

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais



DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**Caracterização de materiais compósitos
a base de aço inox e alumina**

Fábio Rodrigues Pereira

Pelotas, 2014

Fábio Rodrigues Pereira

Caracterização de materiais compósitos a base de aço inox e alumina

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais (área de concentração: Materiais Nanoestruturados)

Orientador:
Prof. Dr. Sergio da Silva Cava

MESTRADO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CENTRO DE DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

Pelotas – RS

Agosto / 2014

Banca examinadora:

Prof. Dr. Sergio da Silva Cava (orientador)

Prof^a.Dr^a.Cristiane Wienke Raubach Ratmann (co-orientadora)

Prof. Dr. Mário Lúcio Moreira

Prof. Dr. Sidnei Antonio Pianaro

Dissertação de Mestrado sob o título “*Caracterização de materiais compósitos a base de aço inox e alumina*”, Defendida por Fábio Rodrigues Pereira em 14 de Agosto de 2014, em Pelotas, Rio Grande do Sul, pela banca examinadora constituída pelos doutores:

Prof. Dr. Sergio da Silva Cava
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - UFPEL
Orientador

Prof^a.Dr^a.Cristiane Wienke Raubach Ratmann
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - UFPEL
Co-orientadora

Prof. Dr. Mário Lúcio Moreira
Instituto de Física e Matemática - UFPEL

Prof. Dr. Sidnei Antonio Pianaro
Departamento de Engenharia de Materias - UEPG

Dedicatória

Agradeço a todos que de forma direta ou indireta contribuíram para a realização deste trabalho, aqueles que mais que colegas, amigos, incentivaram, ajudaram ou até mesmo no momento correto criticaram. A todos os professores e servidores desta instituição, e em especial ao meu Professor e orientador, Prof. Dr. Sergio da Silva Cava, que pela dedicação me faz ter ainda mais orgulho de ser professor.

Dedico este trabalho a minha família, que me atura, apoia e ainda incentiva meus sonhos.

Resumo

PEREIRA, Fábio Rodrigues Pereira. “Caracterização de materiais compósitos a base de aço inox e alumina” PROJETO DE DISSERTAÇÃO – Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

A constante necessidade de que componentes e peças possuam características especiais, faz com que se busque nas propriedades dos materiais compósitos a capacidade de suprir estas demandas. A utilização de cerâmica como revestimento de utensílios domésticos, ferramentas de corte para usinagem de alta velocidade bem como a produção de peças automobilísticas, demonstra o grande potencial deste material para as mais variadas aplicações, bem como o aço inox que possui uma condição de utilização consagrada dentro dos mais variados ramos da indústria. As características geradas pela cerâmica com o aço inox em uma pastilha formada por estes materiais foi o objeto deste estudo, enquanto as cerâmicas apresentam características de elevada dureza e resistência ao desgaste e o aço inox apresenta ductilidade e boa conformação mecânica, ambos apresentam boa resistência a ambientes oxidantes, salinos ou mesmos corrosivos, desta forma objetivou-se caracterizar as propriedades geradas pela interação entre a cerâmica e o aço inox em uma pastilha formada por estes dois materiais em um processo de sinterização, confeccionando peças com propriedades da cerâmica e do aço inox. Para atingir estes objetivos foi desenvolvida uma matriz para compactação dos pós de alumina (Al_2O_3) e de aço inox a pressões na ordem de 300MPa, constituindo pastilhas com dimensões e massas determinadas e proporções variadas dos constituintes, tendo sido sinterizadas a diferentes temperaturas, resultando em pastilhas de cerâmica/aço, possibilitando desta forma estudos de micrografia e aspectos de contornos de grão, a partir de técnicas de microscopia óptica. A dureza das fases foi determinada com ensaios de micro dureza Vickers. Determinando desta forma a eficácia das metodologias aplicadas. Com isto verificou-se as interações entre os constituintes e a efetiva rotina necessária para a obtenção de materiais ou componentes constituídos destes elementos combinados.

Palavras-chave: materiais cerâmicos, materiais compósitos, Al_2O_3 , CaO, aço inox, sinterização, microondas

Abstract

Abstract

PEREIRA, Fábio Rodrigues Pereira. "Characterization of stainless steel and alumina based composite materials" DISSERTATION PROJECT – Post-graduate Program in Science and Material Engineering. Federal University of Pelotas, Pelotas, RS Brazil. The constant need for components and parts to have special characteristics makes it necessary to search for the capacity to meet these demands in the properties of the composite materials. The use of ceramics as a coating for household tools, cutting tools for high speed machining and the production of auto parts shows the great potential of this material for the most varied applications, as well as the stainless steel, which has a well-known use in the most varied industrial fields. The characteristics generated from the combination of ceramic and stainless steel in an ingot formed by these materials was the object of this study. While ceramics present high hardness and wear resistance characteristics and stainless steel has ductility and good mechanical conformation, both materials present resistance to oxidant, saline and even corrosive environments. This study aimed at characterizing the properties generated by the interaction of ceramics and stainless steel in an ingot formed by these two materials in a sintering process making parts with the properties of ceramics and stainless steel. In order to reach these goals, a matrix was developed for the compacting of the alumina powders Al_2O_3 and stainless steel at pressures of about 300MPa forming ingots with specific dimensions and masses and varied proportions of the constituents having been sintered at different temperatures that resulted in ceramic/steel PASTILHAS and making it possible micrograph studies and grain boundary aspects by using optical microscopy techniques. The hardness of the phases was obtained by using the Vickers microhardness tests and therefore, determining the efficiency of the applied methodologies. As a consequence, the interaction between the constituents and the effective routine necessary to obtain the materials or components made with these elements combined.

Key words: ceramic materials, composite materials, Al_2O_3 , CaO, stainless steel, sintering, microwaves.

Sumário

Lista de Figuras	
Lista de Tabelas	
Lista de símbolos e abreviações	12
1 INTRODUÇÃO	14
1.1 Aço Inox ABNT 420	19
2 Objetivos	28
2.1 Objetivo Geral	28
2.2 Objetivos Específicos	28
3 Metodologia	30
3.1 Preparo das matrizes das cerâmicas	30
3.2 Desenvolvimento das pastilhas	31
3.3 Preparo dos espécimes cerâmicos	32
3.4 Reagentes utilizados	32
3.5 Tratamento térmico.....	32
3.6 Nomenclatura de composições em função de variáveis de processo.....	33
3.7 Caracterização das amostras	35
3.8 Metalografia.....	35
3.8.1 Análise da morfologia das pastilhas de cerâmica com o aço inox	35
3.9 Ensaio de dureza.....	36
3.10 Análise da rugosidade superficial	37
3.11 Expansão	38
3.12 Difração de raios-X.....	39
3.13 Microscopia Eletrônica de Varredura	39
3.14 Porosidade	40
3.15 Densidade	40
3.16 Teste de condutividade elétrica	41
3.17 Teste de atração magnética.	42
4 Resultados e Discussão	46
4.1 Metalografia e microscopia óptica	46
4.2 Ensaio de Microdureza Vickers	48

4.3	Microscopia Eletrônica de Varredura	50
4.4	Difração de Raios-X.....	54
4.5	Relação entre Dureza e Rugosidade Superficial	56
5	Financiamento.....	60
6	Conclusões.....	61
7	Sugestões para trabalhos futuros.....	63
	REFERÊNCIAS.....	64

Lista de Figuras

1	Diagrama de Fases Ferro - Cromo Fonte: (JR., 2011)	23
2	Diagrama de fase do sistema binário CaO-Al ₂ O ₃ e suas fases. Fonte: (JEREBTSOV; MIKHAILOV, 2001; DOUY; GERVAIS, 2000; GARCIA; OLIVEIRA; PANDOLFELLI, 2007; VEIGA, 2013)	24
3	Estágios de sinterização: Estágio inicial, estágio intermediário e estágio final respectivamente. Fonte: (GOMES, 1995; JR., 2011; LEE, 1994).....	27
4	Conjunto de peças que constituem o molde.....	30
5	nomeclatura para as composições e percentuais.....	34
6	Fluxograma dos experimentos realizados	43
7	Fluxograma dos experimentos utilizados para caracterização.	44
8	Microdurômetro Leitz (a) executando (b) medida da inserção realizada na amostra.	44
9	Rugosímetro Mitutoyo Surfeste Similar ao do curso de Mecânica IFSul –Pelotas, utilizados para os ensaios de rugosidade.	45
10	Amostras submersas em água destilada, amost.A E(1), amost.B E(1:7), amost.C E(1:3), amost.D E(1:1), amost.E E(3:1), amost.F C(3:3:2) onde é possível perceber a diferença de tonalidade da água devido a formação de oxido de ferro. amost.G E(1:3) lote de amostras sinterizadas em data diferente ao da fig.C e que repetem os mesmos resultados do lote anterior	45
11	Sequência de macrografias das amostras.....	46
12	Sequência de micrografias das amostras.....	47
13	Amostras com suas respectivas micrografias.	48
14	amostra E(1:3)com polimento e sem ataque fig.14a, e com polimento e atacado com reagentes metalográficos Vilella fig.14b.	48
15	Inserções de ensaios de dureza nas amostras.....	49
16	Conjunto de Imagens MEV mostrando a superfície dos CDPs. fig.16a - C(3:3:2), fig.16b - E(3:1), fig.16c - E(1:1), fig.16d - E(1:3), fig.16e - E(1:7), fig.16f - Aço Inox E(1).....	50
17	Imagens do MEV da amostra E(1:7)mostrando com uma ampliação de 25X fig.17a a transição entre a superfície e a região da fratura. A morfologia dos grãos com 100X fig.17b. Um poro na superfície com 600X fig.17c e o grão octaédrico ampliado 850X fig.17d.	51
18	Imagens MEV amostra E(1:3) mostrando ampliações de 25X fig.18a, 100X fig.18b, e 330X fig.18c e 18d a superfície e os contornos de grão... ..	52

19	Imagens MEV da amostra E(1) mostrando ampliações de 25X fig.19a, 27X fig.19b, 100X na sobre a superfície plana fig.19c e 100X fig.19d dos grãos junto a fratura.	53
20	Imagens MEV da amostra E(3:1) mostrando ampliações de 50X fig.20a, 100X fig.20b, 330X fig.20c e 850X fig.20d com processo de sinterização incompleto.	54
21	Conjunto de difratogramas do pó dos corpos de prova moídos. a - C(3:3:2), b -E(3:1), c -E(1:1), d - E(1:3), e -E(1:7), f -Aço Inox E(1), g - aço inox base. onde (#)=(Fe),(x)=(Al ₂ O ₃), (o)=(Ca ₄ Al ₆ Cr ₁₆)	55
22	Varição de rugosidade em função da dureza. 1 - C(3:3:2), 2 - E(3:1), 3 - E(1:1), 4 - E(1:3), 5 - E(1:7), 6 - Aço Inox E(1).....	56
23	Varição de expansão em função da absorção. 1 - C(3:3:2), 2 - E(3:1), 3 - E(1:1), 4 - E(1:3), 5 - E(1:7), 6 - Aço Inox E(1).	57
24	Varição de dureza em função da densidade. 1 - Aço Inox E(1), 2 - E(1:7), 3 - E(1:3), 4 - E(1:1), 5 - E(3:1),6 - C(3:3:2).	58

Lista de Tabelas

1	Propriedades do aço inox e da alumina. Adaptado de (ASHBY, 2012)	17
2	Composição química do aço inox 420 fonte (Gerdau SA).....	20
3	Reagentes utilizados na preparação das amostras.	32
4	média dos resultados dos ensaios de caracterização.	59

Lista de símbolos e abreviações

Active Filler Controlled Polymer Pyrolysis - AFCOP

Alumina – Al_2O_3

Aluminato monocálcio – CA – CaAl_2O_4

Aluminato tricálcio - C_3A – $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$

Aluminatos de cálcio – CAs

American Iron and Steel Institute- AISI

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT

Cálcia-alumina – $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$

Cálcio – Ca

Carbeto de silício – SiC

Carbeto de titânio – TiC

Compósitos de matriz metálica- MMC

Deutsches Institut für Normung-DIN

Difração de Raios-X – DRX

Especificações geométricas de produto – GPS

Espectroscopia Eletrônica de Varredura – MEV

Hardness Brinell – HB

Hardness Rockwell, escala C – HRC

Hardness Vicckers – HV

High speed steel – HSS

Martensite start – Ms

Metalurgia do pó – MP

Microwave hybrid heating – MHH

Nanocompósitos de matriz metálica MMNCs

Normas Mercosul-NM

Óxido de cálcio – CaO

Society of Automotive Engineers – SAE

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais que atendam a solicitações específicas é uma necessidade constante dentro das áreas da engenharia, aprimorar ou combinar propriedades de materiais para resultar em componentes com características superiores ou híbridas não é algo novo, é possível de ser constatada em literaturas já consagradas de edições passadas (WLACK, 1984) bem como em estudos atuais (FARID; GUO, 2007; GODOY; BRESSIANI; BRESSIANI, 2010).

O estudo das características geradas pela utilização de dois ou mais elementos distintos é alvo durante a pesquisa de novos compósitos metálicos reforçados com carbeto (FARID; GUO, 2007), a utilização de cerâmicas combinada com outros elementos tendo como finalidade alterações nas propriedades mecânicas, de resistência ao desgaste, redução da fragilidade, aumento da resistência a tração, melhoria dos processos de fabricação visando resultar em peças com melhor qualidade estrutural, dimensional e superficial, bem como proporcionar uma redução nas temperaturas de sinterização ou queima reduzindo assim os custos de produção (FARID; GUO, 2007). O estudo de materiais compósitos visa combinar as melhores características de um determinado material com as de outro ou outros, proporcionando assim a produção de componentes com propriedades superiores para aplicações específicas.

Na atualidade muitas partes de um produto são formadas por mais de um componente individual, sendo que os mesmos muitas vezes exigem uniões permanentes das partes para produzir elementos estruturalmente resistentes. Para a união de materiais metálicos existem basicamente dois tipos de processos de união:

- União mecânica: utilização de elementos de fixação, tais como, parafusos, rebites, pinos, etc;

- União intermetálica: soldagem e brasagem(BOICKO et al., 2012).

A utilização de componentes produzidos a partir de camadas de materiais distintos também não é algo novo, associar as características de diferentes coeficientes de dilatação proporciona a produção de dispositivos como disjuntores e relés term-elétricos(FARID; GUO, 2007). Estas estruturas trazem uma oportunidade única de adaptar as propriedades mecânicas pelo empilhamento de camadas de espessura e composição diferente em uma sequência apropriada. Em materiais compósitos de multicamadas, que consistem de dois tipos de camadas espessas, a tensão residual é produzida por incompatibilidade de expansão térmica entre as camadas através de um processo de arrefecimento a partir de uma temperatura de sinterização(FARID; GUO, 2007). Compósitos de matriz metálica (MMC) com reforços de cerâmica tal como partículas, filamentos emaranhados e fibras são candidatos para aplicações estruturais na indústria de desgaste, principalmente por causa da sua resistência superior ao desgaste. MMCs reforçada com partículas de cerâmica rígidos têm sido objeto de grande interesse porque eles podem oferecer relativa facilidade de fabricação e propriedades mecânicas isotrópicas. Compósitos de matriz metálica reforçado com carbeto de Titanium têm sido cada vez mais utilizado na indústria(BAYRAKTAR et al., 2011b; FARID; GUO, 2007). Estes materiais possuem um ótimo potencial de resistência ao desgaste com uma excelente combinação de baixa densidade com elevada rigidez. (BAYRAKTAR et al., 2011a; YANG et al., 2007; JIANG et al., 2006).

