, que considera o efeito do hidrogênio na propagação de trincas em aços de elevada resistência mecânica, e a determinação experimental de propriedades físicas do hidrogênio num aço API P 110 permitiu determinar que a concentração crítica de hidrogênio para a fragilização por hidrogênio a 298K é igual a 0,39ppm em peso de hidrogênio.

### 6. Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro a este trabalho por parte do CNPq (projetos nos. 523298/96-0 e 467256/00-4) e FAPERJ (projeto no. E-26/151.944/2000).

## 7. Referências

- ASTM G 148-97, 1997, "Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical Technique", ASTM, United States.
- Beghini, M., Benamati, G., Bertini, L. and Valentini, R., 1998, "Effect of Hydrogen on Tensile Properties of Martensitic Steels for Fusion Application", *Journal of Nuclear Materials*, Vols. 258-263, pp. 1295-1299.
- Boes, N. and Züchner, H., 1976, "Electrochemical Methods for Studying Diffusion, Permeation and Solubility of Hydrogen in Metals", *Journal of the Less-Common Metals*, Vol. 49, pp. 223-246.
- Chu, W.Y., Li, J.X., Huang, C.H., Wang, Y.B. and Qiao, L.J., 1999, "Hydrogen Embrittlement of Rail Steels", *Corrosion*, Vol. 55, No. 9, pp. 892-897.
- Devanathan, M.A.V. and Stachurski, Z., 1962, "The Adsorption and Diffusion of Electrolytic Hydrogen in Palladium", *Proc. of the Royal Soc.*, Vol. A270, pp. 90-102.
- Dietzel, W., and Pfuff, M., 1996, "The Effect of Deformation Rates on Hydrogen Embrittlement", *Hydrogen Effects in Materials*, Thompson, A.W. and Moody, N.R. (eds.), The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 303-311.
- Sofronis, P. and Lufrano, J., 1999, "Interaction of Local Elastoplasticity with Hydrogen: Embrittlement Effects", *Materials Science and Engineering*, Vol. A260, pp. 41-47.
- Vehoff, H. and Klameth, H.-K., 1985, "Hydrogen Embrittlement and Trapping at Crack Tips in Ni-Single Crystals", *Acta Metall.*, Vol. 33, No. 6, pp. 955-962.
- Vehoff, H. and Rothe, W., 1983, "Gaseous Hydrogen Embrittlement in FeSi- and Ni-Single Crystals", *Acta Metall.*, Vol. 31, pp. 1781-1793.

## **A method to assess the hydrogen critical concentration for hydrogen embrittlement in a type API P-110 steel**

**Abstract.** A methodology for the determination of the critical concentration of hydrogen necessary for the propagation of cracks induced by the phenomenon of hydrogen embrittlement was presented for a type API-110 steel, which microstructure in the as received condition (tempered martensite) is susceptible to this type of embrittlement. This methodology is based on a mathematical model that uses the hydrogen physical properties obtained in hydrogen permeation tests of samples previously cold worked 60 %. The mechanical and electrolytical properties of the material studied has been characterized. All electrochemical tests have been performed at  $298.0\text{K} \pm 0.1\text{K}$  ( $25.0^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ ). The hydrogen permeation tests have showed that the hydrogen permeation kinetics is slower, the time to reach the steady state is greater and the hydrogen flux is smaller for the microstructure cold worked 60 % as compared to the as received material. The greater the degree of cold working, the bigger the hydrogen solubility and the smaller the hydrogen diffusivity. The critical hydrogen concentration for embrittlement is equal to 0.39 weight ppm. The analysis of critical hydrogen concentration versus rate of crack propagation curves showed that the susceptibility to hydrogen embrittlement decreases as the rate of crack propagation increases

**Keywords:** hydrogen embrittlement, crack propagation, critical hydrogen concentration, hydrogen permeation, hydrogen solubility

## PROPERTIES OF THE CEMENTED CARBIDES AND TOOL CERMETS COATED WITH HARD SURFACE LAYERS

### L.A. Dobrzański

Division of Materials Processing Technology and Computer Techniques in Materials Science, Institute of Engineering Materials and Biomaterials, Silesian University of Technology, 44-100 Gliwice, ul. Konarskiego 18A, Poland  
ldorbrzan@zmn.pt.polsl.gliwice.pl

### K. Golombek

Division of Materials Processing Technology and Computer Techniques in Materials Science, Institute of Engineering Materials and Biomaterials, Silesian University of Technology, 44-100 Gliwice, ul. Konarskiego 18A, Poland

### J. Kopač

Faculty of Mechanical Engineering, University of Ljubljana, Aškerčeva 6, 1000 Ljubljana, Slovenia

### M. Soković

Faculty of Mechanical Engineering, University of Ljubljana, Aškerčeva 6, 1000 Ljubljana, Slovenia

**Abstract.** The paper presents investigation results of properties of the cemented carbide tips and tool cermets, both uncoated and coated with single and multiple hard surface layers in the physical (PVD) and chemical (CVD) vapour deposition processes. Microhardness and adhesion to substrate of the deposited coatings were examined using the scratch test method. Results of the continuous machining of the C45E steel with the indexable and disposable inserts are presented along with the roughness test results of the machined steel surface. Metallographic examinations were made of the substrate structures and coatings on the light microscope and on the scanning electron microscope (SEM), as well as of the wear type resulting from machining tests, and also of the adhesion of coatings to the substrate.

**Keywords.** Single-layer coatings, multi-layer coatings; Tool cermets; Cemented carbides; PVD; CVD; Cutting ability test; Scratch test; Microhardness

## 1. Introduction

Materials used in machining nowadays, apart from the high-speed steels, are mostly cemented carbides, and also more and more often cermets and tool ceramics. Fast developing technique and technology call for increasing the requirements made to tool materials, when their mechanical properties and wear resistance are concerned. The continuous development of the modern sintered tool materials is connected with the fast progress in the area of materials engineering. Research is being made simultaneously in many directions, connected among others with working out of new types of tool materials, optimization of chemical composition, development of techniques of putting down the thin anti-wear layers, increasing flexibility and specialization of tools, and also with automation and robotization of the machine cutting technology (Dobrzański L.A. et al. 1990, Steinmann P. A. et al. 1987).

Continuous improvement of life of the highly efficient cutting tools, made using the powder metallurgy method, making high speed cutting possible features the most important issue for the contemporary machine cutting technology (Kopač J. et al. 1999, Soković M. et al. 1997, Musiałek K. et al. 1999, Smolik J. et al. 1998). Solving it will increase the efficiency and quality of machining with the simultaneous decrease of its energy and material consumption.

One of the directions of research, ensuring achieving the required properties, is manufacturing the high-melting carbon, nitrogen, and boron compounds with the transition metals, and also oxides, in layers being several to a dozen micrometers thick on surfaces of the sintered tool materials. Two methods of putting down the thin anti-wear surface layers on the heavy-duty cutting inserts are used nowadays:

- CVD (Chemical Vapour Deposition)
- PVD (Physical Vapour Deposition)

Depositing coatings on cutting tools' surfaces, like the investigated tool cermets and cemented carbides, results in multiplying the tool life by decreasing its cutting edge wear in comparison to the uncoated tools, improvement of the tribological contact conditions in the tool-machined workpiece contact zone, and protection of the tool edge from oxidation and overheating. These effects are reflected directly by decreasing the energy consumption of cutting processes, increasing their relevant technological reliability, and also by reducing the down-time of the entire manufacturing lines. ( Bellido-Gonzales V. et al. 1995, Burnett P. J. et al. 1988, Cunha L. et al. 1999, Dorfel I. et al. 1999, Hedenqvist P. et al. 1997, Hogmark S. et al. 1994, , König W. et al. 1994, , Navinšek B. 1993, Novak S. et al. 1997, Sarmah B. P. et al. 1988, Wysiński M. et al 1997).

An important advantage of the coated cemented carbides and tool cermets is the possibility to use them in "dry" machining, without using any coolants harmful for the workers' health and polluting the environment. The goal of this work is to investigate the selected properties of tool cermets and cemented carbide tips, uncoated and coated in the physical (PVD) and chemical (CVD) vapour deposition processes with single and multiple wear resistant hard surface

layers, evaluation of the adhesion of coatings to the substrate, and determining their tribological properties by carrying out the technological machining tests using the complete cutting tools.

## 2. Experiments

The tests were made with the uncoated specimens made from cemented carbides and tool cermets, and ones that were coated with hard layers in the CVD or PVD processes. The SNMG 120408 type (designation according to ISO 1832:1991) inserts were used in the experiments. Specification of the investigated materials is given in table 1.

Table 1. Specification of the investigated cemented carbides and tool cermets

Material type	Coating	Coating thickness [ $\mu\text{m}$ ]	Process type
890	–	–	–
T130A	–	–	–
CP20	TiN	1,8	PVD
IC3028	TiCN	4,0	PVD
IC656	TiCN+TiN	9,2	CVD
TP100	TiCN+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,5	CVD
IC428	TiCN+TiC+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,9	CVD
T130Z	TiN+TiC+TiN	5.0	PVD

The structure examinations and measurement of the hard surface coatings were made on the lateral fractures on the OPTON DSM 940 scanning microscope at magnifications of 1000 and 5000x. The investigated inserts were prepared for examinations by cutting notches on them on the electrodischarge cutter and by cooling in the liquid nitrogen before breaking, to ensure the brittle fracture.

The metallographic examinations of structures and the deposited coatings were made on the LEICA MEF4A light microscope with magnifications of 500 and 1000x. The examinations were made on the skew metallographic microsections to present better the deposited coatings. The microsections' surfaces were ground on the diamond disks and then polished using the diamond abrasive compounds on STRUERS equipment.

The microhardness tests of coatings and substrate were made on the DUH 202 SHIMADZU ultra microhardness tester. The tests were made with the load of 0.03 N, making 5 indentations for each investigated material so that the depth of the indentations would be less than the thickness of the coatings put down. The penetrator's force used was determined experimentally to reduce the substrate's influence on the measured coatings' microhardness values.

Adhesion evaluation on the coated inserts was made using the scratch test on the CSEM REVETEST device, by moving the diamond penetrator along the examined specimen's surface with the gradually increasing load. The tests were made with the following parameters:

- load range 0-100 N
- load increase rate (dL/dt) 100 N/min
- penetrator's travel speed (dx/dt) 10 mm/min
- acoustic emission detector's sensitivity AE 1.2

The critical load  $L_C$ , at which coatings' adhesion is lost, was determined basing on the registered values of the acoustic emission AE. Observations of the damages developed in the scratch test were made on the LEICA MEF4A light microscope.

The cutting properties of the investigated materials were determined basing on the technological tests of the continuous machining on the ES1 experimental lathe. For cutting ability tests the C45E unalloyed steel was used in the quenched and tempered state, with the following mechanical properties: Ultimate Tensile Strength 620 MPa, Yield Point 0.02 375 MPa, and hardness after annealing 217 HB. The cutting ability tests were made with no coolants.

The wear land width  $VB_{\max}=0.2$  mm on the tool flank was employed as a tool wear criterion for finishing. Measurements of the flank wear land were made at the pre-determined intervals on the Carl Zeiss Jena light microscope with the millimeter scale. The flank wear character was observed on the LEICA MEF4A light microscope with magnifications of up to 60x.

The following parameters were used in the cutting ability tests:

- feed  $f=0.1$  mm/rev
- depth of cut  $a_p=1$  mm
- cutting speed  $v_c=250; 315$  m/min

Roughness tests of the machined C45E steel surface, after the cutting ability tests, were made on the TAYLOR-HOBSON SURTRONIC 10 device, making 5 measurements on the 10 mm length.

Examinations of coatings' thicknesses were made also, using the "kalotest" method, consisting in the measurement of the characteristic dimensions of the craters developed due to the wear on the examined specimen' surface caused by the steel ball. The following test parameters were employed: test time 120 sec, ball diameter 20 mm. The diamond abrasive compound with the granulation of 1 μm was used for the test.

The wear land measurements were made basing on observations on the NIKON Optiphot 100S light microscope equipped with the SONY DHC-151AP camera.

The coating thickness was calculated using the following formula (1):

$$g = \frac{D \cdot (D - d)}{2 \cdot R} \cdot 10^3 \tag{1}$$

where:

g – coating thickness [μm]

D – outer diameter of the crater [mm]

d – inner diameter of the crater [mm]

R – ball diameter [mm]

### 3. Discussion of the investigation results

It was found out, basing on the metallographic examinations on the electronic scanning microscope that all the investigated single- and multi-layer coatings developed in the PVD and CVD processes were put down evenly on the substrates of the cemented carbides and tool cermets. The coatings are compact without any visible pores and cracks and adhere tightly to their substrates. Only in case of the single-layer TiN coating put down using the PVD method on the CP20 cemented carbide substrate the coating thickness unevenness was encountered (fig.1). In case of the multi-layer coatings of the TiCN+TiN, TiCN+TiC+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ti+TiCN+TiN, TiCN+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+TiN/TiC types their laminar overlap was observed (fig 2, fig.3).

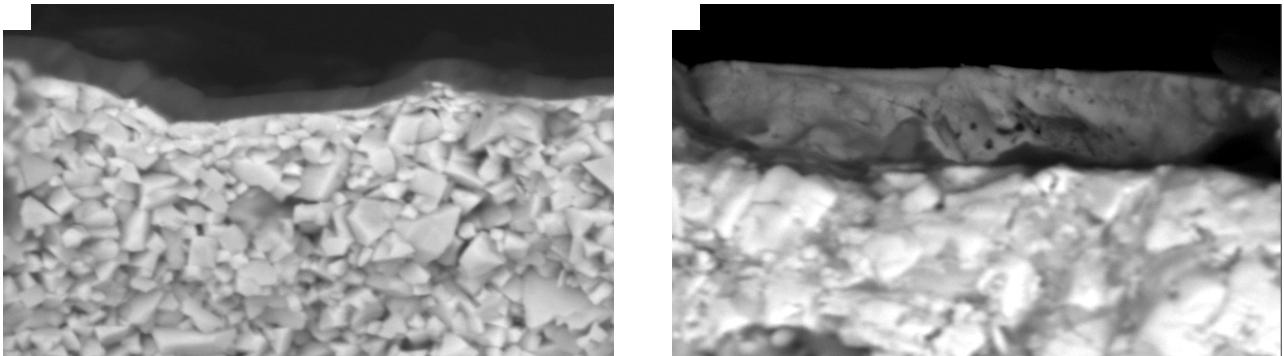


Figure 1. Fractures of coatings deposited onto the cemented carbide substrate: a) TiN on CP20, b) TiCN+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on TP100, magnification 5000x

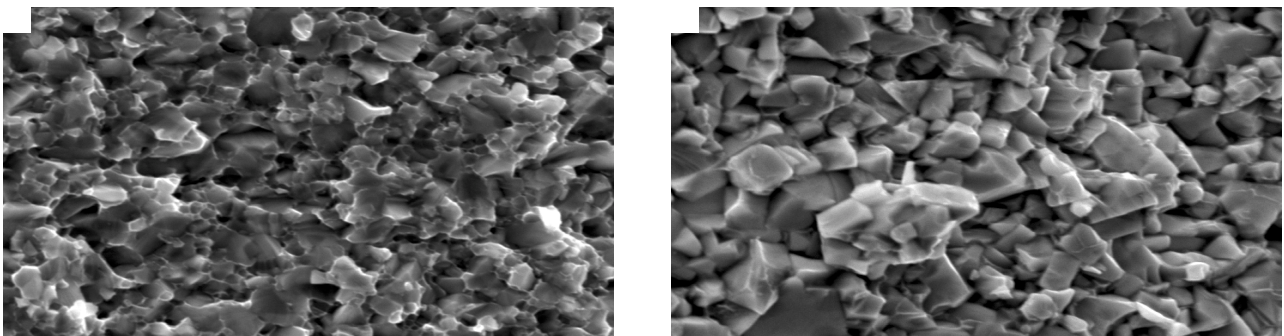


Figure 2. Structure image a) T130Z type cermet, b) TP100 type cemented carbide, magnification 5000x

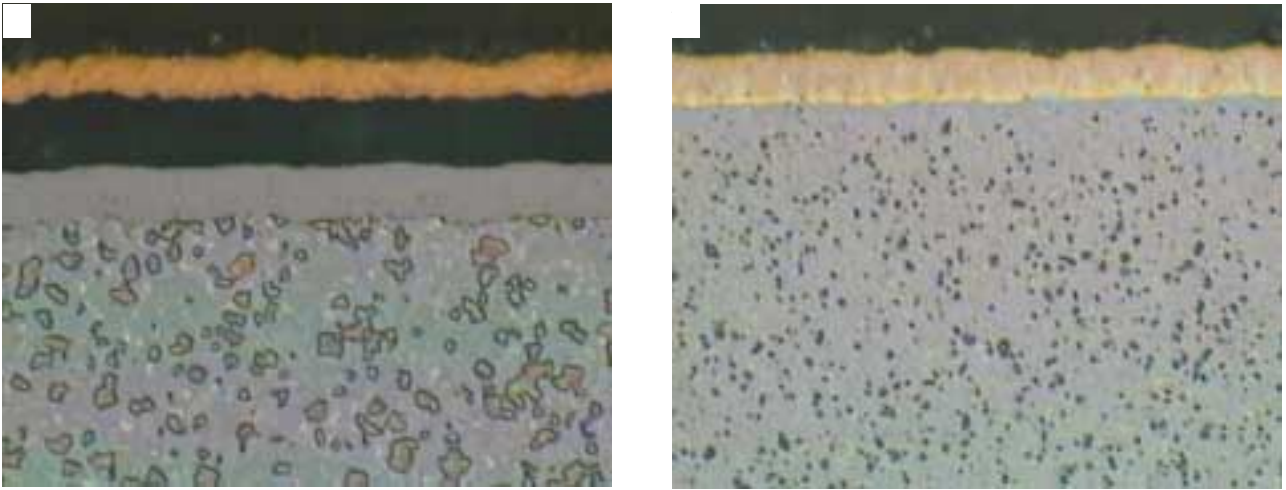


Figure 3. Skew microsection of a) TP100 type cemented carbide with the TiCN+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+TiN/TiC multi-layer coating deposited with the CVD method, magnification 1000x, b) T130Z type tool cermet with the multi-layer coating deposited with the PVD method, magnification 500x