As tecnologias de processamento de materiais de pós experimentaram crescente importância econômica e tecnológica nas recentes décadas, materiais sinterizados são produzidos a partir de pós cerâmicos e metálicos, bem como a partir de misturas de ambos. Várias técnicas de modelagem distintas estão em uso para a consolidação dos pós (ou pó de matéria-prima) em peças sinterizadas acabadas(DEMÉTRIO et al., 2013).

O processamento de compósitos cerâmicos com a utilização de polímeros pre-

cursores possui uma vasta gama de possibilidades, como o processo AFCOP (Active Filler Controlled Polymer Pyrolysis - Pirólise Controlada de Polímeros e Carga Ativa (GREIL, 1995), permitindo obter peças com formas complexas como discos, parafusos, etc, (ROCHA et al., 2005) compósito á base de Al_2O_3 , material muito utilizado devido à excelente combinação de propriedades físicas e químicas, tais como, boas resistências ao desgaste e à oxidação e estabilidades térmica e química (LIU et al., 2007; BJÖRKLUND, 1996; HART, 1999). A alumina é utilizada como revestimentos cerâmicos, abrasivos, mobília refratária para fornos, ferramentas de corte, componentes para uso médico e odontológico(HART, 1999; EPURE et al., 2007) entre outras(GODOY; BRESSIANI; BRESSIANI, 2010).

A adição de elementos juntamente com a Al_2O_3 é alvo de estudo com o objetivo de redução de temperatura de sinterização, ou mudança nas propriedades mecânicas do produto cerâmico(GODOY; BRESSIANI; BRESSIANI, 2010).Os compósitos laminares são presentemente sintetizados por diferentes rotas de processamento, incluindo colagem de fita , deslizamento seqüencial fundição, deposição eletroforética e técnicas coloidais(FARID; GUO, 2007).

Desta forma o estudo das propriedades mecânicas de peças produzidas em forma de camadas através de sinterização, demonstram a existência de um gradiente proporcionado por difusão na interface entre o aço inox e o TiC, (FARID; GUO, 2007).

As Propriedades do aço inox e da alumina podem ser comparadas na tabela 1.

Métodos diferentes de obtenção de cerâmica são conhecidos e utilizados em pesquisa de materiais, como o processo de sinterização convencional em forno elétrico convencional e sinterização em forno de microondas, processos estes utilizados para caracterizar cerâmicas a base de Al_2O_3 de alto grau de pureza (99,85%) que foram isostaticamente prensado a frio menos de 150Mpa e após sinterizadas em um forno elétrico a 1650°C durante 5, 30 e 60 min, a 5°C/min , e por forno de microondas,

Tabela 1: Propriedades do aço inox e da alumina. Adaptado de (ASHBY, 2012)

Característica	Aço inox	Alumina
Temperatura de fusão $T_m(^{\circ}C)$	1375	2004
Temperatura de transição vítrea $T_g(^{\circ}C)$	1450	2096
Densidade $\rho(Mg/m^3)$	7,6 - 8,1	3,5 - 3,98
Modulo de Young $E(GPa)$	189 - 210	215 - 413
Tensão limite de escoamento $\sigma_y(MPa)$	170 - 1000	690 - 5500
Tensão limite de resistência $\sigma_{ts}(MPa)$	480 - 2240	350 - 665
Tenacidade a fratura (deformação plana) $K_{IC}(MPa\sqrt{m})$	62 - 280	3,3 - 4,8
Condutividade Térmica $\lambda(W/m.K)$	11 - 19	30 - 38,5
Expansão Térmica $\alpha(10^{-6}/^{\circ}C)$	13 - 20	7 - 10,9
Capacidade térmica $C_p(J/kg.K)$	450 - 530	790 - 820
Resistividade $\rho(\mu\Omega.cm)$	64 - 107	$10^{20} - 10^{22}$
Constante dielétrica	-	6,5 - 6,8
Energia incorporada (MJ/kg)	77 - 85	50-55
Pegada de CO ₂ (kg/kg)	4,9 - 5,4	2,7 - 3
Preço aproximado de materiais $C_m(\$/kg)$	6,5 - 7,2	18-27

foram sinterizadas a 1650°C a 400°C/min(THOMAZINI et al., 2011).

A técnica mais eficiente e utilizada para a sinterização rápida de cerâmicas usando microondas é o aquecimento híbrido (do inglês “microwave hybrid heating - MHH”, também conhecida como sinterização assistida), independentemente das propriedades dielétricas do material cerâmico. O aquecimento híbrido pode ser realizado tanto com o auxílio de um sistema convencional de aquecimento, como resistência ou queimadores de gás, como com a utilização de materiais com altas perdas dielétricas em baixas temperaturas, denominados susceptores.

Esses materiais absorvem as microondas e aquecem a amostra, com a semelhança de uma resistência elétrica utilizada no aquecimento convencional. O aquecimento híbrido possibilita o aquecimento rápido de materiais transparentes às microondas em baixas temperaturas, bem como suaviza os gradientes térmicos em altas temperaturas, sendo aplicado no processamento de cerâmicas com altas e baixas perdas dielétricas (MENEZES; SOUTO; KIMINAMI, 2007).

Nanocompósitos de matriz metálica (MMNCs) têm sido cada vez mais utilizados para aplicações de alto desempenho, como o automotivo, militar, aeroespa-

cial e indústrias de energia elétrica, devido a suas propriedades físicas e mecânicas(LUSSOLI et al., 2013). A utilização de métodos inovadores de fundição com introdução de nanopartículas de um pó cerâmico dentro de uma matriz de metal já foram demonstrados. Em particular, tem sido utilizada esta abordagem para MMNCs de SiC em zinco(CICCO; LI; TURNG, 2009), e ligas de alumínio(HAMEDAN; SHAHMIRI, 2012), Al_2O_3 em ligas de alumínio(SAJJADI; EZATPOUR; BEYGI, 2011; SAJJADI; EZATPOUR; PARIZI, 2012; SU et al., 2012), e de terras raras em carbonetos de ferro fundido(HOU et al., 2012) entre muitos outros. O elenco resultando MMNCs apresentaram maior resistência e dureza comparativamente aos os seus homólogos fundidos de natureza monolítica. No entanto, a adição de nanopartículas na liga fundida mantendo o seu tamanho e dispersão é extremamente difícil devido à fraca mobilidade e a diferença de densidade entre as partículas de cerâmica e da matriz metálica(LUSSOLI et al., 2013). Trabalhos anteriores têm enfatizado os desafios tecnológicos de obtenção de compósitos cerâmicos/metal em micro ou nano-escala, e o efeito simultâneo resultante da combinação de materiais diferentes para a produção de novos materiais com propriedades únicas(LUSSOLI et al., 2013).

No entanto, a tecnologia de MMCs está em concorrência com outras tecnologias de materiais modernos, por exemplo metalurgia do pó. As vantagens dos materiais compósitos são somente evidenciadas quando existe um custo razoável e desempenho em relação ao componente em produção. A utilização de um material compósito é obrigatório se uma propriedade especial do perfil só pode ser alcançado com a aplicação destes materiais. A possibilidade de combinar diferentes sistemas de materiais (metal - cerâmica - não-metal) dá a oportunidade para a variação ilimitada de propriedades(KAINER, 2006).

Por exemplo, na tecnologia médica, propriedades mecânicas, como resistência à corrosão extrema e baixa degradação, bem como a biocompatibilidade são esperados. Embora cada vez mais as atividades de desenvolvimento levem a soluções de sistemas que utilizam Materiais compósitos de metal, o uso de sistemas especial-

mente inovadores, particularmente na área de metais leves, não foi realizado. A razão para isto é um processo de insuficiente estabilidade e baixa confiabilidade, combinada com os problemas de produção e de processamento inadequado(KAINER, 2006).

Aços sinterizados são os materiais metálicos principalmente utilizados. Apesar do fato de que os produtos da metalurgia dos pós ferrosos apresente um alto custo de produção, isto é, as peças sinterizadas feitas de aço são frequentemente utilizadas em virtude das suas boas propriedades mecânicas e de acabamento de superfície, o que reduz os processos de usinagem e acabamento, e na maioria dos casos os resultados do uso de sinterização baixa os custos de produção(DEMÉTRIO et al., 2013).

1.1 Aço Inox ABNT 420

O aço inoxidável pode ser produzido em tarugos, barras laminadas redondas descascadas e trefiladas, barras forjadas, barras forjadas torneadas, Fio-máquina e fio-máquina decapado, sob condições de fornecimento no estado esferoidizado, com dureza máxima de 230HB aproximadamente 232HV, ou beneficiados em barras. Apresenta como características ser um aço cromo, inoxidável martensítico, temperável, magnético, que possui boa resistência mecânica até a temperatura de 550°C. Resistência a oxidação até 630°C. No estado beneficiado, apresenta melhor resistência à corrosão e pode atingir dureza de 50HRC equivalente a 513HV, A característica inoxidável é otimizada com adoção de uma superfície limpa e polida, desta forma a carapa formada durante a soldagem, tratamento térmico ou conformação a quente deve ser eliminada/removida por decapagem ou usinagem.(Gerdau SA)

Os aços inoxidáveis ABNT 420 são amplamente utilizados em peças que devem resistir à corrosão atmosférica, ácidos fracos e ácido nítrico de concentração inferior a 60%. Cutelaria em geral, instrumentos cirúrgicos e dentários, régua, medidores, engrenagens, eixos, bolas de moinho, turbinas a gás, válvulas para água e vapor. Palhetas de turbinas e válvulas cônicas. Em geral onde se necessita resistência mecânica associada a ductilidade e resistência a corrosão.(Gerdau SA)

No entanto apresentam má soldabilidade, condicionalmente soldável segundo os processos de arco elétrico manual, TIG e de resistência. O material deve ser preaquecido entre 300° e 400°C, e submetido a tratamento térmico pós soldagem, resfriando o material até a temperaturas inferiores a Ms (Martensite start) (120°C) a seguir podendo ser revenido ou beneficiado.(Gerdau SA).

Todos os aços inoxidáveis apresentam característica de condução elétrica mesmo a baixa tensão.

A Tabela 2 apresenta a composição química do aço Inox ABNT420.

Tabela 2: Composição química do aço inox 420 fonte (Gerdau SA).

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cr
%	0,15	1	1	0,04	0,03	12,00 a 14,00

Um mesmo material pode ser padronizado por normas equivalentes, atendendo a nomenclatura da empresa produtora ou a instituições que apresentam este propósito, e este é o caso do aço inoxidável em questão, que atende as seguintes normas: Gerdau-420, NM 51420, ABNT 420, AISI 420, SAE S42000, DIN X20Cr13. (Gerdau SA)

As cerâmicas estruturais, tais como alumina, nitreto de silício, carbetos de silício e zircônia possuem várias vantagens em relação ao aço, como estabilidade química e térmica a elevadas temperaturas e excelente resistência ao desgaste(GODOY; BRESSIANI; BRESSIANI, 2010).

O óxido de alumínio (Al_2O_3) é o mais utilizado mundialmente em aplicações cerâmicas; devendo esta ampla utilização a grande disponibilidade de matéria-prima, e ao conjunto de propriedades que apresenta, onde estas propriedades são: Alto ponto de fusão (refratariedade); Alta dureza, que se traduz em uma elevada resistência à abrasão e resistência à corrosão por praticamente todos os reagentes, mesmo a temperaturas elevadas; Retenção das propriedades mecânicas (módulo de ruptura e estabilidade mecânica) mesmo a temperaturas elevadas (1500-1700°C). Disponi-

bilidade futura, pois o alumínio é um dos elementos químicos mais abundantes da crosta terrestre; Condutividade térmica superior a maioria dos óxidos cerâmicos; Alta resistência a baixas temperaturas; Alta rigidez dielétrica(CAVA, 2003).

Materiais compósitos de liga leve têm na engenharia automotiva, uma aplicação de alto potencial na área dos motores(unidades de construção oscilantes, pistões cabeçote do cilindro, mancais de deslizamento do eixo principal de manivela; e partes reforçadas como bloco do motor e blocos de cilindros)(KAINER, 2006). Um exemplo do bem sucedido uso de materiais compostos de alumínio dentro desse intervalo é a parte short fiber, onde o pistão de liga de alumínio é reforçado por Al_2O_3 . As características da unidade de construção com este compósito são comparáveis as alcançadas por componentes produzidos apenas com a aplicação de pó de ligas de alumínio metalúrgicos ou quando usados pesados pistões de ferro fundido(KAINER, 2006).

Na fabricação de componentes pela tecnologia de metalurgia do pó (MP) a seqüência normal de operações inicia-se pela dosagem de pós metálicos, seguido de uma operação de mistura para homogeneização e uniformidade da distribuição de pós (metálicos e/ou não metálicos). Em seguida, os pós (já misturados) são submetidos a operações de prensagem para a sua compactação e obtenção de forma. O produto obtido recebe a designação de compactado verde, devido à sua fraca resistência mecânica antes da operação de sinterização. (BOICKO et al., 2012).

Uma vez que nas linhas de produção se exige alto controle dimensional, a retração deve ser mantida pequena, principalmente porque esta não é isotrópica. A retração de peças obtidas pela prensagem de pós não é isotrópica em função dos gradientes de densidade ao longo do volume das peças verdes, gerado pela perda de carga por atrito entre as partículas de pó durante a compactação. Menor variação dimensional também implica em menor custo com processos complementares (usinagem, calibração, etc) para obtenção do componente final(BOICKO et al., 2012).

Comparado com os materiais monolíticos a microestrutura e as interfaces de materiais compósitos de matriz metálica não podem ser consideradas isoladamente, as interações químicas e as reações entre a matriz e o componente de reforço são mutuamente relacionadas, alterar a aderência da interface ou modificar as características dos componentes em materiais compósitos afetam significativamente as características mecânicas. Em utilização a alta temperatura de MMCs a microestrutura tem de permanecer estável para períodos longos de serviço. A estabilidade térmica e a falha são determinadas por alterações na microestrutura e nas interfaces(KAINER, 2006).

No processo de sinterização, as áreas de contato formadas durante a compactação apresentam redução da área superficial e do raio de curvatura, podendo ocorrer uma perda do contorno original da partícula. A movimentação dos átomos propicia a união das partículas, por meio da formação de um contato de sinterização, que eleva a resistência do sinterizado(GERMAN, 1998; BOICKO et al., 2012).

Para partes da produção de aço sinterizado, apenas em casos especiais, os pós de materiais previamente ligados são usados, como de peças de aço inoxidável ou aço rápido (HSS). A forma mais comum de produção da maioria das peças é a partir de misturas de pós, os pós elementares(DEMÉTRIO et al., 2013). A razão para a aplicação de materiais compósitos é, a melhoria das propriedades de alta temperatura(KAINER, 2006).

As temperaturas de patamar de sinterização utilizadas variam de acordo com o tipo de material a ser processado. Para aços, a faixa de temperatura varia, basicamente, entre 1150 e 1350 °C. Para materiais cerâmicos, as temperaturas são mais altas, podendo chegar a 1800 °C (GERMAN, 1998; BOICKO et al., 2012).