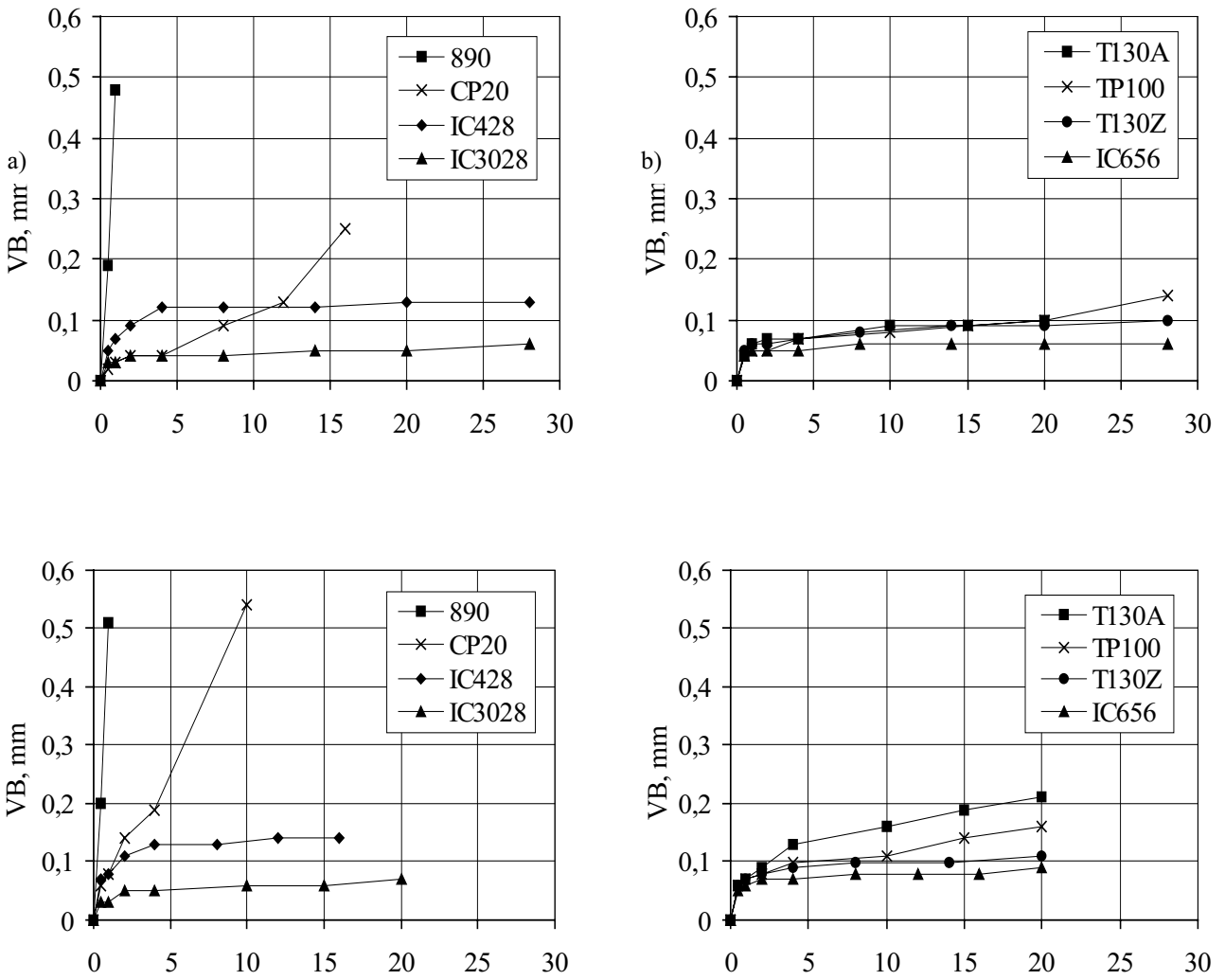


Figure 4. Comparison of the cutting ability of the indexable cutting inserts during continuous cutting of the C45E steel; for cutting speeds: a, b) v<sub>c</sub>=250 m/min, c, d) v<sub>c</sub>=315 m/min

It was found out during the observations on the scanning electron microscope that the substrate, both of the cemented carbides and of the tool cermet, is characterized by the high-melting carbides and nitrides evenly distributed in the matrix. The structure of the cemented carbides and tool cermet is presented in figure 2.

Basing on the technological continuous machining tests, evaluation of the tool blunting was made in time of 20-30 min. The test results are presented as plots of the flank wear land width as functions of the cutting ability time (fig.4). The smallest flank wear land width  $VB_{max}=0.06$  mm for cutting speed  $v_c=250$  m/min display the IC3028 cemented carbide coated with a single layer of TiCN, and the IC656 one with the TiCN+TiN coating, whereas, the T130Z cermet has the  $VB_{max}=0.1$  mm. The largest flank wear land width  $VB_{max}=0.22$  mm for cutting speed  $v_c=250$  m/min displays the CP20 cemented carbide with the single layer of the TiN coating. For the uncoated 890 cemented carbide the following result was obtained:  $VB_{max}=0.48$  mm, and for the T130A cermet it was  $VB_{max}=0.1$  mm. The assumed tool wear criterion was exceeded during the CP20 and 890 cemented carbides tests. After increasing the cutting speed to 315 m/min, the increased wear of the cutting edge was observed. In case of machining with the CP20 and 890 cemented carbides, as well as with the T130A cermet the tool flank wear criterion  $VB_{max}=0.2$  mm was exceeded. The smallest flank wear land width  $VB_{max}=0.07$  mm for the cutting speed  $v_c=315$  m/min is displayed by the IC3028 cemented carbide and

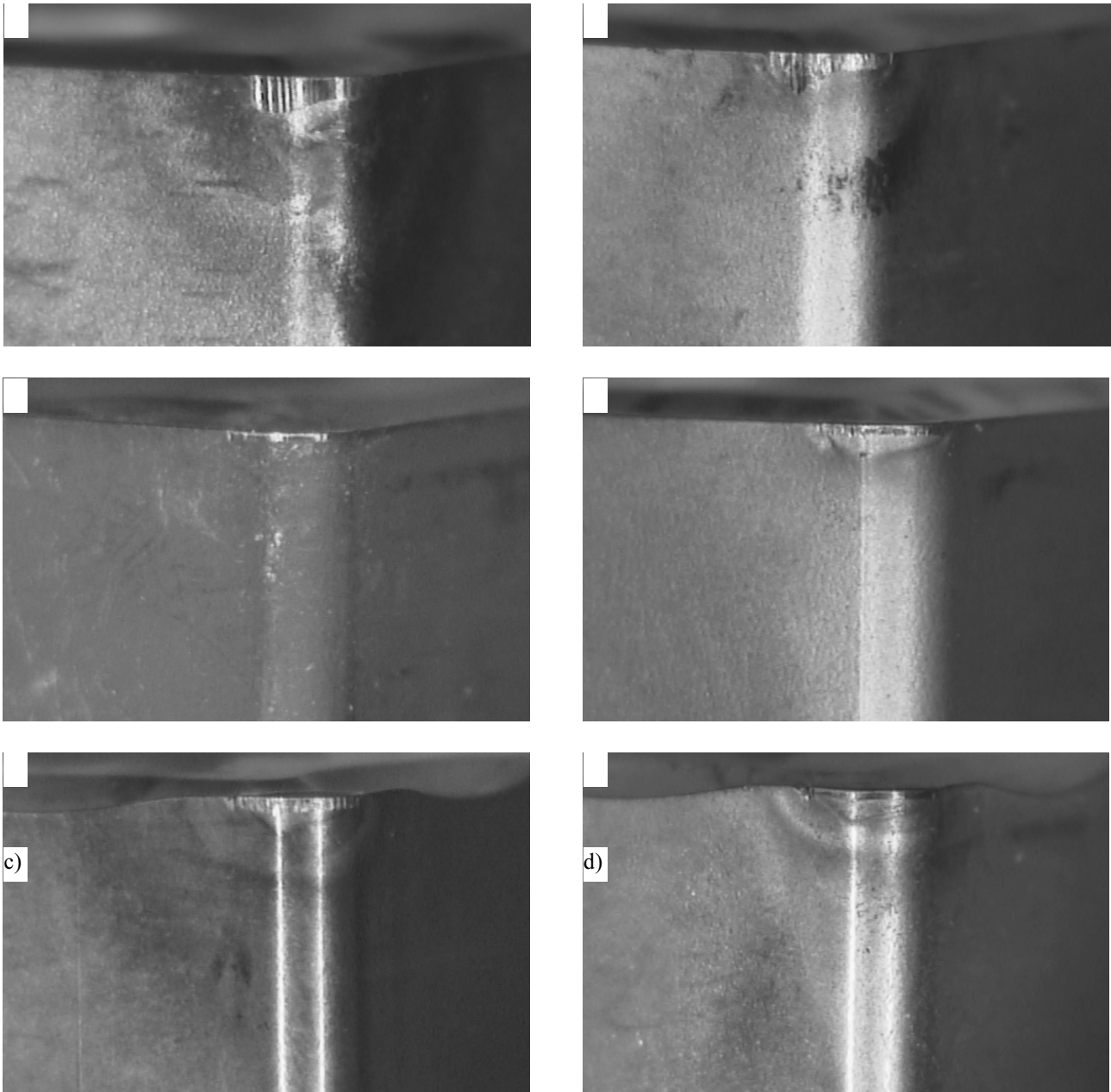


Figure 5. Flank wear character of the indexable inserts during the continuous cutting of the C45E steel with  $v_c=315$  m/min, a) 890 cemented carbide, b) CP20 cemented carbide, c) IC428 cemented carbide, d) TP100 cemented carbide, e) T130A cermet, f) T130Z cermet, magnification 60x



$VB_{max}=0.09$  mm is displayed by the IC656 cemented carbide, whereas, the T130Z cermet is characterized by the wear of  $VB_{max}=0.11$  mm. The flank wear character is presented in figure 5.

Basing on the cutting ability tests it was found out that putting down the anti-wear coatings on cemented carbides and tool cermets results in increasing their wear resistance, which brings, among others, the increase of the tool edge life.

Measurements of the roughness parameter  $R_a$  (table 2) of the machined steel surface after the cutting ability tests with the cutting speed  $v_c=250$  m/min, show that the steel surfaces machined with the TP30 and IC656 cemented carbides displayed the lowest parameter  $R_a=0.9$   $\mu\text{m}$ , and the highest value of  $R_a=2.2$   $\mu\text{m}$  was obtained for the surface machined with the uncoated 890 cemented carbide. For the cutting speed  $v_c=315$  m/min the lowest value of  $R_a=1.0$   $\mu\text{m}$  characterized the steel surface machined with the IC656 cemented carbide and with the T130Z cermet, and the highest  $R_a=2.8$   $\mu\text{m}$  was observed for the uncoated cermet. For the uncoated 890 cemented carbide value  $R_a=2.4$   $\mu\text{m}$  was obtained.

The highest surface quality was obtained during machining with the multi-layer coated TiCN+TiN cemented carbide and with the cermet coated with the TiN+TiC+TiN coating, whereas, the lowest quality was observed after machining with the uncoated cemented carbide and cermet.