O entendimento de diagramas de fases para sistemas de ligas é extremamente importante porque existe uma forte correlação entre microestrutura e propriedades mecânicas e o desenvolvimento de microestrutura de uma liga está relacionado às características de seu diagrama de fases. Em adição, diagramas de fases

fornece valiosa informação sobre fusão, solidificação, cristalização e outros fenômenos (CALLISTER; RETHWISCH, 2012). A Figura 1 ilustra o diagrama de fases Ferro-Cromo.

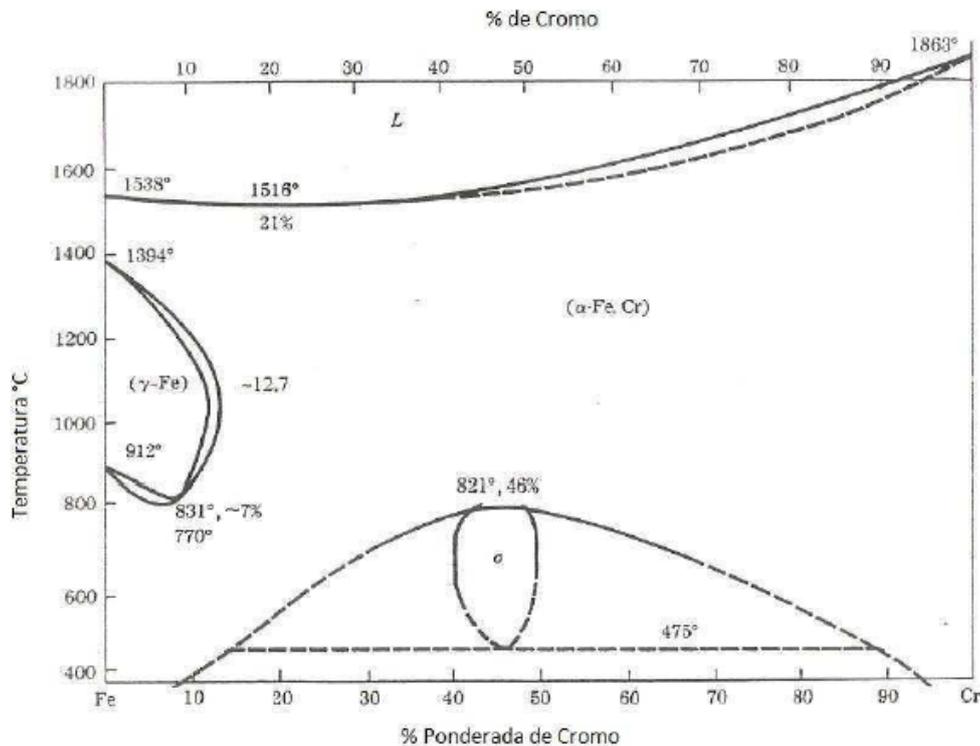


Figura 1: Diagrama de Fases Ferro - Cromo Fonte: (JR., 2011)

O diagrama de fase é fundamental no estudo e pesquisa do sistema binário cálcia-alumina, tais como os pontos eutéticos, a solidificação, o crescimento cristalino, as transformações de fase. Representa as relações entre: a temperatura, as composições possíveis e as quantidades de cada fase em condições de equilíbrio. O equilíbrio das fases pode ser descrito por parâmetros termodinâmicos e considerações a seu respeito, fornecem informações importantes sobre suas características, porém não indicam o tempo necessário para que ele seja atingido (CALLISTER; RETHWISCH, 2012; VEIGA, 2013).

O sistema binário cálcia-alumina ($\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$) possui fases puras, sendo que todas são chamadas de aluminatos de cálcio (CAs). Os primeiros estudos a respeito dos CAs mostram a presença de quatro fases puras: $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ (C3A), $\text{Ca}_5\text{Al}_6\text{O}_{14}$

(C5A3), CaAl_2O_4 (CA) e $\text{Ca}_3\text{Al}_{10}\text{O}_{18}$ (C_3A_5), além dos pontos eutéticos para fases distintas e em diferentes temperaturas (LIND et al., 2006; VEIGA, 2013), conforme ilustra Figura 2.

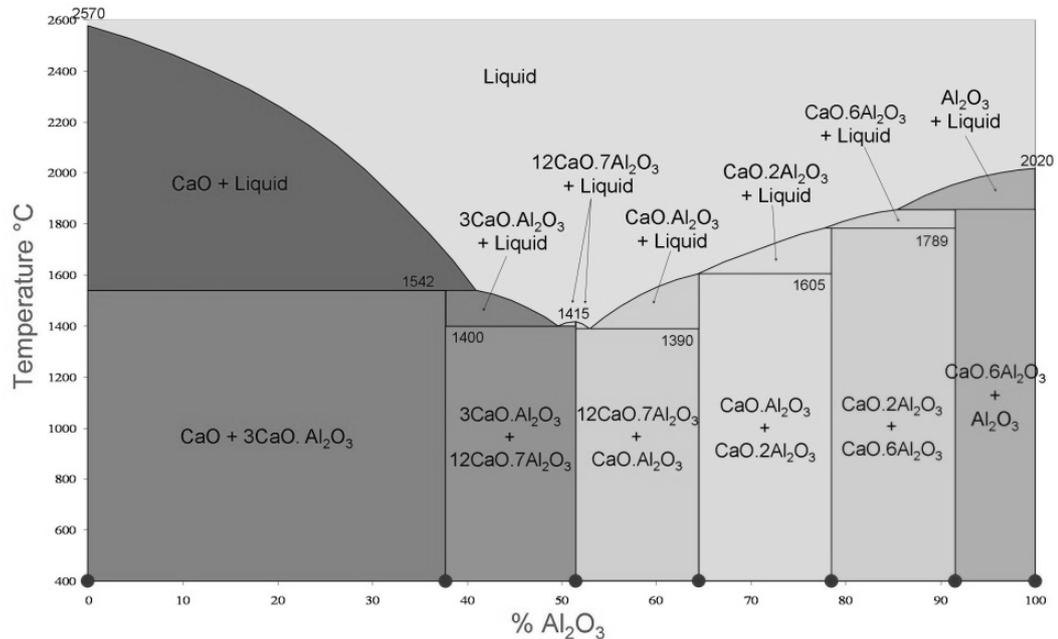


Figura 2: Diagrama de fase do sistema binário $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ e suas fases. Fonte: (JEREBT-SOV; MIKHAILOV, 2001; DOUY; GERVAIS, 2000; GARCIA; OLIVEIRA; PANDOLFELLI, 2007; VEIGA, 2013)

Em termos gerais, todos os processos de sinterização podem ser considerados como sinterização por fase líquida sendo a sinterização sólida tratada como a situação limite considerando o volume do sólido igual à zero. Durante o estágio inicial, a microestrutura consiste de partículas sólidas e poros. As ligações sólidas são formadas na temperatura de ativação do processo de difusão. Após a formação do líquido, em altas temperaturas, a densificação é provocada pelo próprio líquido, pela força da capilaridade e transporte de massa. Dependendo da formação da matriz sólida e da quantidade disponível de líquido, os poros serão eliminados em uma taxa que depende da força capilar e da rigidez do compacto. Após a sinterização, a microestrutura é caracterizada por grãos de forma arredondada, dos elementos com ponto de fusão mais alto que preenchem efetivamente a matriz com fase líquida, com ou sem porosidade residual. Frequentemente, esta evolução micro-estrutural é acompanhada de um pronunciado crescimento de grão, e uma redução ou eliminação de

porosidade(LU; GERMAN, 2001; JR., 2011).

Os processos de sinterização podem influenciar nas propriedades magnéticas do material sinterizado. No ramo de cerâmicas magnéticas, as ferritas do tipo $Mn_xZn_yFe_{3-x-y}O_{4+\delta}$ são as mais importantes comercialmente, devido a sua alta saturação magnética e possibilidade de aplicação em altas frequências com baixas perdas magnéticas.

Contudo estas cerâmicas apresentam propriedades magnéticas muito sensíveis a microestrutura. As propriedades magnéticas das ferritas de Mn/Zn dependem do seu estado de oxidação e da quantidade de íons ferrosos (Fe^{2+}). O número de oxidação de parte dos cátions dos elementos de transição varia com a pressão parcial de oxigênio durante o processo de sinterização e resfriamento. O controle da atmosfera de sinterização e resfriamento é necessário visto que a baixa pressão parcial de oxigênio em altas temperaturas leva a uma perda de zinco e interfere no teor de oxigênio da fase principal. As ferritas de Mn/Zn baseiam-se nas propriedades magnéticas da fase cristalina cúbica do tipo espinélio, o elevado teor de oxigênio propicia a formação de hematita que é paramagnética (GAMA et al., 1980).

A atmosfera de sinterização tem importante papel na otimização das propriedades desses materiais Quando se diz que a ferrita, que é um espinélio do tipo AO. Fe_2O_3 , tem 52% molar de Fe_2O_3 , parte-se do princípio de que existe um excesso de oxigênio no espinélio, necessariamente associado a presença de lacunas catiônicas. Parte desse excesso de Fe^{3+} pode ser reduzido a Fe^{2+} se a atmosfera tiver baixa pressão parcial de oxigênio, viabilizando a perda do excesso de oxigênio. Tanto a permeabilidade quanto a parcela histerética das perdas magnéticas são controladas por uma propriedade magnética intrínseca chamada anisotropia magnetocristalina, o teor de Fe^{2+} também afeta a resistividade elétrica do material, pois a existência de íons 2+ e 3+ oferece mais um mecanismo de transporte de elétrons, diminuindo a resistividade e, com isso aumentando as parcelas parasitas e de excesso das perdas. Assim, o excesso de Fe^{2+} é prejudicial às propriedades do material. Outras variáveis que tam-

bém afetam as perdas são o tamanho de grão e a presença de impurezas como SiO_2 e CaO que segregam para contornos de grão e criam regiões de alta resistividade elétrica (LÁZARO-COLÁN et al., 2006).

Os modelos teóricos de sinterização sólida subdividem o processo de sinterização em três estágios (GOMES, 1995). Conforme ilustra a Figura 3, o estágio inicial, caracterizado pela formação de contatos interpartículas, seguido pela formação e crescimento de pescoços, até o ponto onde eles começam a interferir uns nos outros. O estágio intermediário, caracterizado pela densificação do compacto e pelo decréscimo dos diâmetros dos poros interligados e o estágio final, caracterizado pelo isolamento e eliminação gradual dos poros. Não existe uma clara distinção entre os estágios da sinterização. Geralmente, a fase inicial corresponde a uma microestrutura com grandes curvaturas. Na fase intermediária os poros tornam-se arredondados, mas permanecem interligados e pode ocorrer crescimento do grão na sua fase final (JR., 2011; LEE, 1994).

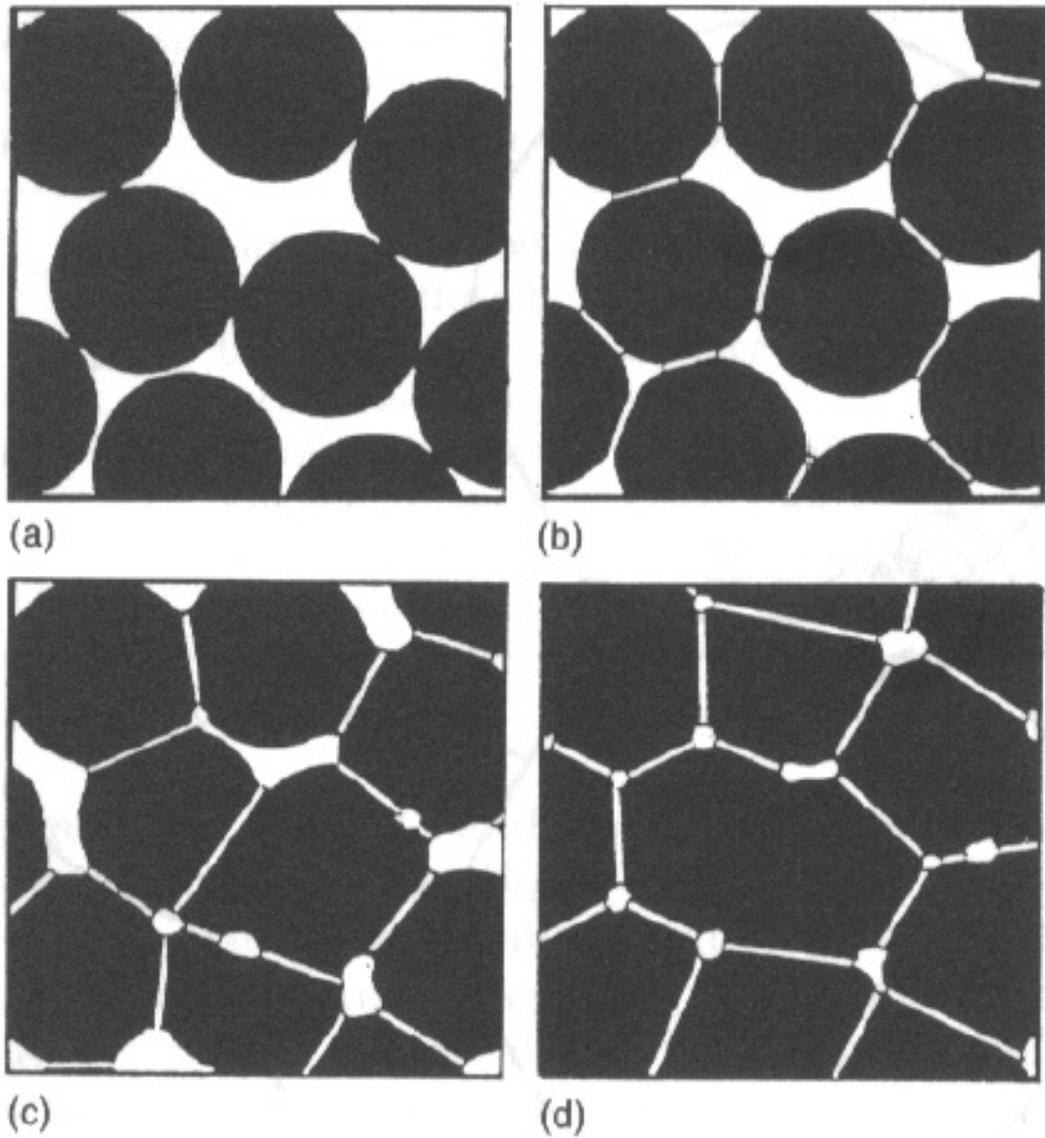


Figura 3: Estágios de sinterização: Estágio inicial, estágio intermediário e estágio final respectivamente. Fonte: (GOMES, 1995; JR., 2011; LEE, 1994)

2 Objetivos

2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho é obter e caracterizar um compósito constituído por um material cerâmico a base de Al_2O_3 e aço inox, por meio de prensagem uniaxial e sinterização convencional e por microondas.

As amostras resultantes em forma de pastilhas, obtidas por diferentes vias de processamento com variações na pressão de moldagem e temperaturas de sinterização, foram caracterizadas, com a finalidade de avaliar as propriedades geradas pela cerâmica e o aço inox, identificando assim as fases existentes, morfologia, microestrutura, e interação granular entre a cerâmica e o aço inox. A influência destes parâmetros microestruturais foram relacionados com propriedades físicas de dureza.

2.2 Objetivos Específicos

O presente trabalho teve os objetivos e metas, conforme descrito abaixo.

1. Preparação das amostras:

- (a) Desenvolver um dispositivo com qualidade superficial para prensagem dos compósitos, confeccionando assim as amostras.

2. Caracterização dos pós.

- (a) Obter pastilhas sinterizadas a partir de temperaturas de 1200°C em forno de microondas.
- (b) Avaliar a temperatura e o tempo apropriado para a sinterização
- (c) Avaliar as características mecânicas destes dois materiais quando desenvolvidos ao mesmo tempo no processo de sinterização

- (d) Avaliar as propriedades do material, utilizando para isto, inicialmente técnicas de microscopia óptica, dureza e ou microdureza Vickers.
- (e) Caracterização da topografia da interface da cerâmica com o aço inox em microscopia eletrônica de varredura (MEV).
- (f) Determinação da expansão volumétrica após sinterização.
- (g) Difração de Raios-X (DRX) para analisar as transições de fases cristalinas presentes.
- (h) Análise de porosidade da amostra

3 Metodologia

3.1 Preparo das matrizes das cerâmicas

As amostras para sinterização foram obtidas através do processo de moldagem em diferentes pressões por meio de prensagem em matriz metálica especialmente desenvolvida para este fim, concebida em aço SAE 1045 tratado termicamente por tempera seguido de revenimento. As partes do molde que entraram em contato com os materiais são retificadas com qualidade superficial próximas ao estado de polimento, determinadas por rugosímetro aferido marca Mitutoyo, permitindo que o aspecto da superfície das pastilhas obtidas após a prensagem seja similar ao das superfícies do molde, conforme Figura 4.



Figura 4: Conjunto de peças que constituem o molde.

3.2 Desenvolvimento das pastilhas

Com o objetivo direto de determinar as condições ideais de referência para a compactação e a temperatura de sinterização da mistura CaO e Alumina, inicialmente foram produzidas pastilhas sem a presença do aço inox que sendo compactadas com pressões iniciais de 200MPa e sinterizadas a partir de 1200°C (FARID; GUO, 2007).

Determinada a condição de referência para a pressão de compactação e a temperatura de sinterização da mistura CaO e alumina, foram produzidas as pastilhas constituídas de duas camadas, uma da mistura de alumina e CaO em pó e a outra de aço inox em pó, estas camadas foram acondicionadas dentro do molde e prensadas afim de obter uma amostra capaz de ser sinterizada.

Duas formas de preenchimento foram testadas: a primeira formando um grupo na qual o pó de alumina com CaO foi acondicionado dentro do molde formando uma camada no fundo da matriz e logo após o aço inox em pó, constituindo a segunda camada, somente após esta montagem o sistema todo foi prensado conformando assim a pastilha. Este grupo, subdivido em grupos onde foram variadas as pressões de conformação a partir de 150MPa. O Segundo grupo formado pela deposição da alumina com CaO no fundo da matriz e prensada com pressão inicial de 20MPa, logo após o sistema foi aberto e adicionado a segunda camada constituída do aço inox para novamente ser prensado todo o sistema, esta técnica visa criar uma interface mais distinta entre os materiais promovendo um melhor estudo da mesma, este segundo grupo também esta subdividido em diferentes pressões de conformação assim como o primeiro grupo. Por fim o processo de sinterização foi realizado com diferentes rampas de aquecimento, de 5 a 15°C/min em atmosfera não controlada (THOMAZINI et al., 2011) e temperaturas finais a partir de 1200°C(MENEZES; SOUTO; KIMINAMI, 2007)

3.3 Preparo dos espécimes cerâmicos

As pastilhas em formato de discos de cerâmica/aço inox foram obtidas por meio da compactação do material cerâmico e metálico em molde metálico de aço SAE 1045 temperado e revenido com dureza de 56 HRC, determinada em ensaio de dureza realizado em duromêtro marca Digimes. As dimensões das pastilhas, diâmetro e a espessura, aferidos após a sinterização, tendo em vista que foi mantida o mesmo volume de materiais cerâmicos e metálicos para todas as amostras no momento do carregamento, variando a pressão de compactação e a forma de carregamento do molde. O primeiro grupo recebeu a primeira camada constituída da alumina e a segunda camada de aço inox, sendo as duas camadas prensadas simultaneamente. Já o segundo grupo teve a primeira camada de alumina, pré condensada com uma pressão de 20 MPa e posteriormente carregado da segunda camada constituída de aço inox para então ser realizada a condensação final da pastilha com as duas fases presentes. Para padronização dos espécimes, a quantidade de pó de cerâmica e aço inox foi mantida constante para todas as pastilhas.

3.4 Reagentes utilizados

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizados reagentes com grau analítico de pureza, não sendo submetidos a qualquer tratamento prévio. As procedências e o grau de pureza destes reagentes são mostrados na Tabela 3.

Tabela 3: Reagentes utilizados na preparação das amostras.

Reagentes de partida	Fórmula química	Marca	Pureza
Oxido de Cálcio	CaO	Vetec	95.0
Nitrato de Cálcio	Ca(NO ₃) ₂	Vetec	99.0
Etileno glicol	C ₂ H ₆ O ₂	Vetec	99.0

3.5 Tratamento térmico

Visando determinar a melhor combinação de fatores para a sinterização, foram realizados testes preliminares com variações de pressões de condensação, bem

como nas rampas de aquecimento e temperaturas de sinterização e três tipos de fornos diferentes. O primeiro em Forno Tubular marca INTI modelo FT-1200 com atmosfera controlada por purga de nitrogênio a uma vazão de 1l/min, o segundo em forno elétrico convencional marca JUNG modelo 7012 sem atmosfera controlada e temperatura máxima de 1200°C, o terceiro em forno micro-ondas marca INTI modelo FE-1700 sem atmosfera controlada, onde foi encontrada a melhor razão de aquecimento com o tempo de permanência na temperatura de sinterização, constituindo assim o sistema ideal para a padronização dos corpos de prova.

Os materiais após devidamente misturados foram conformados na forma de pastilhas verdes que foram sinterizadas em forno micro-ondas marca INTI modelo FE-1700, sendo a rampa de aquecimento mantida em 15°C/min e o tempo de permanência de 120min, com resfriamento lento de no mínimo de 8 horas dentro do forno, até que a temperatura dentro da câmara fosse inferior a 100°C. Cada lote de sinterização foi sendo identificado e registrado, os experimentos subsequentes foram da mesma forma identificados, fotografados e registrados, com os respectivos resultados, procedimentos rotinas e observações, estes dados foram inseridos em uma planilha eletrônica para que fosse possível analisar a evolução obtida nas 26 queimas realizadas, que resultaram em 55 sinterizações de 15 composições diferentes, comparando os experimentos seus resultados bem como a eficácia das rotinas adotadas.

3.6 Nomenclatura de composições em função de variáveis de processo

Foi adotado para os experimentos uma nomenclatura baseada na ordem das metodologias e nas proporções das composições, as Nomenclaturas resultantes estão expressas na Figura5.

A Figura 6 demonstra o fluxograma dos experimentos realizados, estes experimentos foram sendo realizados a partir da metodologia "A" com o intuito de determinar os parametros a serem utilizados, em alguns casos mais de uma metodologia foi experimentada simultaneamente em paralelo, com o objetivo de otimizar a utilização

Série de experimentos-A

Al ₂ O ₃	50,00%	A(1:1)	37,50%	A(3:3:2)	25,00%	A(1:1:2)	12,50%	A(1:1:6)
Cal comum	50,00%		37,50%		25,00%		12,50%	
Aço Inox	0		25,00%		50,00%		75,00%	

Série de experimentos-B

Al ₂ O ₃	50,00%	B(1:1)	50%(Al ₂ O ₃)+	Montagem em camadas B(1:1:2)				
Ca(NO ₃)	50,00%		50%(Ca(NO ₃))					
Aço inox	0		100,00%					

Série de experimentos-C

Al ₂ O ₃	50,00%	C(1:1)	37,50%	C(3:3:2)	25,00%	C(1:1:2)	12,50%	C(1:1:6)
CaO(Vetec)	50,00%		37,50%		25,00%		12,50%	
Aço Inox	0		25,00%		50,00%		75,00%	

Série de experimentos-D

Al ₂ O ₃ (45µm)	50,00%	D(1:1)	37,50%	D(3:3:2)	25,00%	D(1:1:2)	12,50%	D(1:1:6)
CaO (Vetec)	50,00%		37,50%		25,00%		12,50%	
Aço Inox	0		25,00%		50,00%		75,00%	

Série de experimentos-E

Al ₂ O ₃	75,00%	E(3:1)	50,00%	E(1:1)	25,00%	E(1:3)	12,50%	E(1:7)
Aço Inox	25,00%		50,00%		75,00%		87,50%	
Aço inox	100,00%	E(1)						

Figura 5: nomenclatura para as composições e percentuais

dos equipamentos de tratamento térmico, bem como gerar dados comparáveis. A metodologia B foi testada seguindo a mesma tendência de otimização, e racionalização de tempo de uso dos equipamentos, mas com os resultados obtidos, após análise foi descartada, todas as metodologias foram sendo avaliadas com a utilização dos ensaios, e microscópios, estas avaliações determinavam novos ajustes nas experimentações tanto na formulação do compósito, como também na rotina de preparação e tratamento térmico. As metodologias que apresentaram os melhores resultados foram repetidas e organizadas conforme demonstra Figura 7, representando os experimentos utilizados para caracterização.

As pastilhas uma vez sinterizadas foram sendo analisadas quanto ao resultado da sinterização, esta análise foi primordial para determinar entre as diversas variações de produção quais deveriam ser repetidas com finalidade de produção de novas pastilhas que servissem como corpos de prova para caracterização efetiva das propriedades mecânicas obtidas, utilizando-se para isto os ensaios de dureza e observação em microscópio óptico.

3.7 Caracterização das amostras

Nas amostras obtidas foram realizados ensaios metalográficos, análise de microdureza, Microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), porosidade, condutividade elétrica, Magnetização, Difração de Raios-X (DRX).

3.8 Metalografia

As amostras foram embutidas em tubos de PVC de 25mm de diâmetro com resina acrílico auto polimerizante de cura fria marca Clássico. O acabamento foi executado em lixadeiras elétricas sob refrigeração constante de água com lixas de SiC granulações sequenciais de 220 até 1200 da marca Norton S.A., o polimento foi realizado em máquina de polimento metalográfico (politriz), com pasta diamantada para Metalografia entre 6 e $0,5\mu\text{m}$ (marca Geolite), entre as etapas foi realizada a limpeza, com álcool etílico analítico, em aparelho por ultrassom com potência de 60W por 60s, e secas com fluxo de ar quente de soprador térmico. A análise óptica foi realizada em microscópio marca UNION com objetivas de 5, 10, 20 e 40X, equipado com câmera de alta resolução para captura de imagens digitais. As macrografias foram obtidas com máquina fotográfica digital marca Nikon modelo D3200 equipada com lentes “close-up” Nº 2, 3 e 4 montadas em série.

3.8.1 Análise da morfologia das pastilhas de cerâmica com o aço inox

Para avaliar a morfologia da cerâmica e do aço inox bem como a homogeneidade e continuidade do material ao longo da superfície, as pastilhas após preparadas no processo de lixamento e polimento e tendo sido obtido em cada uma, uma superfície perfeitamente plana, cuja qualidade superficial foi determinada por ensaios de rugosidade com rugosímetro digital marca Mitutoyo modelo SurfTest-211, Foram então analisadas por microscopia óptica, no microscópio marca UNION com objetivas de 5, 10, 20 e 40X, filtro polarizador, filtros de luz azul e verde, equipado com câmera de alta resolução para captura de imagens digitais.

Objetivando a análise de fases as amostras foram atacadas inicialmente com reagentes metalográficos indicados para análise de metais ferrosos, seguindo-se a rotina Metalografia de ataque por poucos segundos (aproximadamente 15s) com Nital (ácido Nítrico 2% em álcool Etílico), sendo feita neutralização em água e limpeza por ultrassom com álcool, secagem com fluxo de ar quente, e posterior observação no microscópio com objetivo de avaliar a eficácia do ataque, não apresentando nenhuma alteração na sua morfologia, toda a rotina de ataque foi repetida com aumento do tempo de ataque para 30s e posteriormente para mais de 1min, sem reação do material, o procedimento foi refeito com ataque de Picral (Ácido Pítrico 2% em álcool etílico) Respeitando os mesmos tempos de reação 15s 30s e superior a 1min, novamente o material se revelou inerte a estes ataques.

Nova rotina foi realizada utilizando-se reagentes indicados para ataques metalográficos do aço inox, VILELLA(5ml de Ácido clorídrico + 2g Ácido Pítrico em 100ml de álcool Etílico) com tempo de ataque inicial de 30s, sem ser observado nenhuma forma de revelação o tempo de ataque foi aumentado para mais de 2min, ainda assim sem ter sido revelado nenhuma forma de reação da microestrutura.

3.9 Ensaio de dureza

Um corpo cerâmico de alumina pode ter grandes valores de propriedades mecânicas, como Dureza Vickers de 12 GPa (85 HRC), módulo de elasticidade de 300 GPa e módulo de tenacidade de $4,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ o que demonstra as razões para o grande uso desse material, o qual vem aumentando ainda mais(SOUSA et al., 2011). A determinação da dureza de cerâmicas deve ser realizada por ensaio de dureza ou micro dureza Vickers (GARCIA JAIME ALVARES SPIM, 2000; CALLISTER; RETHWISCH, 2012) ou por ensaio de micro dureza Knopp, (CALLISTER; RETHWISCH, 2012).

A norma brasileira para realização deste ensaio é a ABNT NBR NM ISO 6507-

1:2008.corrigida pela errata 1 de 23.09.2010 ¹.

O teste de dureza dos conjuntos cerâmica-aço inox foram realizados em microdurômetro marca Leitz, conforme Figura 8, de fabricação alemã, conforme a seguinte metodologia. Os espécimes após preparados foram posicionados junto ao microdurômetro e submetidos a ação do penetrador de diamante em forma de pirâmide de base quadrada com ângulo de 136° entre as faces, a velocidade de ação da força utilizada foi a padronizada pelo próprio durômetro, sendo realizados no mínimo três ensaios em posições distintas de cada CDP analisado. O valor da dureza é o resultado obtido a partir da medida das diagonais impressas pelo penetrador, aplicadas na equação 1(GARCIA JAIME ALVARES SPIM, 2000).

$$HV = 0,189 \left(\frac{P}{d^2} \right) \quad (1)$$

Onde:

HV = dureza Vickers.

P = carga aplicada em Newtons.

d = média das medidas das duas diagonais.

3.10 Análise da rugosidade superficial

A Rugosidade superficial: a importância da análise desta variável deve-se ao fato de que o acabamento superficial afeta de forma significativa a resistência à fadiga das peças quando estas são submetidas a esforços (SOUSA et al., 2011).

Dentre as normas brasileiras em vigor para avaliação de rugosidade encontra-se a ABNT NBR ISO 4288:2008, confirmada em 09-08-2013 que trata das especificações geométricas de produto (GPS) - Esta Norma especifica as regras para compactação dos valores medidos com os limites de tolerância para parâmetros de rugosidade de superfície.(Rugosidade: Método do perfil - Regras e procedimentos para avaliação

¹<http://www.abntcatalogo.com.br> acesso em 13-09-2013

de rugosidade. ².

As matrizes após usinadas foram submetidas a tratamento superficial de polimento, em máquina de polimento metalográfico com pasta diamantada, obtendo uma rugosidade superficial RA 0,06 μ m, como o valor máximo para cinco diferentes medidas com rugosímetro Mitutoyo em cut of 0,8mm, fornecendo assim uma qualidade superficial segundo ABNT classe de rugosidade N3.