Evaluation of the adhesion of coatings put down on the investigated materials were made basing on the critical

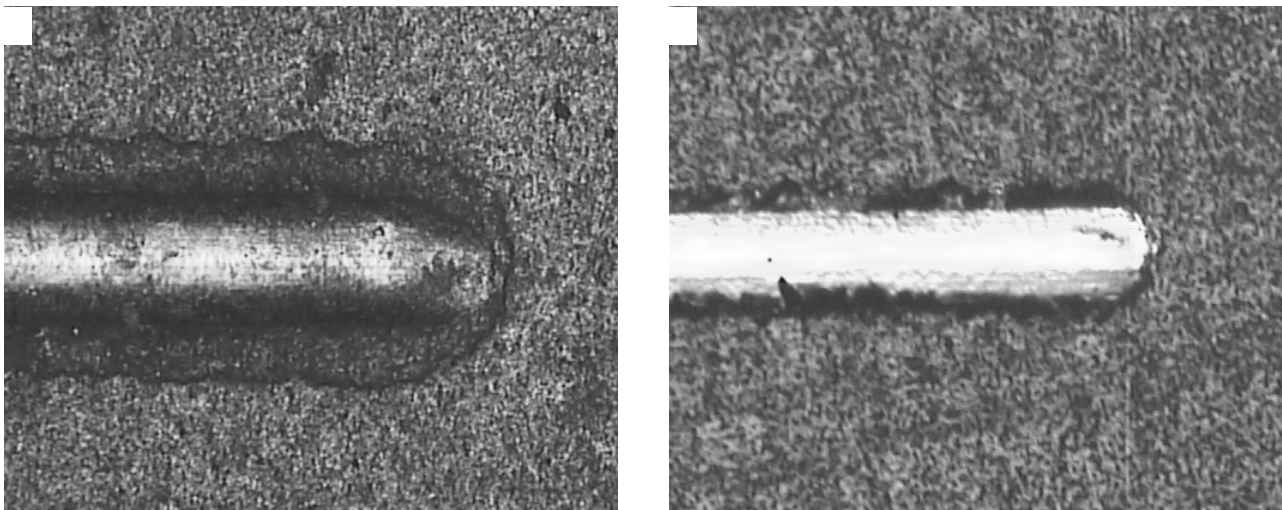


Figure 6. Damages of a) single-layer TiCN coating on the IC3028 carbide, b) multi-layer TiN+TiC+TiN coating on the T130Z cermet at the maximum load of 100 N, magnification 100x

loads  $L_C(AE)$ , at which loss of the coating to substrate adhesion occurs. It was found out that the investigated single-layer and multiple-layer coatings are characterized by very good and good adhesion to the substrate. The highest the critical loads of  $L_C(AE)=89,4$  N, characterizes the T130Z cermet, multi-layer coated with TiN+TiC+TiN (fig. 7). Values of the critical loads for the particular coatings are presented in table 2.

Table 2. Comparison of properties of the investigated cemented carbides and tool cermets

Material type	Microhardness $HV_{0.03}$	Critical load $L_C(AE)$ [N]	Roughness parameter $R_a$ [ $\mu\text{m}$ ]	
			$v_c=250$ m/min	$v_c=315$ m/min
890	1800	–	2,2	2,4
T130A	2500	–	1,6	2,8
T130Z	2800	89,4	1,0	1,0
CP20	2000	22,9	1,7	1,8
IC3028	2600	63,8	1,3	1,5
IC656	2300	63,7	0,9	1,0
TP100	2600	56,8	1,3	1,7
IC428	2100	40,8	1,3	1,5

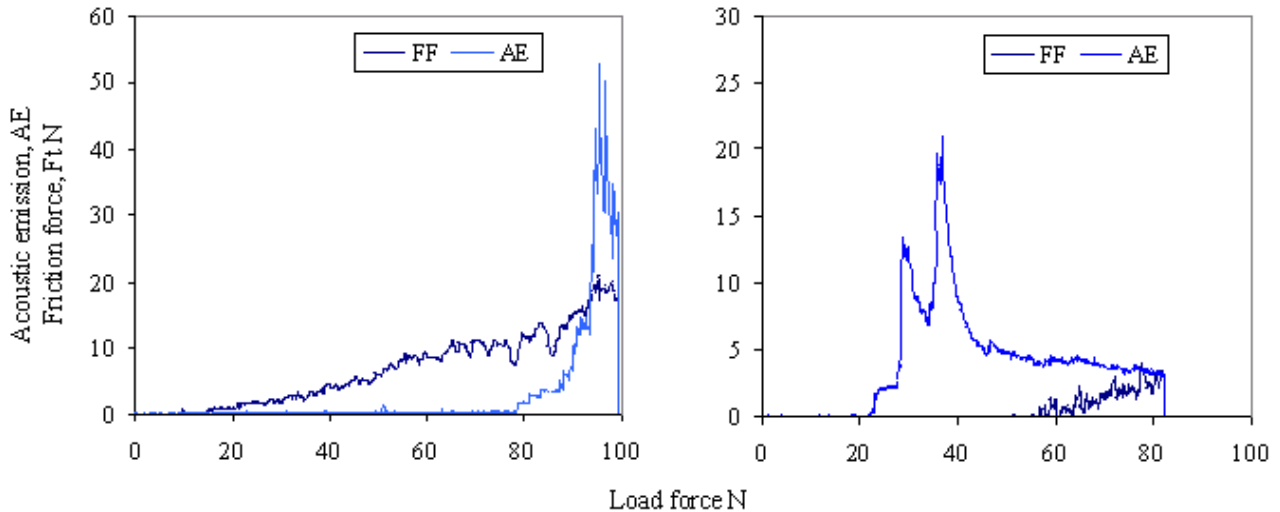


Figure 7. Plot of the dependence of the acoustic emission AE and friction force Ft on the load force for a) the T130Z cermet with the TiN+TiC+TiN coating and b) the CP20 cemented carbides with the TiN

Basing on the metallographic examinations on the light microscope and on the electron scanning microscope no delamination of coatings was found even at the maximum load (fig.6).

Basing on the microhardness tests made (table 2) it was found out that the T130Z cermet, multi-layer coated with the PVD method, displays the highest hardness 2800 HV<sub>0.03</sub>, whereas, the lowest hardness of 2000 HV<sub>0.03</sub> displays the CP20 cemented carbide, single-layer coated with TiN. The highest hardness of 2600 HV<sub>0.03</sub>, from among the cemented carbides, characterizes the IC3028 carbide, single-layer coated with TiCN. Hardness values of the uncoated cemented carbides are respectively 1800 HV<sub>0.03</sub> for 890 cemented carbide, and HV<sub>0.03</sub> for the A30N one. Basing on the investigations made and on the literature data one can state that depositing the hard coatings with both the CVD and PVD methods on the cemented carbide and tool cermet substrate causes the significant hardness increase. The hardness increase causes decreasing of the tool cutting edge wear. These results were confirmed by the cutting ability tests.

The coating thickness measurement results with the kalotest method are presented in table 1.

#### 4. Summary

Basing on the metallographic examinations made it was found out that all coatings single- and multiple-layer were deposited evenly on the substrates of cemented carbides and tool cermets. The cutting ability tests display that the a) erts single-layer coated with TiCN and TiCN+TiN are ch, b) cterized by the highest wear resistance, whereas, the lowest wear resistance is displayed by the single-layer TiN coating. The microhardness tests of the coatings revealed that the highest hardness is displayed by the multiple-layer coated cermet, whereas the lowest hardness display the cemented carbide coated with TiN. Basing on the adhesion tests done it was found out that al investigated coatings, both the single- and multi-layer ones, are characterized by the very good adhesion to the substrate. It was also found that the surface of the steel machined with the multiple-layer coated tool cermet and cemented carbides has lower roughness than the surface machined with the uncoated cemented carbides or single-layer coated with TiN.

#### 5. Acknowledgements

Investigations were partially financed within the framework of the Polish State Committee for Scientific Research No 7 T08C 044 20 grant headed by Prof. L.A. Dobrzański and the Scientific and Technology Cooperation Joint Project MAT-DRY-CUT entitled "Materials for dry cutting-selection of tool materials and development of the dry cutting tools technology" between the Institute of Engineering Materials and Biomaterials of the Silesian University of Technology in Gliwice (Poland) and the Faculty of Mechanical Engineering of University of Ljubljana (Slovenia).

## 6. References

- Bellido-Gonzales V., Stefanopoulos N., Deguilhen F., 1995, *Surface and Coatings Technology*, 74-75, 884-889
- Burnett P. J., Rickerby D. S., 1988, *Thin Solid Films*, 157, 233-254
- Cunha L., Zarychta A., Andritschky M., Miranda A., 1999, Proc. 8<sup>th</sup> Int. Sci. Conf. "Achievements in Mechanical & Materials Engineering, AMME'99", Gliwice-Rydzyňa, 91-94
- Dobrzański L.A., Adamiak M., 1997, Proc. 6<sup>th</sup> Int. Sci. Conf. "Achievements in Mechanical & Materials Engineering, AMME'97", Gliwice-Wisła, 33-36
- Dobrzański L.A., Hajduczek E., Marciniak J., Nowosielski R., 1990, *Materials science and heat treatment of tool materials*, WNT, Warsaw (in Polish)
- Dorfel I., Osterle W., Urban I., Bouzy E., 1999, *Surface and Coatings Technology*, 111, 199-209
- Hedenqvist P., Jacobson S., Hogmark S., 1997, *Surface and Coatings Technology*, 97, 212-217
- Hogmark S., Hedenqvist P., 1994, *Wear*, 179, 147-154
- Kopač J., Soković M., 1999, Proc. Int. Conf. AMPT'99, Dublin, 509
- König W., Fritsch R., 1994, *Surface and Coatings Technology*, 68-69, 747-754
- Musiał K., Pofelska-Filip I., 1999, Juroszek P., Fedaczyński A., IOS Research Work Reports No 441, Cracow
- Navinšek B., 1993, *Hard coating of cutting tools*, Institute of Jože Stefan, Ljubljana
- Novak S., Navinšek B., Komac M., Praček B., 1997, *Vacuum*, 48, 107-112
- Sarmah B. P., Hare M. K., 1988, *Wear*, 127, 229
- Smolik J., Zdunek K., 1998, *Vacuum*, 51, 441-444
- Soković M., 1997, *Journal of Mechanical Engineering*, 43, 129-136
- Steinmann P. A., Tardy Y., Hintermann H. E., 1987, *Thin Solid Films*, 154, 333-349
- Wysiecki M., 1997, *Contemporary tool materials*, WNT Warsaw (in Polish)

# STRUCTURE, CORROSION RESISTANCE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE PVD COATINGS DEPOSITED ON THE BRASS SUBSTRATE

L. A. Dobrzański, K. Lukaszewicz, J. Madejski

Division of Materials Processing Technology and Computer Techniques in Materials Science

Institute of Engineering Materials and Biomaterials, Silesian University of Technology, 44-100 Gliwice, ul. Konarskiego 18A, Poland  
ldorbzan@zmn.pt.polsl.gliwice.pl

M. Andritschky

Departamento de Física, Universidade do Minho  
Campus de Gualtar, P-4700-320 Braga, Portugal

**Abstract.** The paper presents investigation results of the structure, corrosion, and the mechanical properties of the CuZn40Pb2 brass coated in the PVD process with the thin multi-layer Ti/CrN and TiAlN/Mo coatings, and with the single-layer Cr/CrN, TiAl/TiAlN, and Ti/TiN coatings. The corrosion tests were made in the 1 mole HCl solution, moreover, the Corrodokote test was made according to the ASTM standard. It was found out that coatings deposited with the PVD method on the brass substrate improve significantly its corrosion resistance. The best results were obtained for the multi-layer Ti/CrN coating. Moreover, it was found out that in all coatings compression stresses occur, which is advantageous for their durability. The critical load, at which loss of the coating to brass substrate adhesion occurs, is within the 40 ± 57 N range.

**Keywords.** PVD coatings, Corrosion, Residual stresses, Scratch test.

## 1. Introduction

Many elements used in housing, automotive industry, e.g., sanitary fittings, various holders and furniture require the high corrosion and wear resistance. The traditional technologies consisting in applying galvanically the corrosion resistant coating do not ensure the expected properties connected with the high corrosion resistance, good adhesion of coatings to their substrate, and their technology is connected with significant environmental hazards. Employing the PVD techniques for the multi-layer deposition of coatings ensures high corrosion- and wear resistance, required colour, e.g., golden or a polished brass-like and makes it possible to eliminate fully the highly harmful galvanic processes (Dobrzański L.A. and Adamiak M., 1998, Robyr C. et al., 1997, Cunha L. and Andritschky M., 1999). The system of multi-layer coating deposition provides more potential for preventing corrosion stimulants like scratches or crevices. Each such defect occurring in a single deposited layer can be neutralised or 'concealed' by the next layers successively put down. In this way, the corrosion agents' path is made longer or blocked. Hard carbonitride coatings, like the CrN, TiAlN, and TiN extend the life of the items that were covered with them, improving not only their wear resistance but also their resistance to the chemically aggressive environment, in comparison to the non-coated metal materials. This is an effect of the smaller grain size and amorphous coatings' structure. The hard coatings are usually chemically resistant at a reasonably elevated temperature, provided they are thick enough, tight, and do not display columnar structure.

Internal stresses occurring in the thin coatings put down with the PVD technique feature a serious problem. Mechanical properties, like hardness, adhesion, and tribological properties of the deposited coatings are strongly dependent on the values and spatial distribution of the residual stresses (Robic J. et al., 1996, Larsson M. et al., 1996, Tavares C. et al., 1999). These stresses develop because of the growing split between the coating and the substrate material due to the temperature gradient (thermo-mechanical stresses), stress growth resulting from fast solidification, and ion bombarding intensity. The excessive longitudinal stresses in coatings may originate cracks propagating across the coatings, whereas, the high compression stresses may lead to delamination of the coatings from the substrate surface onto which they were put on. Therefore, determining the residual stresses' values in coatings comes into life as a very important element of the quality control of the deposited coatings.

Hard and wear resistant coatings are commonly used nowadays to improve the mechanical and working properties of various engineering materials. The microhardness test and scratch test are two techniques used most often for characterizing the mechanical properties of coatings. Good adhesion is the main requirement when they are developed. Therefore, the coating-substrate contact zone is important when the reliable and durable coating is to be worked out. The employment of a thin intermediate layer, e.g. the Ti one, improves adhesion of the true coating, as the soft titanium layer reduces stresses and counteracts propagation of cracks. Because of the technological issues and reliability of the coating-substrate system, high hardness and good adhesion of the coating to the substrate should always be the first requirements to be taken into consideration. Albeit these two tests provide different information, yet they supplement each other (Vaz F. et al., 1998).

The goal of this work is to investigate the corrosion resistance and mechanical properties of coatings put down with the PVD technique onto the brass substrate.

## 2. Experiments

The tests were made on the CuZn40Pb2 brass specimens coated in the PVD process with hard coatings, listed in Tab. (1).

Table 1. Coatings' deposition parameters.

Coating type	Accelerating voltage, V	Furnace pressure, Pa	Nitrogen flow, cm <sup>3</sup> /min	Temperature, °C	Number of coatings
Ti/CrN × 150	-50	0,46	600	300	150
TiAlN/Mo × 150	-60	0,52	540		150
Cr/CrN × 1	-100	0,48	800		1
TiAl/TiAlN × 1	-60	0,51	540		1
Ti/TiN × 1	-60	0,27	240		1

The coatings were put down onto the polished brass specimens by magnetron sputtering. Before the coatings were deposited, the brass specimens were cleaned in the ultrasonic washer and next in the furnace in the pure argon atmosphere. Disks containing pure metals (Cr, Ti, Mo) and the 50% Ti - 50% Al alloy were used to put down the coatings. The coatings were put down in the argon and nitrogen atmosphere. To increase corrosion resistance and adhesion, a thin layer (about 100 nm) from pure Cr, Ti, and TiAl alloy was put down onto the brass substrate, before coating it with the CrN, TiN, and TiAlN layers respectively. The distance between each of the disks and the coated brass specimens was 65 mm.

Metallographic examinations were made on the LEICA MAEF4A light microscope to investigate the uniformity of coating imposition and to examine the brass structure.

Observations of the coatings' structures and measurement of their thickness were made on the transverse fractures using the JEOL SUPERPROBE 733 scanning electron microscope employing detection of the secondary at the accelerating voltage of 20 kV for generating the images of fractures. The lamina were made by cutting notches with the diamond disk on the STRUERS equipment, and next, before fracturing, they were cooled in liquid nitrogen to eliminate plastic deformation and to ensure the brittle fracture.

In addition, to verify the coatings' thickness test results obtained on the scanning microscope, the next thickness measurements were made of coatings put down on the brass substrate, using the "ball cratering" method, consisting in measuring the characteristic features of the crater developed on the measured coated specimen's surface. Coating thickness was determined using the following relationship:

$$d = \frac{D \cdot (D - d)}{2 \cdot R} \cdot 10^3 \tag{1}$$

where:

- g – coating thickness, mm;
- d – crater inner diameter, mm;
- D – crater outer diameter, mm;
- R – ball diameter, mm.

Tests of the coatings' adhesion were made using the scratch test on the computer-controlled Sebastian-5A (Quad Group) device equipped with the acoustic detector. Adhesion tests were made with the following parameters: load increase rate (dL/dt) – 100 N/min, indenter feed rate (dx/dt) – 10 mm/min. To make a scratch, the Rockwell diamond tip indenter with the tip radius of 200 μm was used. The critical load L<sub>c2</sub>, at which the adhesion of coatings with the substrate is lost, was determined basing on the acoustic emission AE occurring at the indenter-inspected specimen zone, recorded during the test.

To evaluate the portion of the surface defects, a circular fragment of each specimen's surface with the 300 μm diameter was examined on the LEICA MEF4A light microscope at the magnification of 500 × and stored in the computer memory. Next, the computer image analysis was carried out to obtain the information about the portion of the total surface of the defects and their sizes.

Investigation of the electrochemical corrosion of the deposited coatings were made in the 1 mole HCl solution in reference to the platinum electrode and to the calomel electrode. The tests were made on the PGP 2012 Potentiostat/Galvanostat device. The following tests were made:

- measurements of the polarization in the range of  $-500$  mV to  $500$  mV at the scanning rate of  $15$  mV/min, to determine the corrosion current  $i_{cor}$  on the substrate using the Tafel analysis method and VoltaMaster 1 software package;
- measurements of the corrosion potential  $E_{cor}$  after 60 minutes from the beginning of the experiment.

The Corrodokote investigations of the pitting corrosion were made according to the ASTM standard. The specimens were covered with the aggressive paste with the chemical composition specified in standard and then put for 20 hours into the chamber with the temperature of  $20$  °C and air humidity of 80%. After this time the specimens were examined on the LEICA MEF4A light microscope to inspect the course of the corrosion reactions on their surfaces.

Techniques used for measurements of the residual stresses are based on deflection size of the thin specimens before and after the coating deposition process. Specimens made from the rust-resisting steel with the diameter of  $25$  mm and  $500$   $\mu$ m thick were used for measurements of the residual stresses. The corner radius of the coated and uncoated specimens was measured by moving a laser beam over the specimen surface in two perpendicular directions and recording the intensity of the reflected light (Fig.1). The residual stresses  $\sigma_{res}$  were calculated using the Stoney's formula (Tavares C. et al., 1999):

$$\sigma_{res} = -\frac{E_s \cdot t_s^2}{6 \cdot t_c \cdot (1 - \nu_s)} \left( \frac{1}{r_a} - \frac{1}{r_b} \right) \quad (2)$$

where:

$E_s$ ,  $t_s$  and  $\nu_s$  are Young's modulus, thickness, and Poisson ratio of substrate respectively (in case of AISI 316:  $E_s = 177$  GPa,  $\nu_s = 0,3$ ),  $t_c$  - wall thickness,  $r_a$  and  $r_b$  are the specimen surface corner radii before and after putting down the coating.