As pastilhas após terem sido embutidas, lixadas e polidas foram ensaiadas com o rugosímetro Figura 9, sendo realizadas duas medições formando eixos perpendiculares na face de cada CDP, visando uma média dos valores, caso houvesse discrepância entre eles, o que caracterizaria uma má preparação da amostra, ou que o material não é adequado para o polimento, resultando em imagens distorcidas quando observadas no microscópio.

3.11 Expansão

A determinação dos valores de expansão de uma peça, ou de um processo de fabricação são extremamente importantes para o setor de projetos e de fabricação, pois eles é que determinam as dimensões dos moldes ou coquilhas para que ao final do processo a peça possua as dimensões efetivas projetadas.

O Cálculo da expansão foi realizado segundo a equação 2:

$$E = \frac{D_e - D_n}{D_n} \times 100 \quad (2)$$

Onde:

E = Expansão percentual

D_e = Dimensão efetiva da peça pronta

D_n = Dimensão nominal, ou dimensão da matriz.

²<http://www.abntcatalogo.com.br> acesso em 13-09-2013

3.12 Difração de raios-X

Esta técnica permite determinar os parâmetros cristalográficos e os arranjos dos átomos na rede cristalina, sendo que os materiais cerâmicos apresentam, normalmente, microestruturas, que podem ser caracterizadas por tamanho de cristalito, quantidades de fases cristalinas presentes, existência de fases amorfas e orientação.

Após a realização dos ensaios não destrutivos, uma pastilha de cada grupo foi selecionada, seca em estufa a temperatura entre 70°C e 80°C e triturada manualmente por impacto, utilizando uma ferramenta de aço Rápido HSS especialmente afiada para este propósito atuando dentro de um dispositivo criado com peças de aço liga tratados termicamente, gerando partículas de tamanhos diferentes e desuniformes, tais partículas foram então selecionadas por peneiramento para que somente as com tamanho de grão menores que ASTM 325 fossem utilizadas junto ao ensaio de Difração de Raios-X, realizado no aparelho LAB XRD-6000 Shimadzu X-Ray Diffractometer do laboratório do PPGCEM da UFPel, com os seguintes parâmetros: 0,2°/min e ângulo de varredura de 10° a 80°.

3.13 Microscopia Eletrônica de Varredura

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um equipamento capaz de produzir imagens de alta ampliação e resolução. As imagens fornecidas pelo MEV possuem uma aparência tridimensional característica e são úteis para avaliar a estrutura superficial de uma dada amostra (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

As imagens de MEV foram obtidas no microscópio JEOL JSM-6610LV scanning Electron Microscope, da FURG, para tal as amostras selecionadas foram devidamente identificadas, secas em estufa a temperatura entre 70°C e 80°C e recobertas por três camadas de ouro, os parâmetros para obtenção das imagens foram 20kV e ampliações de 25X até no máximo 850X.

3.14 Porosidade

A porosidade é constituída por um conjunto de espaços vazios, os poros no material sólido. Estes poros podem ou não estar em contato com a superfície do material, visto que, os poros conectados com a superfície são condutores de material entre o interior e o exterior da estrutura (MOTA, 2010; VEIGA, 2013).

A determinação da porosidade seguiu a seguinte metodologia, as amostras devidamente identificadas, foram secas em estufa a temperatura entre 70°C e 80°C e acondicionadas em recipientes hermeticamente fechados juntamente com sílica gel, a massa de cada uma das amostras foi medida em balança de precisão, posteriormente as amostras foram submersas em água destilada por 24 horas, conforme mostra a figura 10 sendo retiradas e enxugadas com pano de algodão molhado para remoção do excesso de água e imediatamente pesadas na mesma balança utilizada na primeira medida, A porosidade das amostras foi determinada através da equação 3(VEIGA, 2013).

$$P = \frac{1 - P_{real}}{D_{teorica}} \quad (3)$$

Onde:

P = porosidade.

P_{real} = densidade real = peso da amostra seca.

$D_{teorica}$ = densidade teórica = peso da amostra úmida, com água absorvida.

3.15 Densidade

A medida do volume das amostras foi determinado utilizando duas vias distintas, a primeira calculando o volume a partir do diâmetro médio da pastilha, obtido de três medidas feitas s 120°, a segunda pelo princípio de Arquimedes, onde as mesmas pastilhas utilizadas no ensaio de porosidade foram submersas em um recipiente cheio de água destilada acondicionado sobre a balança, tendo sido a massa de cada

um dos recipientes previamente medida, cada pastilha logo após ser removidas do seu recipiente original foi enxugada no pano de algodão molhado e então cuidadosamente imersa no conjunto sobre a balança, determinando assim a massa de água extravasada como sendo o volume da pastilha mais o volume por ela absorvido.

A densidade teórica pode ser calculada a partir das densidades médias dos materiais utilizados e do respectivo percentual de cada um presente na formulação utilizando a equação 4.

$$D_t = \frac{m_1 + m_2 + m_n}{\frac{m_1}{D_1} + \frac{m_2}{D_2} + \frac{m_n}{D_n}} \quad (4)$$

Onde:

D_t = Densidade teórica

m_1 = massa da substância 1

m_2 = massa da substância 2

m_n = massa da substância n , onde n é número de substâncias existentes no sistema.

D_1 = Densidade média da substância 1

D_2 = Densidade média da substância 2

D_n = Densidade média da substância n , onde n é número de substâncias existentes no sistema.

3.16 Teste de condutividade elétrica

As pastilhas foram submetidas a teste de condutividade elétrica, através de multímetro digital modelo DT-830B com alimentação por bateria de 9V utilizando as escalas 200 até 2000 k Ω .

Não obtendo nenhum valor de leitura, o que demonstra um completo isolamento elétrico, as pastilhas foram então lixas com lixa grão ASTM 400, com a finalidade de remover possíveis camadas de óxidos isolantes e repetida as medições. Como resultado nenhuma condutividade foi constatada.

3.17 Teste de atração magnética.

As pastilhas foram submetidas a ação do campo magnético gerado por ímã permanente de 5N, que foi aproximado das amostras até que houvesse o toque, sem que estas apresentassem qualquer atração pelo ímã.

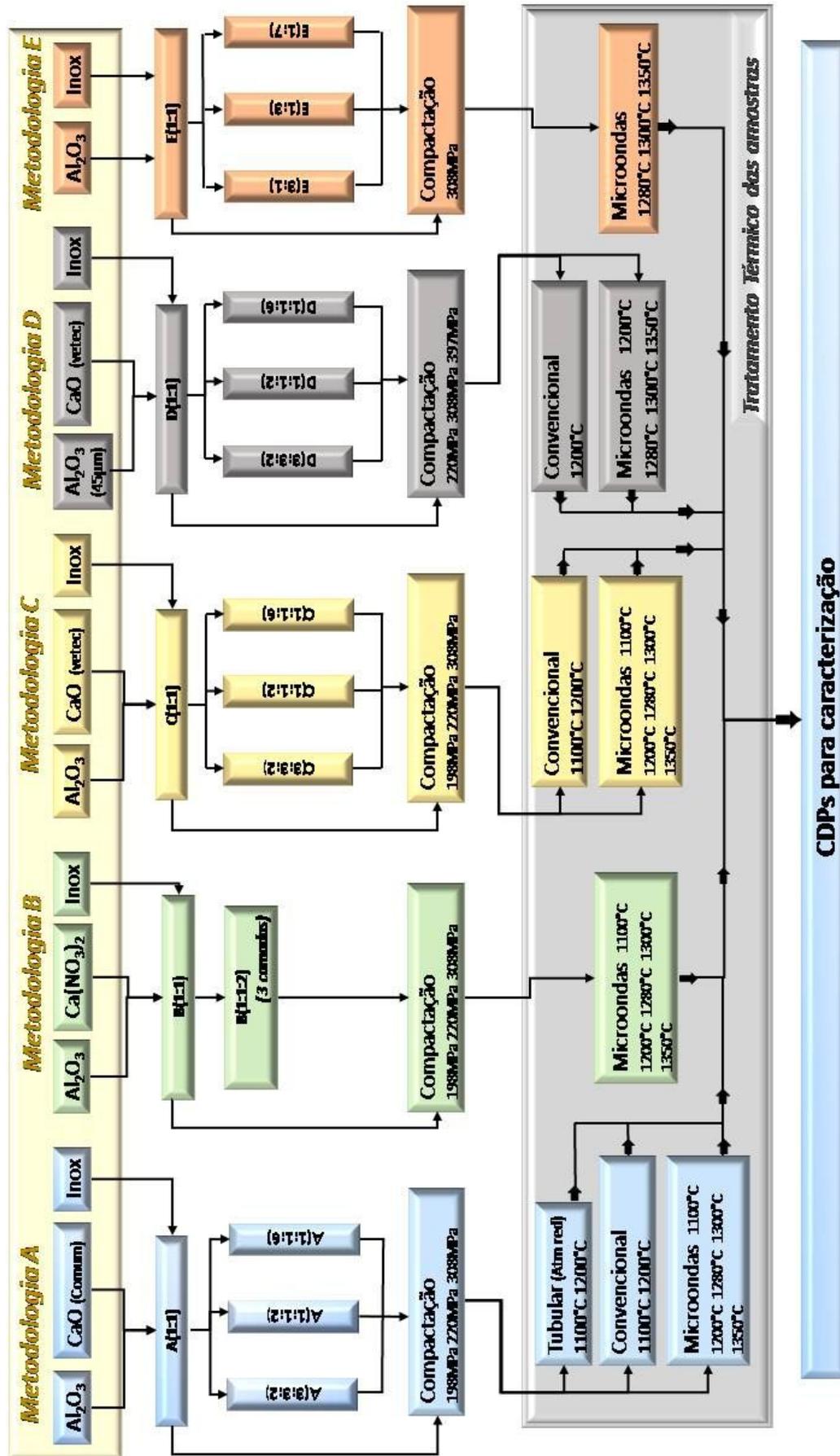


Figura 6: Fluxograma dos experimentos realizados

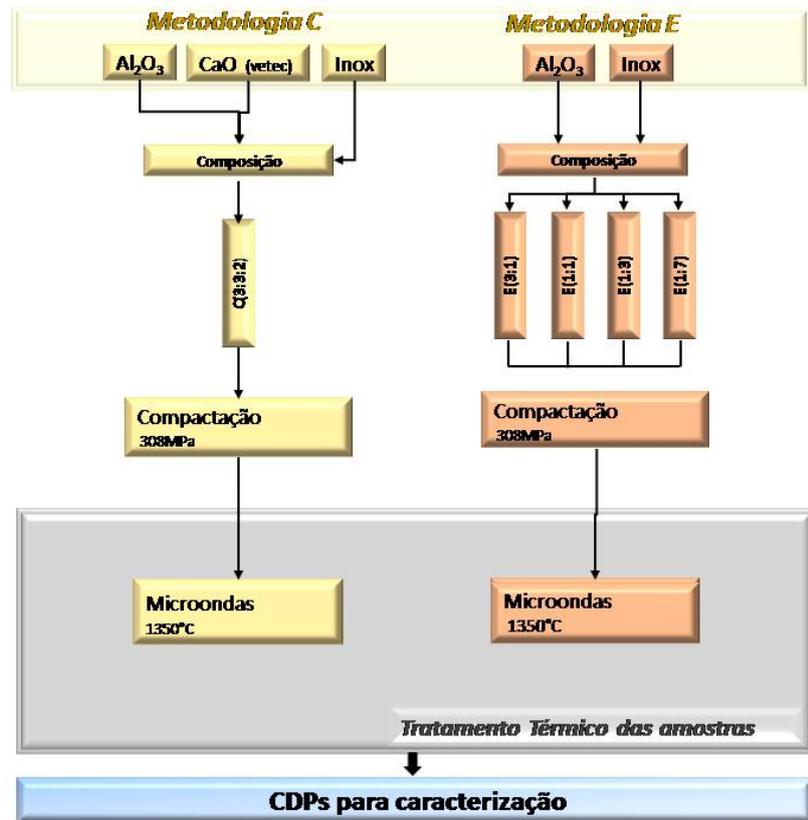


Figura 7: Fluxograma dos experimentos utilizados para caracterização.

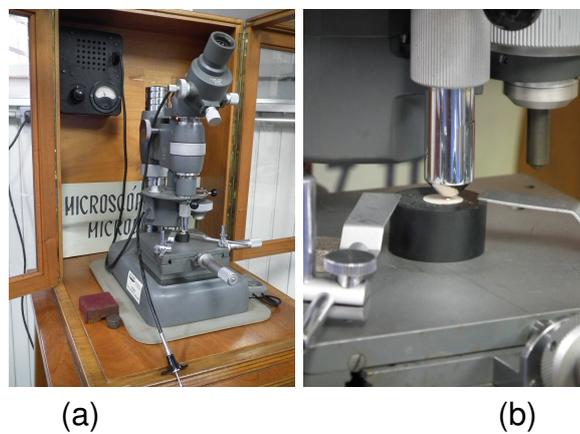


Figura 8: Microdurômetro Leitz (a) executando (b) medida da inserção realizada na amostra.



Figura 9: Rugosímetro Mitutoyo SurfTeste Similar ao do curso de Mecânica IFSul –Pelotas, utilizados para os ensaios de rugosidade.

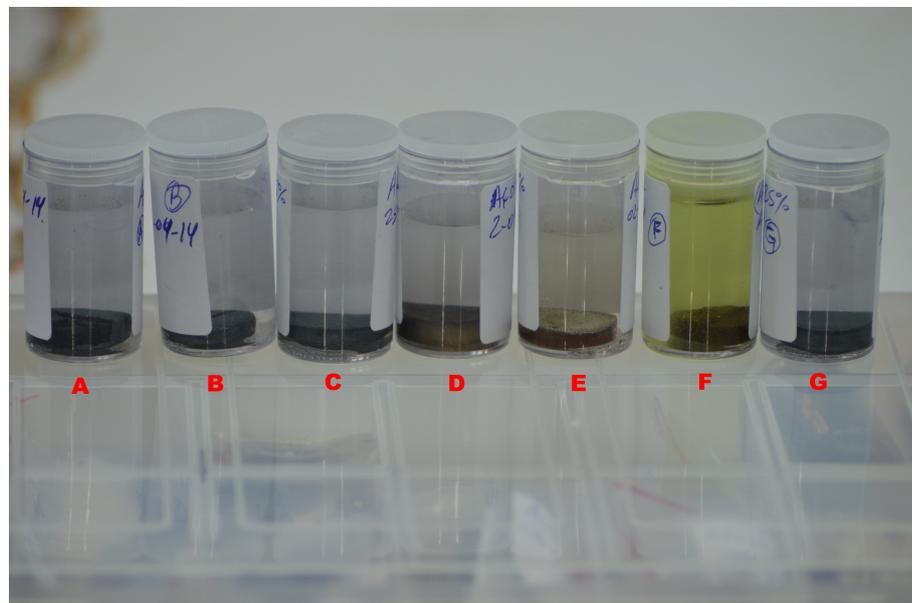


Figura 10: Amostras submersas em água destilada, amost.A E(1), amost.B E(1:7), amost.C E(1:3), amost.D E(1:1), amost.E E(3:1), amost.F C(3;3:2) onde é possível perceber a diferença de tonalidade da água devido a formação de oxido de ferro. amost.G E(1:3) lote de amostras sinterizadas em data diferente ao da fig.C e que repetem os mesmos resultados do lote anterior

4 Resultados e Discussão

4.1 Metalografia e microscopia óptica

As amostras com as diferentes composições foram embutidas em resina de cura fria e preparadas para as análises metalográficas, conforme pode ser observado na figura 11, seguindo a sequência de lixamento e polimento mecânico, sendo identificadas e observadas antes e depois dos ataques químicos sob diferentes ampliações e condições de iluminação polarizada e não polarizada, com e sem filtro de luzes verde e azul, sendo possível observar na figura 11.