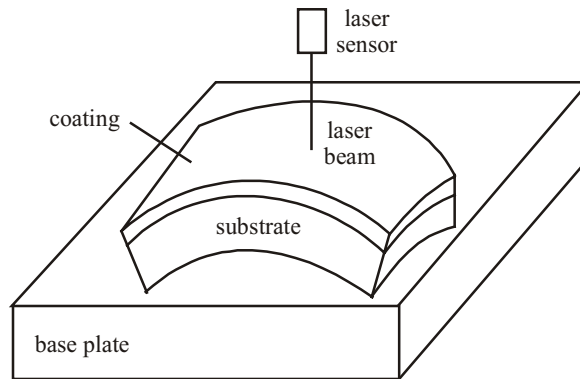


Figure 1. Measurement schema of the rounding radius of specimens with the PVD coatings for determining their residual stresses.

The microhardness tests were made on the SHIMADZU DUH 202 dynamic ultra-microhardness tester. The tests were made with the  $25$  mN load, enabling the operator to eliminate the influence of the substrate on the obtained results as much as possible, so that the depth of the impressions was less than  $1/10$  of the thickness of the deposited coatings.

The Young's modulus was calculated using the Hardness 4.2 software package delivered as a part of the ultra-microhardness tester system, according to the formula:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} \quad (3)$$

where:

$E_r$  - reduced Young's modulus,  $\text{kN/mm}^2$ ;

$E_s$ ,  $E_i$  - Young's moduli of the substrate and indenter respectively,  $\text{kN/mm}^2$ ;

$\nu_s$ ,  $\nu_i$  - Poisson ratio of the substrate and indenter.

The friction coefficient of the investigated coatings was determined on the CSEM High Temperature Tribometer (THT) device. The indenter made from the 100Cr6 steel with the curvature radius was used as the counter-specimen. The test were made at the room temperature with the following parameters:

- load force  $F_N - 1$  N;
- friction path – 10 mm;
- feed – 10 mm/sec.

The abrasive wear tests were made on the CSEM High Temperature Tribometer (THT). The ball made from the  $Al_2O_3$  aluminium oxide with the diameter of 6 mm was used as the counter-specimen. . The test were made at the room temperature with the following parameters:

- load force  $F_N - 5$  N;
- feed – 40 cm/s;
- radius – 10 mm.

### 3. Discussion of the investigation results

Coatings put down with the PVD technique (reactive magnetron sputtering) onto the diphase ( $\alpha+\beta$ ) CuZn40Pb2 brass substrate are characterized by the high deposition uniformity (Fig. 2).

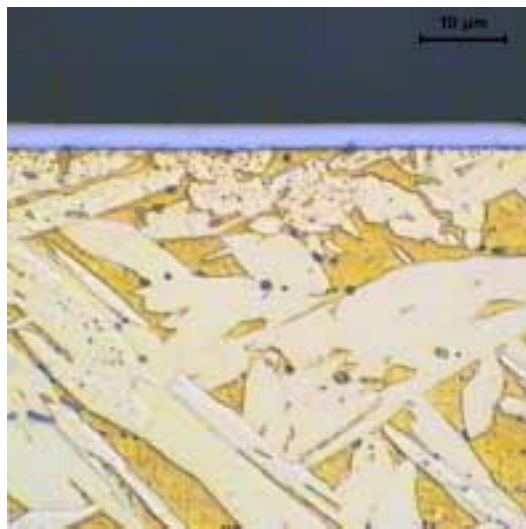


Figure 2. Structure of the diphase CuZn40Pb2 brass with the Ti/CrN  $\times 150$  coating.

Moreover, the structure of the coatings was examined on the transverse surfaces of fractures (Fig. 3). The coatings' structure is columnar. The coatings display equal thickness over their entire area.

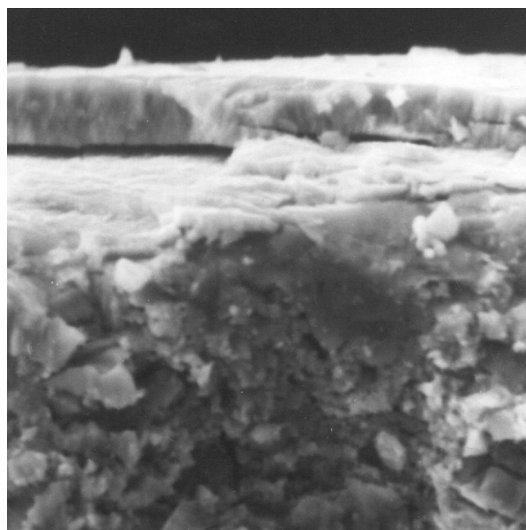


Figure 3. Surface of the Cr/CrN  $\times 1$  coating fraction; magnification 2000  $\times$ .

The morphology of the coatings' surfaces is characterized by a significant in homogeneity connected with occurrences of the multiple near-drop-shaped particles (fig. 4), which is connected with the essence of the employed PVD process for depositing the coatings and is consistent with the previous research results (Dobrzański L.A. and Adamiak M., 1997).

All investigated coatings display surface defects, typical for the PVD coatings if the form of pores or cracks. The surface portion of these defects, in case of each type of the investigated coatings, does not exceed 2% of the area examined on the light microscope. The fewest defects occur on the Cr/CrN coating.

Results of the electrochemical corrosion investigations, thickness of the coatings, and surface portion of the defects are presented in Tab. (2).

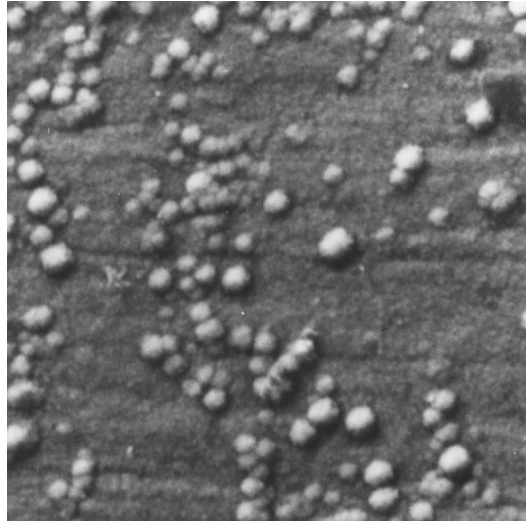


Figure 4. Topography of the Cr/CrN × 1 coating surface; magnification 2000 ×.

Results of the investigations of the corrosion potential  $E_{cor}$  and analysis of the anode polarization curves of the coatings in 1 mole HCl solution are presented in Fig. (5) and (6). All specimens with the coatings put down on their surfaces display higher potential than specimens from the brass alone. The highest potential was obtained for the Cr/CrN coating (Tab. 2).

Table 2. Summary results of the electrochemical corrosion investigation results, thickness of coatings, and dimensions of the surface defects.

Coating type	Current density $i_{cor}$ , $\mu A/cm^2$	Corrosion potential $E_{cor}$ , mV	Portion of surface defects, %	Coating thickness, $\mu m$
Ti/CrN × 150	0,4	-202	1,8	3,0
TiAlN/Mo × 150	1,2	-191	2,0	2,9
Cr/CrN × 1	1,4	-179	1,5	3,1
TiAl/TiAlN × 1	0,6	-210	1,7	2,8
Ti/TiN × 1	1,2	-220	1,8	2,9
Substrate	12,4	-254	–	–

This can be explained by the fact that the Cr/CrN coating has a thin layer of a pure Cr deposited directly onto the substrate material – brass, that protects it from the corrosion effects by being extremely subjected to passivation, and because in this case the surface portion of defects is the lowest for all the investigated coatings. That is why this coating displays the relatively high potential in respect to the other coatings. Small pores and cracks in the coating, as well as difference between the large area of the cathode (coating) and the small area of the anode (bottom of pores) decreases the corrosion protection of coatings. The relatively high potential value for some coatings, e.g., Ti/TiN and TiAl/TiAlN at the beginning is explained by the longer time needed for reaching by the HCl solution the substrates' surfaces by diffusion through small surface defects. One fact calls for attention - after 60 minutes of the experiment, the substrate's (uncoated brass) corrosion potential increases significantly (from -315 mV to -254 mV), so it develops auto-passivation. An exemplary effect of the electrochemical corrosion is shown in Fig.(7).

Analysis of the anode polarization curves confirms a better corrosion resistance of the coated specimens in comparison with brass. Current density is always smaller during anode scanning than for the uncoated specimen (12,4  $\mu A/cm^2$ ), which indicates to the good protection effect (Tab. 2). The smallest corrosion current density  $i_{cor}$ , and therefore, the smallest anode digestion, and correspondingly the best corrosion protection properties have the Ti/CrN



and TiAl/TiAlN coatings. The current densities for other coatings are much larger than obtained for the above mentioned coatings. The flow of the curves in their cathode ranges indicates to the significant hampering of reactions occurring on the coated brass. Behaviour of the investigated systems in the anode range may attest to the porosity or coatings' defects.

Examinations of the specimens' surfaces on the light microscope after the Corrodokote test indicate that the specimens coated with the Ti/CrN and Ti/TiN layers display the fewest defects, connected with their interaction with the chemically aggressive paste. The relatively low portion of corrosion pits occurs in these specimens, which makes it possible to state that this coating has a good corrosion resistance.