Figura 11: Sequência de macrografias das amostras.

O diâmetro das pastilhas medem aproximadamente 17mm, estão dispostas na seguinte ordem de composição:

- Figura 11a amostra C(3:3:2).
- Figura 11b amostra E(3:1).
- Figura 11c amostra E(1:1).
- Figura 11d amostra E(1:3).
- Figura 11e amostra E(1:7).

- Figura 11f Aço Inox E(1).

É possível perceber a diferença de aspecto entre as amostras, C(3:3:2) fig.11a, E(3:1) fig.11b, E(1:1) fig.11c e E(1:3) fig.11d, já preparadas para a Metalografia, ressaltando o aspecto heterogêneo das amostras E(3:1) fig.11b e E(1:1) fig.11c, a amostra E(1:3) fig.11d já apresenta um aspecto metalizado característico das ligas metálicas onde é possível notar parte do contorno de grão. As amostras E(1:7) fig.11e e E(1) fig.11f encontram-se sem preparação, sendo possível observar o relevo da superfície sinterizada, conforme Figura 12.

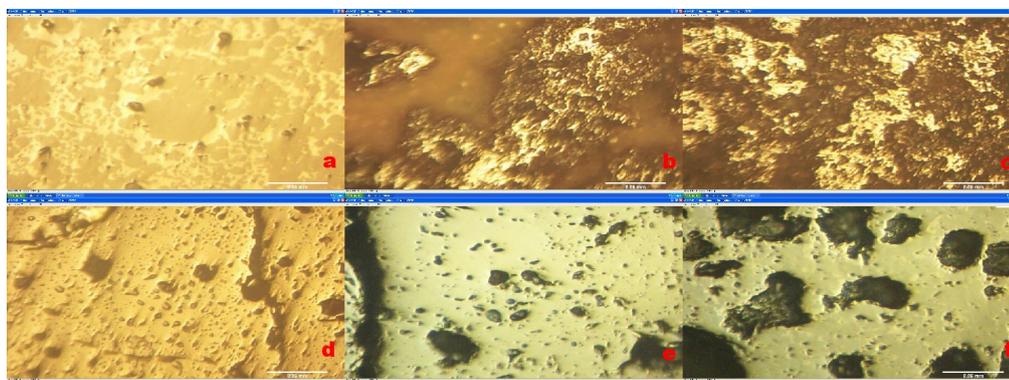


Figura 12: Sequência de micrografias das amostras.

A mesma sequência de corpos de prova foi repedita nas imagens de micrografia Figura 12 realizadas após a preparação de todos os corpos de prova. Nestas micrografias todas as imagens apresentam a mesma ampliação, uma barra padrão $50\mu\text{m}$ foi inserida no canto inferior direito das imagens afim de proporcionar uma referência dimensional, é possível observar as duas fases distintas formadas na amostra C(3:3:2) fig.12a, onde a região clara é o aço inox e a região com aspecto opaco é o $(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{CaO})$. Já nas amostras E(3:1) fig.12b e E(1:1) fig.12c, a heterogeneidade do material pode ser observada pela baixa reflexão de luz da região escura. Nas demais amostras é possível perceber uma homogeneidade da superfície sinterizada, porem apresentando muitos poros, representados nas imagens pelas regiões escuras.

A Figura 13 mostra as imagens das superfícies das amostras, E(1:7) fig.13a e E(1) 13b, sem preparação, com as suas respectivas micrografias, a escala de referên-

cia inserida na parte inferior direita da micrografia possui $50\mu\text{m}$ enquanto a amostra possui aproximadamente 17mm.

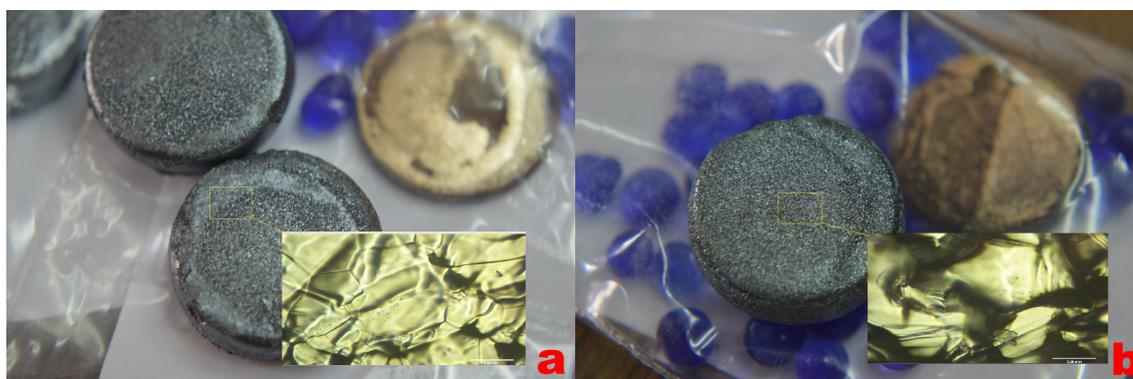


Figura 13: Amostras com suas respectivas micrografias.

Após ter sido realizados sucessivos ataques com os reagentes metalográficos, os ensaios não demonstraram fases reveladas ou corrosão nas amostras E(1:3), conforme é possível perceber na comparação entre as duas micrografias de uma das amostras E(1:3) utilizada neste experimento, onde a Figura 14a, demonstra a superfície da amostra sem ataque e na Figura 14b a mesma amostra após ter sido atacada com ataques de Nital, Picral, Vilella, Percloroeto Férrico e Bahara.

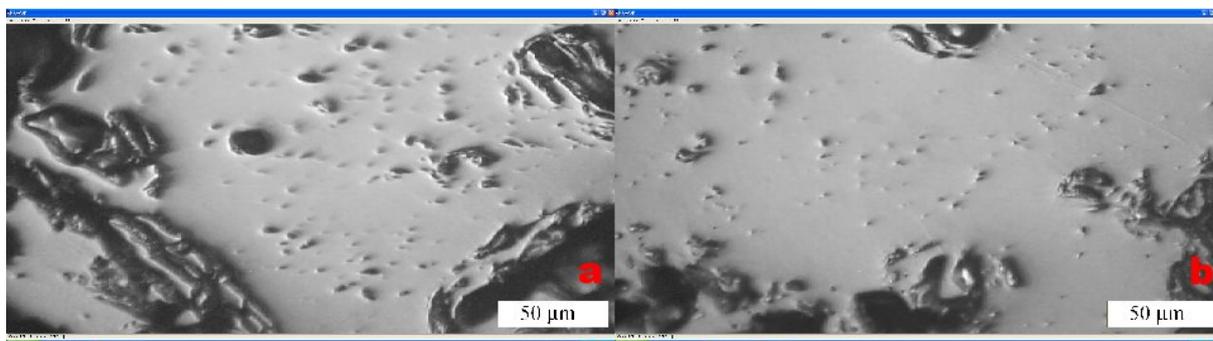


Figura 14: amostra E(1:3) com polimento e sem ataque fig.14a, e com polimento e atacado com reagentes metalográficos Vilella fig.14b.

4.2 Ensaio de Microdureza Vickers

As inserções foram observadas com o auxílio do microscópio metalográfico onde foram feitas micrografias das mesmas, A Figura 15 demonstra algumas destas inserções e as fraturas provocadas nos grãos do material ensaiado, demonstrando a elevada dureza e a fragilidade do grão.

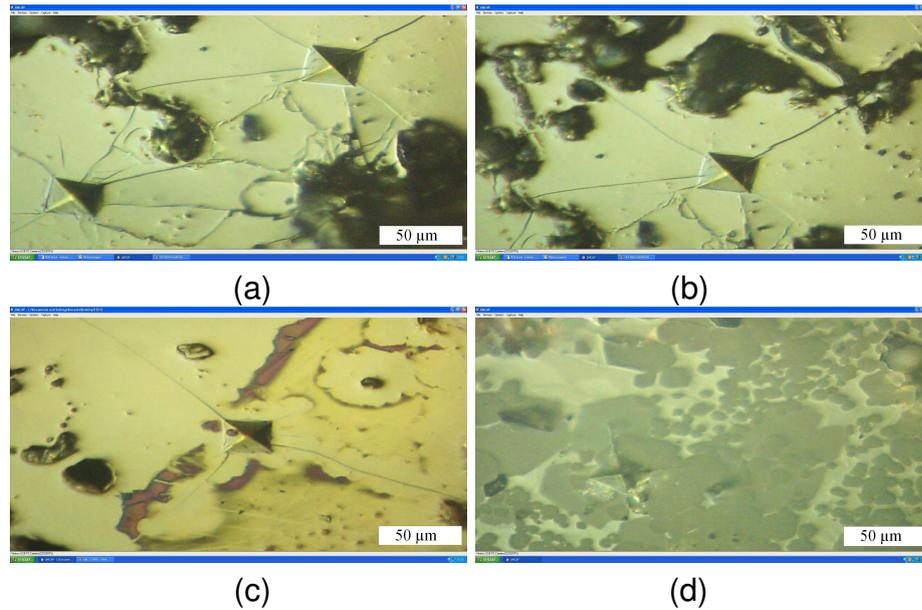


Figura 15: Inserções de ensaios de dureza nas amostras.

A fig.15a mostra duas inserções realizadas na amostra E(1:3), a fig.15b mostra uma visão mais ampla da mesma amostra com a inserção ao centro da imagem destacando as trincas ocasionadas pelo penetrador. A fig.15c revela uma inserção realizada em outra amostra E(1:3) sinterizada em data diferente da fig.15a, nesta imagem também é possível perceber as trincas formadas pela ação do penetrador, bem como a similaridade das impressões, a diferença de tonalidade se deve a ajustes de luminosidade e de filtros para seleção de cor da luz e polarizador, a fig.15d mostra duas fases distintas de uma amostra C(3:3:2) com uma trinca junto ao vértice da inserção, provocada pela ação do penetrador.

4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

As imagens obtidas no microscópio eletrônico de varredura foram organizadas, seguindo a sequência de composições das amostras com a mesma ampliação e, ou a sequência de ampliações da mesma amostra, onde a figura 16 apresenta um conjunto de Imagens MEV mostrando a superfície dos CDPs na sequência de suas respectivas composições químicas, com ampliação de 100X.

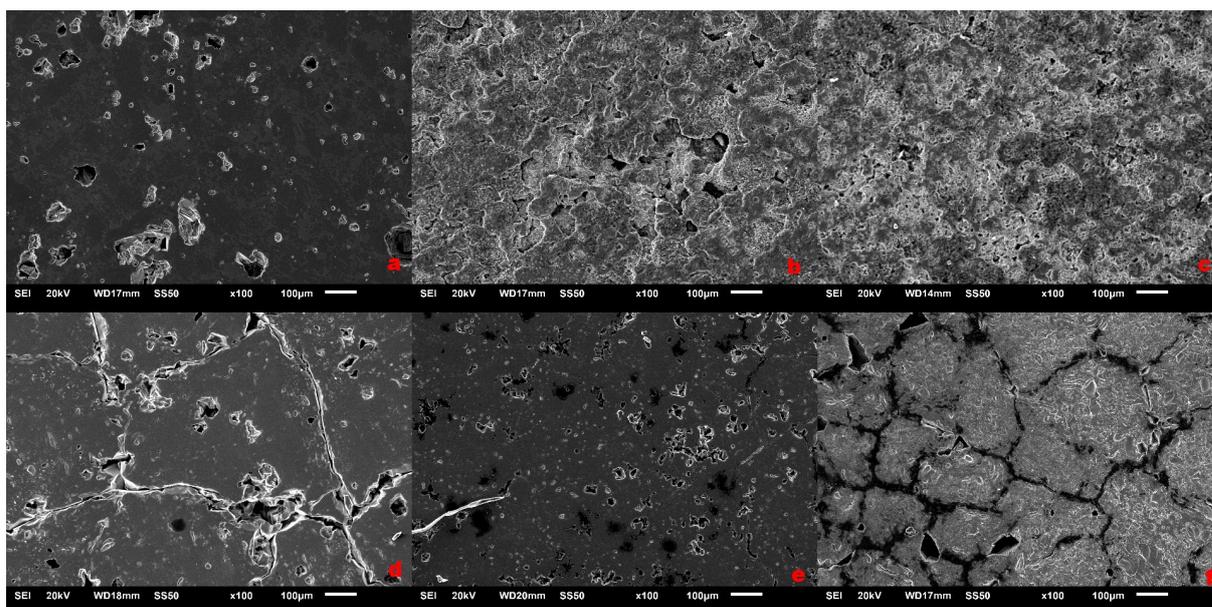


Figura 16: Conjunto de Imagens MEV mostrando a superfície dos CDPs. fig.16a - C(3:3:2), fig.16b - E(3:1), fig.16c - E(1:1), fig.16d - E(1:3), fig.16e - E(1:7), fig.16f - Aço Inox E(1).

Na fig.16a e a fig.16e, realçam os poros na superfície das amostras C(3:3:2) e E(1:7).

A fig.16b e fig.16c mostram a heterogeneidade das amostras E(3:1) e E(1:1). Na fig.16d amostra E(1:3) é possível perceber com bastante clareza os contornos de grão, da mesma forma que são vistos na micrografia da fig.12d. Já a fig.16e mostra os contornos de grão imperceptíveis na microscopia óptica, conforme a fig.12e.

A Figura 17 é um conjunto de imagens da amostra E(1:7) com ampliações a partir de 25X fig.17a que mostra parte da superfície e a região do centro do material fraturado, uma ampliação de 100X fig.17b mostra os grãos na região da fratura, a fig.17c com 600X mostra um detalhe de um poro na superfície e a fig.17d com 850X

destaca o formato octaédrico dos grãos.