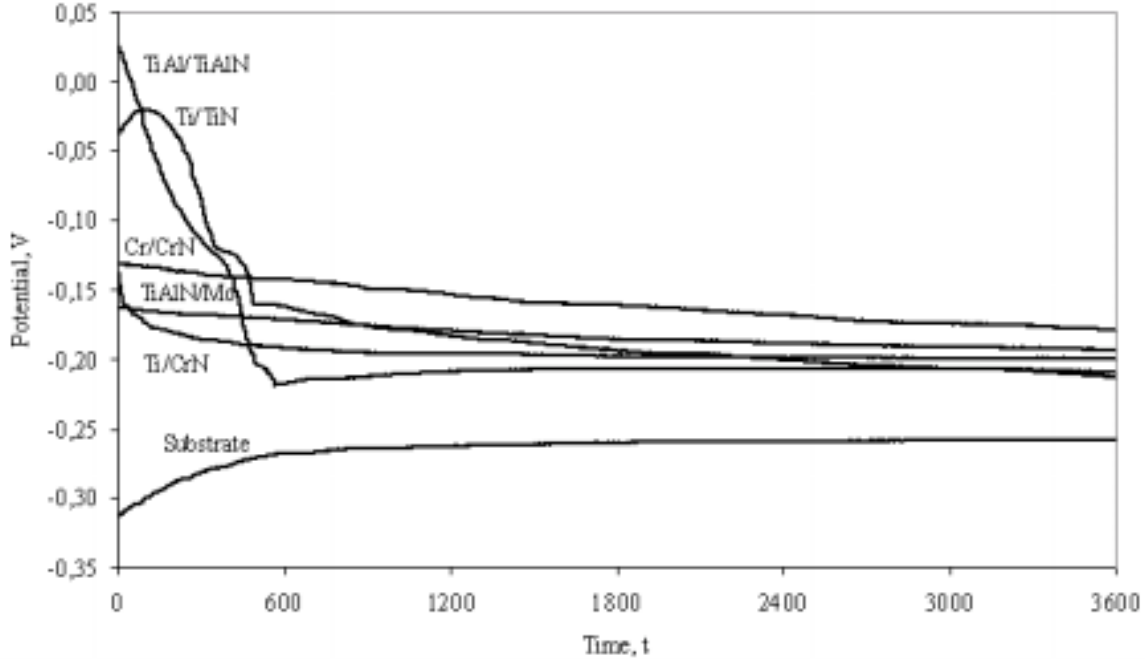


Figure 5. Curves of the corrosion potential as the function of time in 1 mole HCl solution for coatings put down with the PVD technique on the brass substrate and for the brass alone. These curves were obtained before registering the anodic polarization curves in the same medium.

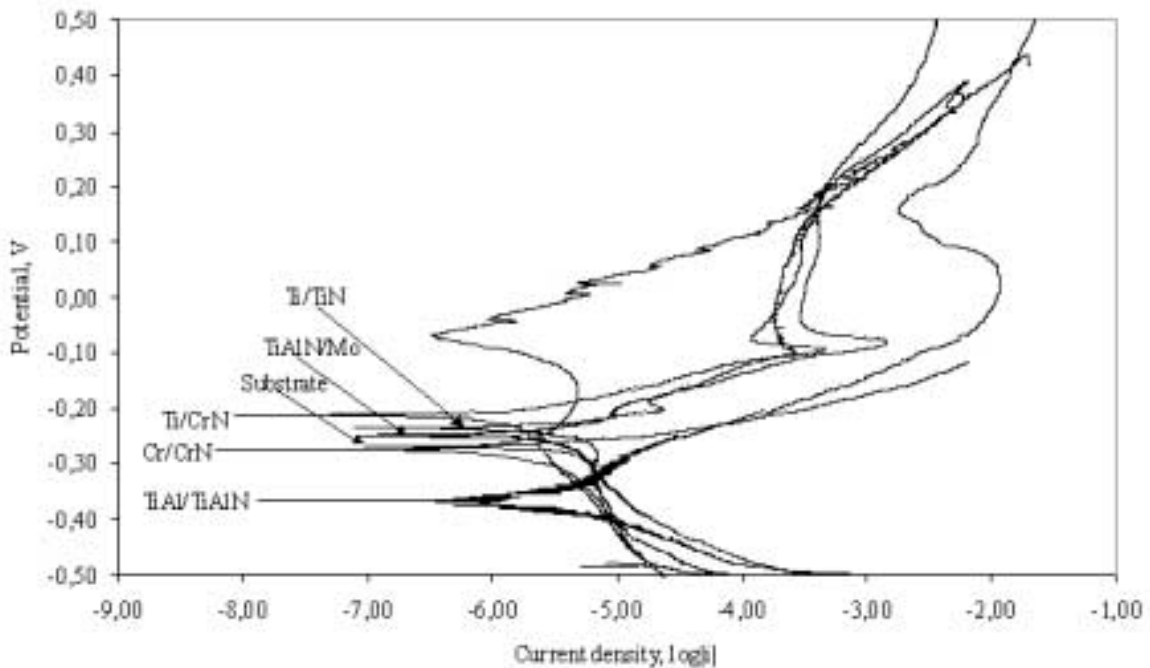


Figure 6. Curves of the anodic polarization in 1 mole HCl solution for coatings put down with the PVD technique on the brass substrate and for the brass alone.

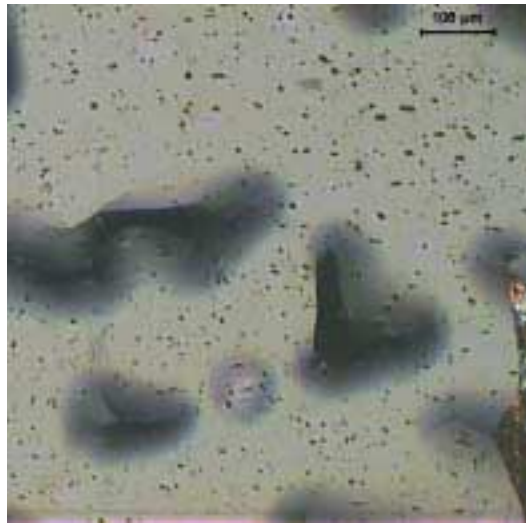


Figure 7. Effects of the electrochemical corrosion on the Ti/TiAlN × 1 coating.

The Cr/CrN and TiAl/AiAlN coatings are characterized by a higher density and surface portion of corrosion pits. However, the relatively large surfaces of the particular pits revealed on the TiAlN/Mo coating indicate the low resistance of these coatings to chemical corrosion in the test corrosion environment.

Results of microhardness tests, Young’s modulus measurements, as well as results stiffness measurements and analysis of the residual stresses in the examined coatings are presented in Tab. (3).

Table 3. Summary results of the tests of mechanical properties of the coatings.

Coating type	Microhardness HV <sub>0,0025</sub>	Stiffness, mN/μm	Young’s modulus, GPa	Residual stresses σ <sub>res</sub> , GPa
Ti/CrN × 150	2100	216	228	– 0,6
TiAlN/Mo × 150	2200	250	297	– 0,7
Cr/CrN × 1	2200	255	274	– 2,3
TiAl/TiAlN × 1	2300	239	277	– 0,3
Ti/TiN × 1	2600	228	293	– 1,1

Thin, hard coatings on a soft substrate seem to feature an advantageous combination of materials. They have the particular use in abrasive or erosion wear. One of limitations in use of hard coatings on a relatively soft substrate is developing of big stresses in coatings and in the substrate material – coating contact zone, when the coating is loaded and the substrate bends (Holmberg K. and Matthews A., 1994).

In general, it is assumed that the residual stresses σ<sub>res</sub> in thin coatings consist of the external (σ<sub>ext</sub>) and internal (σ<sub>int</sub>) constituent stresses (Larsson M. et al., 1996):

$$\sigma_{res} = \sigma_{ext} + \sigma_{int} \tag{4}$$

The external stresses (thermal stresses) develop due to the difference between the coefficients of expansion of the coating and its substrate, according to:

$$\sigma_{ext} = [E_c / (1 - \nu_c)] \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T \tag{5}$$

where:

E<sub>c</sub> and ν<sub>c</sub> are the Young’s modulus and Poisson ration respectively, Δα is a difference between the coefficients of expansion of the coatings and substrate, and ΔT - is a difference between the coating deposition temperature and room temperature.

All σ<sub>res</sub> values indicate to the compression (negative) residual stresses in the deposited coatings. The internal (micro-structural) stresses prevail in this case. The external (thermal) stresses are predominant in the chemical vapour deposition processes (CVD), as these processes are carried out at higher temperature. The compression stresses in

coatings improve their mechanical properties. One can notice that residual stresses in coatings grow along with the increase of the accelerating potential. However, the excessive compression stresses may induce problems with good adhesion of coatings to their substrate, close to the edge in particular, which is demonstrated by delamination or spalling of coating from the substrate.

I was found out that the residual stresses have larger values in the single-layer coatings (Cr/CrN) than in the multi-layer ones (Ti/CrN or TiAlN/Mo). This may be caused by the fact that in case of the multi-layer coatings, the soft (Ti or Mo) and hard (CrN and TiAlN) coatings, deposited alternately, reduce the stress increase resulting during the growth of the coatings. The only exception is the single-layer TiAl/TiAlN coating in which the residual stress value is low.

Results obtained during tests of mechanical properties of coatings on the ultra-microhardness tester are presented in Tab. (3). Stiffness of the obtained coatings is within the range of 216-255 mN/μm, whereas the Young's modulus of the coatings put down is within the range of 228-297 GPa, and does not differ from data published in literature (Tavares C. et al., 1997). Hardness of the investigated coatings is above 2000 HV, however, the single-layer coatings are characterized by a higher hardness, which is understandable, as in their case we measure hardness of the hard nitride layer only, and not of the system of alternating hard and soft layers, as it is in case of the multi-layer coatings.

Results of the coating-substrate adhesion scratch tests, abrasive wear tests using the pin-on-disk method, and friction coefficient values are presented in Tab. (4).

The critical loads recorded during the scratch test are dependent not only on the mechanical strength (adhesion, cohesion) of the coating/substrate system, but also on various parameters connected with the coating/substrate system (substrate hardness and roughness, coating hardness and roughness, coating thickness, friction coefficient between the coating and the indenter, internal stresses in coatings), and also on the test parameters alone (load increase rate, indenter feed, curvature radius of the indenter's tip, indenter's material, and indenter's tip wear).

The load at which the first coating defects appear is known in literature as the first critical load ( $L_{c1}$ ). The value of the first critical load is linked to the cohesion defects connected with spalling of material within the coating. This defect is represented by a weak acoustic emission signal AE and cannot be noticed in the plot in practice. However, an experienced observer can detect these defects using the light microscope.