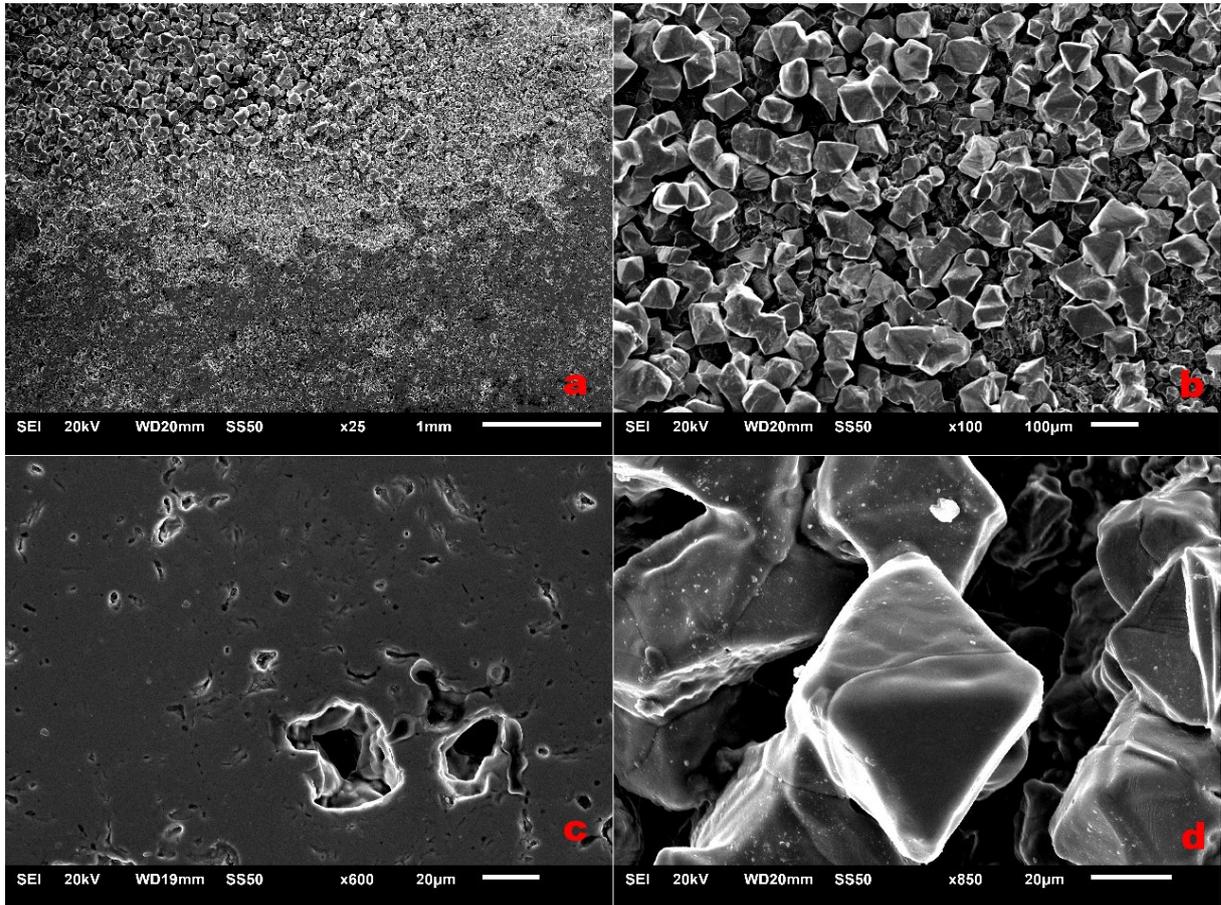


Figura 17: Imagens do MEV da amostra E(1:7) mostrando com uma ampliação de 25X fig.17a a transição entre a superfície e a região da fratura. A morfologia dos grãos com 100X fig.17b. Um poro na superfície com 600X fig.17c e o grão octaédrico ampliado 850X fig.17d.

A Figura 18 é formada por um conjunto de imagens da amostra E(1:3) mostrando uma visão geral da superfície do material com ampliações de 25X fig.18a, 100X fig.18b, ressaltando os contornos de grão em 330X nas figuras 18c e 18d.

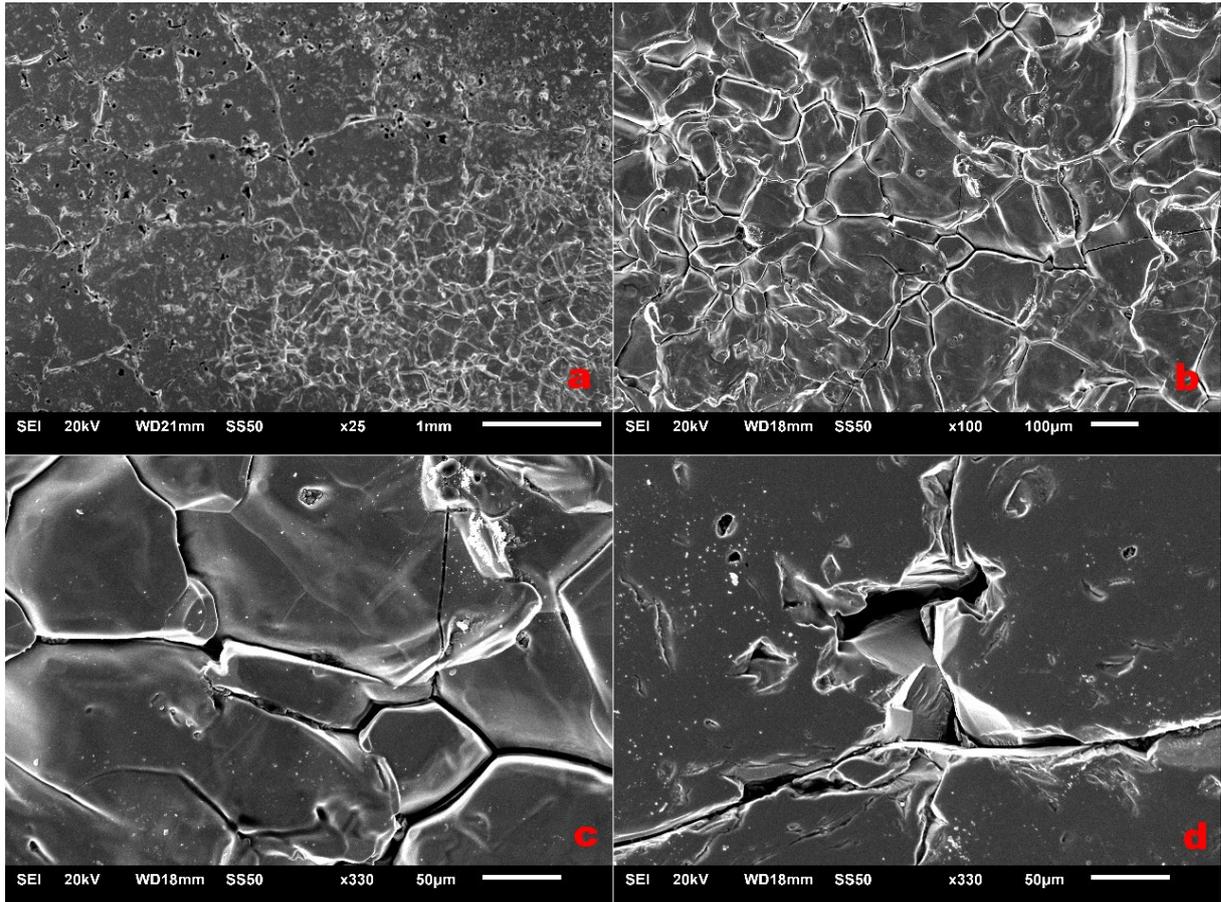


Figura 18: Imagens MEV amostra E(1:3) mostrando ampliações de 25X fig.18a, 100X fig.18b, e 330X fig.18c e 18d a superfície e os contornos de grão.

A Figura 19 mostra um conjunto de imagens da pastilha de composição E(1) a partir da região entre a face lisa e o núcleo fraturado, com ampliação de 25X fig.19a, passando somente para a face em 27X fig.19b, ressaltando os contornos de grão na superfície polida com 100X fig.19c e os grãos na região fraturada com 100X fig.19d.

A fig.19a mostra a transição entre a superfície polida e a região do núcleo fraturado do material a fig.19b mostra uma área maior da superfície com os poros e contornos de grão, a fig.19c é uma ampliação na região da superfície possibilitando uma perfeita visão dos poros e principalmente dos contornos de grãos, que não foram percebidos com clareza na imagem de microscopia óptica da fig.12. A fig.19d possibilita a visão dos vazios existentes entres os grãos, que resultam na densidade e porosidade do material.

Figura 20: Imagens do MEV da amostra E(3:1) mostrando com uma ampliação

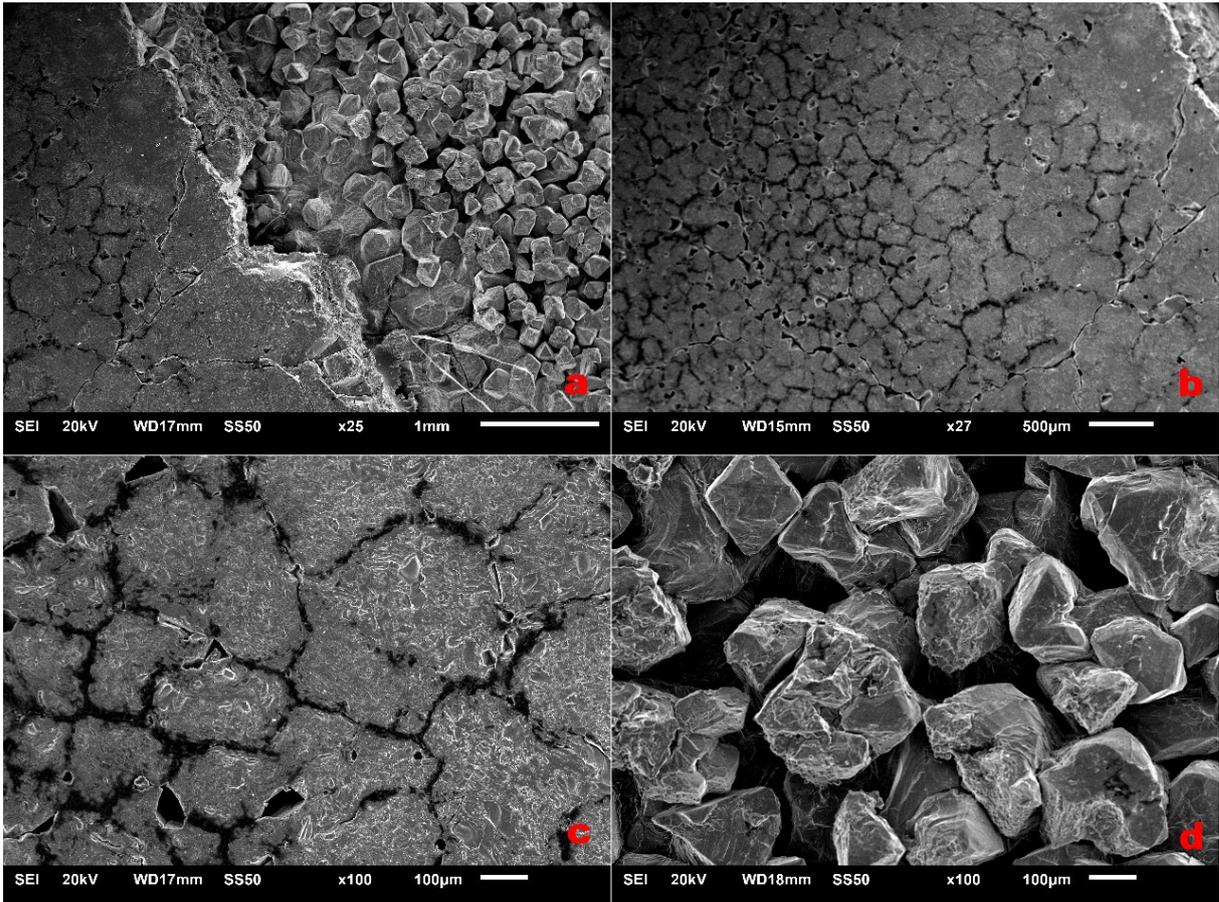


Figura 19: Imagens MEV da amostra E(1) mostrando ampliações de 25X fig.19a, 27X fig.19b, 100X na sobre a superfície plana fig.19c e 100X fig.19d dos grãos junto a fratura.

de 50X fig.20a a superfície da amostra lixada e polida, a mesma região ampliada em 100X é mostrada na fig.20b , Com 330X fig.20c é revelado os vazios ao redor dos grãos, com 850X fig.20d é possível perceber que o processo de sinterização não foi completado.

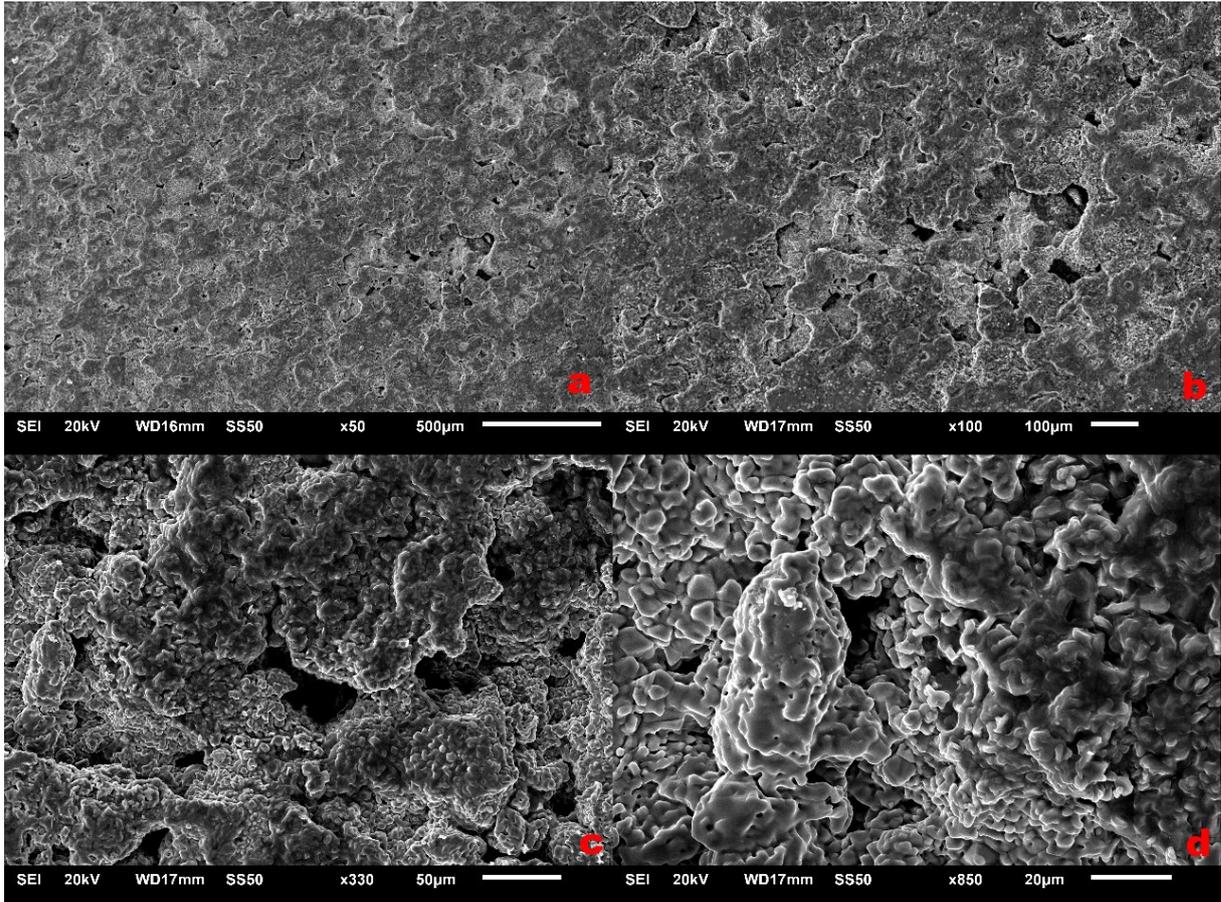


Figura 20: Imagens MEV da amostra E(3:1) mostrando ampliações de 50X fig.20a, 100X fig.20b, 330X fig.20c e 850X fig.20d com processo de sinterização incompleto.