The critical load  $L_{c2}$  can be detected using three methods:

- by visual observation on the microscope – finding a location where more than 50% of the coating is removed from the substrate; identification of the coating damage character;
- by the acoustic emission analysis – sudden drop of the acoustic emission (Fig. 8);

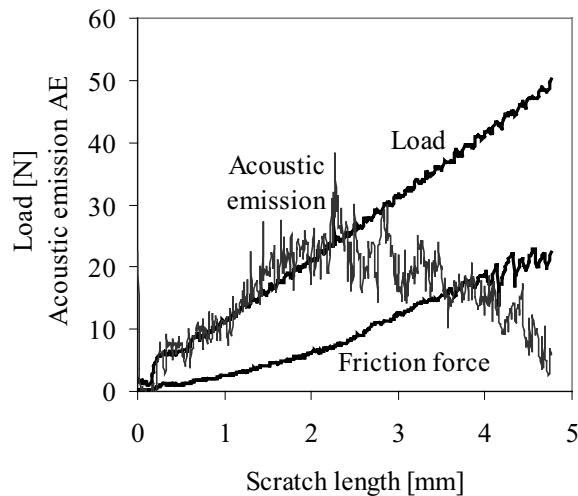


Figure 8. Exemplary plot of the scratch test made on the Ti/CrN  $\times$  150 coating.

- by the friction force curve analysis – load characterized by the total coating damage is treated as a bending point on the rising friction force curve in the plot. This point corresponds to the first contact of the diamond indenter with the substrate when the extensive coating spalling occurs.

Using the scratch test with the variable load the critical load  $L_{c2}$  values were found, characterizing adhesion of the investigated coatings to the brass substrate. The critical load was determined as corresponding to the drop of the acoustic emission signaling beginning of coating spalling. Examination of scratches was carried out on the light microscope to determine damage character.

The largest critical load  $L_{c2}$  equal to 57 N and, consequently, the best adhesion to brass substrate have the Ti/TiN and TiAl/TiAlN coatings ( $L_{c2}=50N$ ).

Critical load values for other coatings are lower, which decides their worse adhesion. During the adhesion investigation using the scratch test, defects develop, which P.J. Burnett classified as follows (Burnett P. and Rickerby D., 1987):

- spalling failure;
- buckling failure;
- chipping failure;
- conformal cracking;
- tensile cracking.

In case of the investigated coatings in the beginning phase of the adhesion test spalling of the coatings was observed, and at the scratch end tensile cracking and total delamination of the coatings were observed (Fig. 9).

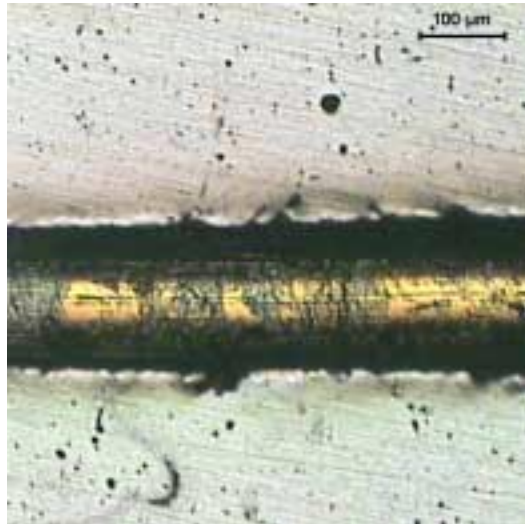


Figure 9. Typical examples of the Ti/CrN × 150 coating damage during the adhesion scratch test for critical load  $L_{C2}$ .

One can state, basing on the obtained results that both hardness and the critical load  $L_{C2}$ , at which total coating damage occurs, decrease with the growing number of layers in the coating. This is connected with the higher hardness and better adhesion of a single nitride layer, e.g., CrN or TiAlN than of a multi-layer system X/XN, in which properties of the alternating X layer (soft) and the nitride layer XN (hard) are different. In addition, employment of the thin intermediate Cr, Ti, or TiAl layer in the single-layer coatings improves adhesion of the true nitride coating, as the soft layer, e.g. of titanium, reduces stresses and counteracts crack propagation.

Coating microstructure, adhesion of the coating to the substrate, determining types of defects and reasons for their developing feature the important issues that have to be taken into account when the long life of the coating-substrate system has to be achieved. Therefore, tribological tests, examining phenomena of the mutual interaction of the surface in the relative motion are very important. Adhesion, hardness, friction, abrasive wear resistance, erosion – these are only some of the many scientific and technical issues of this problem.

Many different types of tribological tests exist. The pin-on-disk test is one of the most popular tests, determining the way in which the coating protects the substrate material and analyzing friction and wear mechanisms. Measurements of friction coefficient and wear resistance of the investigated coatings were made using the pin-on-disk method on the equipment for tribological tests. Their results are presented in Tab. (4). The friction coefficient of the investigated coatings is within a range of 0,33-0,52. The largest averaged friction coefficient occurs for the Ti/TiN type coating. Undoubtedly, roughness and topography of the coating themselves have influence on increasing the friction coefficient.

Table 4. Summary results of the tribological tests.

Coating type	Critical load $L_{C2}$ , N	Friction distance, m (pin-on-disc)	Friction coefficient $\mu$
Ti/CrN × 150	47	24	0,47
TiAlN/Mo × 150	40	3	0,48
Cr/CrN × 1	48	25	0,33
TiAl/TiAlN × 1	50	90	0,42
Ti/TiN × 1	57	140	0,52

In case of the wear tests of the coatings made using the pin-on-disk method the results obtained correspond with the results obtained from the adhesion test. Just like in case of the adhesion test, the single-layer Ti/TiN coatings display the largest abrasive wear resistance, where at the 5 N load the friction distance was 140 m. The multi-layer coatings are characterized by the smallest wear resistance. This is an effect, like in case of the adhesion resistance investigated using the scratch-test method, of a system with alternating hard nitride layers and the soft ones developed from pure metals, which causes the hastened damage of the coatings.

#### 4. Summary

Coatings put down with the PVD technique onto the brass substrate increase the corrosion resistance effectively. The largest corrosion potential is displayed by the Cr/CrN coating. This may be caused by the presence of the thin layer of pure Cr that decreases corrosion rate and by the lowest portion of the surface defects in this coating.

On the other hand, the Ti/CrN and TiAl/TiAlN coatings are characterized by the smallest current density ( $0,4 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ ). Other coatings display more than double values of the corrosion current densities which cause deterioration of their protective properties. Examinations of the chemical corrosion confirm also a good corrosion resistance, especially for the Ti/CrN and Ti/TiN coatings, and slightly worse for the TiAlN and Cr/CrN ones. The corrosion investigations made indicate to the poor corrosion resistance of the TiAlN/Mo coatings.

All investigated coatings display the macroscopic defects with the 1,5-2,0% surface portions. They cause weakening of the protective properties of coatings due to developing of the galvanic cell between the coating and the substrate material, activating the electrochemical corrosion.

Basing on the adhesion investigations made using the scratch test method, it was found out that the critical load  $L_{c2}$  for coatings put down on the brass substrate is within the range of 40-57 N. The largest critical load value was obtained for the single-layer coatings. Coating damage occurs due to their cracks and spalling. The results obtained during the adhesion tests of coatings were confirmed by the pin-on-disk abrasion wear test.

As a result of the residual stress tests in coatings it was found out that compression stresses occur in them, which ensures improvement of their mechanical properties. The residual stresses' values are lower for the multiple-layer coatings, which can be caused by reduction of stresses in the successive layers as they are deposited.

#### 5. Acknowledgements

Investigations were partially financed by Polish Committee of Scientific Research No 7 T08C 044 20 grant and TEMPUS-PHARE S\_JEP 12089-97 project headed by Prof. L.A. Dobrzański.

#### References

- Brett, C. and Nimigen, C., 1997, *Thin Solid Films*, Vol. 311, pp. 1-6.
- Burnett, P. and Rickerby, D., 1987, *Thin Solid Films*, Vol. 154, pp. 403-416.
- Cunha, L. and Andritschky, M., 1999, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 111, pp. 158-162.
- Cunha, L., Andritschky, M., Pischow, K. and Wang, Z., 1999, "Achievements in Mechanical & Materials Engineering" AMME'99, Proc. 8<sup>th</sup> Int. Sci. Conf., Gliwice-Rydzyna, Poland, pp. 87-90.
- Cunha, L., Zarychta, A., Andritschky, M. and Miranda, A., 1999, "Achievements in Mechanical and Materials Engineering" AMME'99, Proc. Sci. Conf., Gliwice-Rydzyna, Poland, pp. 91-94.
- Dobrzański, L.A. and Adamiak, M., 1997, "Achievements in Mechanical & Materials Engineering" AMME'97, Proc. 6<sup>th</sup> Int. Sci. Conf., Gliwice-Wisła, Poland, pp. 33-36.
- Dobrzański, L.A. and Adamiak, M., 1998, "Advanced Materials & Technologies AMT'98", Proc. Int. Sci. Conf., Krynica, Poland, pp. 237-242.
- Holmberg, K. and Matthews, A., 1994, *Coatings Tribology*, Tribology Series, Vol. 28, Amsterdam.
- Larsson, M., Hedenqvist, P. and Hogmark, S., 1996, *Surface Engineering*, Vol. 12, pp. 43-48.
- Robic, J.Y., Leplan, H., Pauleau, Y. and Rafin, B., 1996, *Thin Solid Films*, Vol. 290-291, pp. 34-39.
- Robyr, C., Agarwal, P., Mettraux, P. and Landolt, D., 1997, *Thin Solid Films*, Vol. 310, pp. 87-93.
- Standard Method of Corrosion Testing of Decorative Electrodeposited Coatings by the Corrodokote Procedure, ASTM B 380 – 85.
- Tavares, C., Rebouta, L., Andritschky, M. and Ramos, S., 1997, "Advanced in Materials and Processing Technology" AMPT'97, Proc. of the Int. Conf., Guimaraes, Portugal, pp. 285-292.
- Tavares, C., Rebouta, L., Andritschky, M. and Ramos, S., 1999, *Materials Processing Technology*, Vol. 92-93, pp. 177-183.
- Vaz, F., Rebouta, L., Ramos, S., da Silva M. and Soares, J., 1998, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 108-109, pp. 236-240.
- Vijgen, R. and Dautzenberg, J., 1995, *Thin Solid Films*, Vol. 270, pp. 264-269.