4.4 Difração de Raios-X

A Figura 21 demonstra os difratogramas das amostras formando um conjunto constituído pela associação dos resultados dos ensaios individuais de difração de raios X realizados nas amostras, e dispostos de forma a mostrar a progressão dos resultados em função das diferentes composições das respectivas amostras, desta forma a escala de intensidade é arbitrária, mas os parâmetros de ensaios são os mesmos para todas as amostras, possibilitando uma perfeita comparação dos resultados.

O difratograma denominado como (g) por tratar-se da matéria prima sem tratamento térmico foi posicionado próximo ao eixo das abscissas a fim de proporcionar uma melhor visualização dos resultados em função da sequência dos experimentos.

A análise deste difratograma (g) demonstra que amostra o aço inox base E(1),

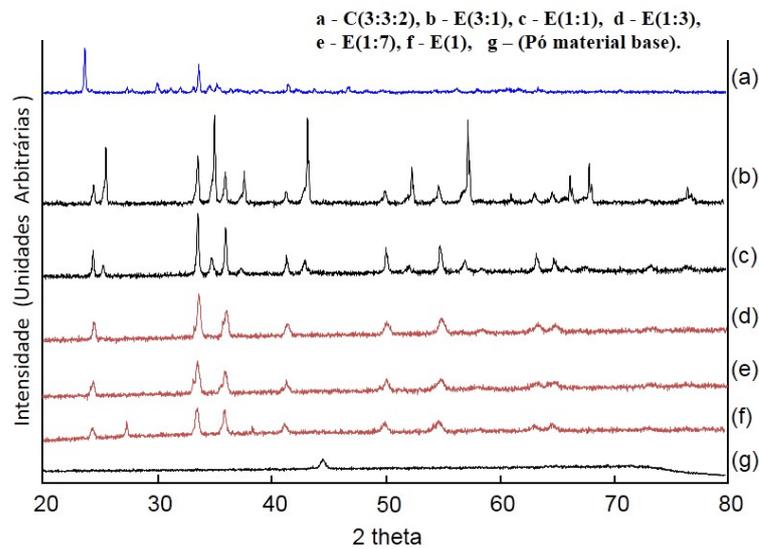


Figura 21: Conjunto de difratogramas do pó dos corpos de prova moídos. a -C(3:3:2), b -E(3:1), c -E(1:1), d - E(1:3), e -E(1:7), f -Aço Inox E(1), g - aço inox base. onde (#)=(Fe),(x)=(Al₂O₃), (o)=(Ca₄Al₆Cr₁₆)

apresenta somente o pico referente ao Ferro α -Fe, representado na figura por (#). E conforme ficha cristalográfica PDF N° 65-4899, apresenta uma estrutura cúbica com grupo espacial Lm-3m (no.229).

A amostra E(1) referente a sinterização da matéria prima base, difratograma (f), apresenta os picos referentes ao óxido de ferro e cromo (Cr_{1.3}Fe_{0.7}O₃). E conforme ficha cristalográfica PDF N° 35-1112, apresenta uma estrutura romboédrica com grupo espacial R-3c (no. 167). As amostras E(1-7) e E(1-3) representadas no difratograma por (e) e (d) respectivamente apresentam os mesmos padrões da amostra E(1), difratograma(f)

Na amostra E(1-1) difratograma por (c) apresenta os picos característicos referentes ao óxido de ferro e cromo (Cr_{1.3}Fe_{0.7}O₃) identificados nas amostras E(1) dif.(f), E(1:7) dif.(e) e na amostra E(1:3) dif.(d),e também os picos referentes a alumina (Al₂O₃) identificados na figura por (x), e conforme ficha cristalográfica PDF N° 82-1468, apresenta uma estrutura romboédrica com grupo espacial R-3c (no. 167). A amostra E(3-1) difratograma (b), apresenta as característica dos picos similares a da

amostra E(1:3) dif.(d), mas com uma maior intensidade dos picos referentes a (Al_2O_3) .

A amostra C(3-3-2) difratograma (a) apresenta os picos característicos óxido de Cromo alumínio Cálcio ($Ca_4Al_6Cr_{16}$). Identificados na figura por (o) E conforme ficha cristalográfica PDF N° 32-144, com estrutura desconhecida.

4.5 Relação entre Dureza e Rugosidade Superficial

Na Figura 22 é possível acompanhar os valores de rugosidade encontrados, observa-se que para materiais com maior percentual de Al_2O_3 , é maior o valor da rugosidade, o que caracteriza uma maior fragilidade a fadiga. (Sousa 2011grinding)

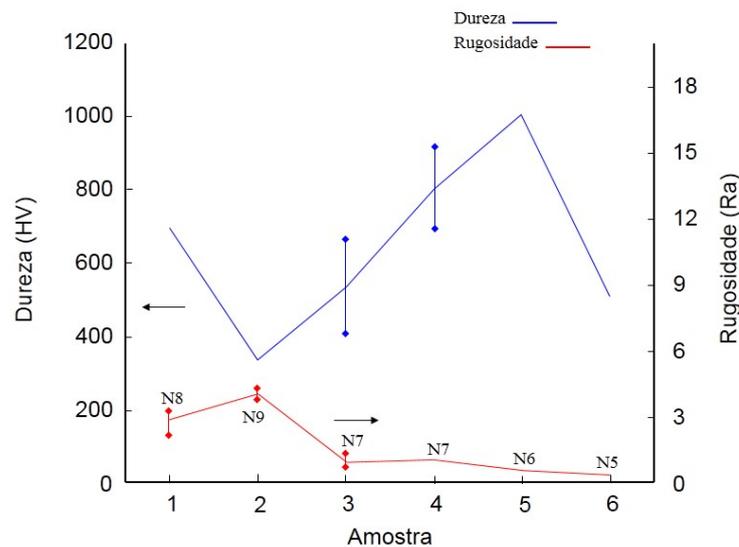


Figura 22: Variação de rugosidade em função da dureza. 1 - C(3:3:2), 2 - E(3:1), 3 - E(1:1), 4 - E(1:3), 5 - E(1:7), 6 - Aço Inox E(1).

O gráfico da figura 22 representa os valores médios obtidos de diferentes medidas realizadas nas amostras, obedecendo a sequência adotada para a análise das outras características, onde 1 representa as amostras C(3:3:2) e a última E(1) as de aço inox puro, neste gráfico é possível observar a variação da rugosidade expressa em μm , que atinge o valor máximo da rugosidade de $4,44\mu m$ nas amostras E(3:1) sendo

classificado como classe de rugosidade N9, comprovando a heterogeneidade notada na análise de imagens do MEV, da figura 16b, nas imagens da figura 20, bem como nas micrografias, figura 12b. As demais amostras mostram valores compatíveis com as classe N8, N7, N6 e N5.

A segunda grandeza mostrada neste gráfico é a dureza Vickers expressa em HV com carga 0,3kgf na realização dos ensaios, o valor máximo obtido nestes ensaios foi 1008HV nas amostras E(1:7) valor abaixo da dureza da alumina, (GARCIA JAIME ALVARES SPIM, 2000), mas muito superior (434%) ao do aço inox puro, em estado esferoidizado e aproximadamente o dobro (196%) do aço inox no estado temperado (Gerdau SA). O menor valor é expresso nas amostras E(3:1), onde o valor da rugosidade é maior, e que apresenta heterogeneidade conforme é observado na imagem da figura 11b, bem como é observado na imagem da figura 12b, e na imagem da figura 16b, o que é ratificado nas imagens da figura 20.

Os resultados da expansão linear em função da absorção de água são demonstrados na Figura 23.

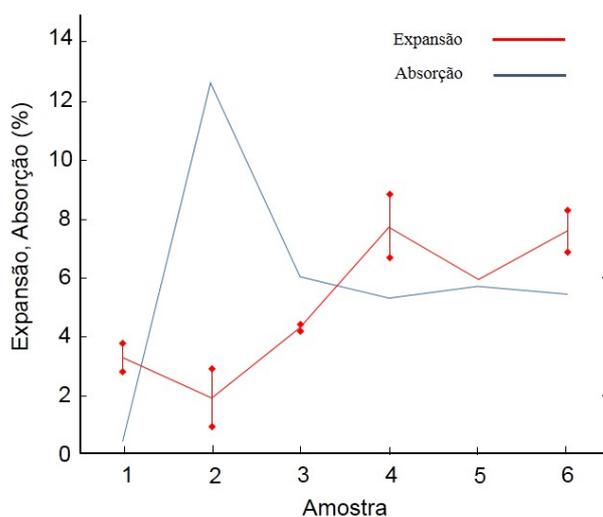


Figura 23: Variação de expansão em função da absorção. 1 - C(3:3:2), 2 - E(3:1), 3 - E(1:1), 4 - E(1:3), 5 - E(1:7), 6 - Aço Inox E(1).

A análise do gráfico da figura 23 permite observar que as amostras E(3:1) apresentam a menor expansão, apenas 1,8%, combinado com a maior absorção, 12,63%, resultados que podem ser associados como causa/consequência da rugosidade, da baixa dureza e principalmente a heterogeneidade do material após o processo de sinterização não se mostrar completo, conforme as imagens da figura 20.

Da mesma forma que as amostras E(1:7) apresentam uma convergência dos resultados, sinalizando desta forma que os vazios desta amostra encontram-se praticamente interligados, o que pode ser observado na segunda e quarta imagens da figura 17.

Os resultados da densidade teórica em função da dureza são demonstrados na Figura 24.

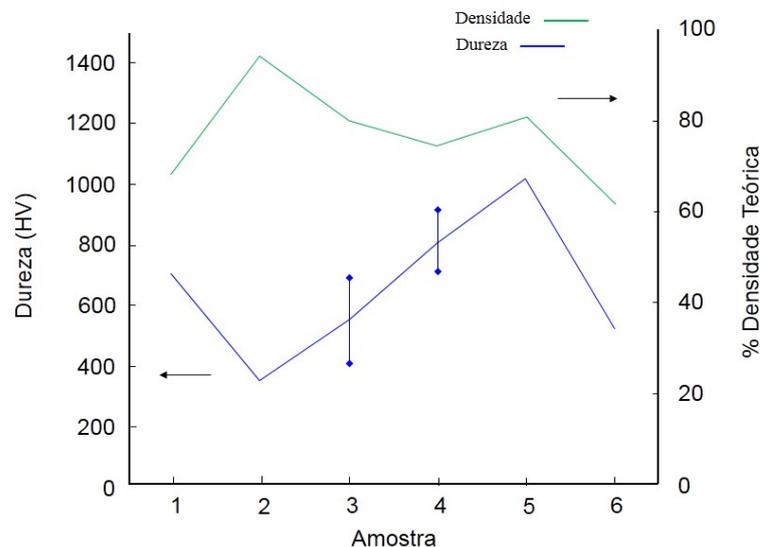


Figura 24: Variação de dureza em função da densidade. 1 - Aço Inox E(1), 2 - E(1:7), 3 - E(1:3), 4 - E(1:1), 5 - E(3:1), 6 - C(3:3:2).

O gráfico da figura 24 mostra o percentual atingido na densidade efetiva em relação a densidade calculada, a amostra E(3:1) apresenta a melhor relação entre a densidade teórica e a densidade efetiva, este resultado é facilmente compreendido quando observado o baixo percentual de expansão da referida amostra, no entanto

a dureza não segue esta relação tendo o menor valor de todas as amostras, já as amostras E(1:7) apresentam a melhor dureza e uma relação entre a densidade teórica/densidade efetiva de 80,69%, confirmando o êxito do processo de densificação na sinterização observado nas imagens da figura 16.

Os resultados dos ensaios realizados, foram analisados e minimizados pela média dos valores encontrados nas caracterizações realizadas nos corpos de prova constituídos de mesma metodologia, e estão representados na tabela 4

Tabela 4: média dos resultados dos ensaios de caracterização.

Metodologia	Dureza HV	Rugosidade Ra	Expansão %	Absorção %	% Densidade teórica
C(3:3:2)	694,4	2,85	3,5	0,44	68,07
E(3:1)	344,4	4,05	1,9	12,63	94,36
E(1:1)	539,4	1,02	4,3	6,07	80,1
E(1:3)	815,4	1,2	7,5	5,3	73,73
E(1:7)	1008	0,65	5,95	5,75	80
E(1)	513	0,39	7,7	5,4	61,5

5 Financiamento

O financiamento do projeto foi realizado por meio de recursos próprios, contando com o apoio da Universidade Federal de Pelotas por parte da Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), e do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia (Campus Pelotas).

6 Conclusões

Ao ser analisado os resultados obtidos nas caracterizações realizadas com as pastilhas provenientes da sinterização em forno de microondas a uma temperatura de 1350°C, dos diferentes percentuais de pó cerâmico misturado com pó aço inox ABNT 420, é possível de se projetar uma ampla possibilidade de utilização deste compósito na produção de componentes que necessitem de alguma(s) destas características.

Alta dureza: A adição de Al_2O_3 com uma concentração de aproximadamente 12,5% ao aço inox altera a propriedade da dureza deste composito elevando esta propriedade a um valor máximo superior a 1000HV, mais que (400%) a dureza do aço inox puro, em estado esferoidizado conforme é fornecido pela siderúrgica e aproximadamente o dobro (196%) a do aço inox no estado temperado.

Qualidade superficial: Esta faixa de concentração de 12,5% de Al_2O_3 no aço inox, não afeta de forma significativa a propriedade de acabamento superficial do compósito, permitindo que o material possa ter sua superfície acabada, ou trabalhada através de lixamento e polimento, permitindo uma baixa rugosidade superficial, menor que a classe N6, o que possibilita a utilização em superfícies de deslizamento muito fadigadas, e ajustes de pressão desmontáveis.¹

Resistência a corrosão: A utilização dos reagentes durante a realização dos ensaios metalograficos, demonstraram que estes compositos apresentam uma ótima resistência a ação dos ácidos, normalmente utilizados para ataques metalograficos em aços inoxidáveis, e que mesmo com as variações dos percentuais de alumina no aço inox, a propriedade anticorrosiva não apresenta alterações mensuráveis.

Porosidade: Os resultados da absorção de água mostram a possibilidade deste compósito ser utilizados em situações e enxarque por fluido, seja para retenção de lubrificante ou absorção de material para preenchimento destes poros.

¹<http://www.abntcatalogo.com.br> acesso em 13-09-2013

Outras características analisadas demonstram uma série de resultados que combinados com os anteriormente citados, deslumbram outras aplicações para este composto. As pastilhas após sinterizadas apresentam características paramagnéticas e isolantes elétricas em baixa tensão. Tais utilizações somente podem ser confirmadas a partir da continuidade dos estudos sobre este composto, no entanto os resultados aqui citados demonstram ótimas possibilidades de aplicações para este material.

7 Sugestões para trabalhos futuros

Determinação do melhor percentual de alumina adicionado ao aço inox, caracterizando a maior dureza neste ponto.

Estudo das propriedades elétricas através de ensaios de indutância.

Por se tratar de uma material poroso, Estudar as propriedades relacionadas com o atrito, seco e sob condições de deposição de lubrificante.

Estudos relacionados a capacidade de utilização do material para usinagem e ou abrasão.

REFERÊNCIAS

- ARAUJO, T. S. d. Produção de hidroxiapatita pura e dopada para aplicação em biosensores. **Universidade Federal de Sergipe Padua em Fca**, 2006.
- AZEVEDO, G. F. d. Filmes finos de Nb_2O_5 , $Nb_2O_5:Li^+$ e $Nb_2O_5:Li^+:V_2O_5$ preparados pelo processo sol-gel. **UFPEL. Programa de Pradua em Ciia e Engenharia de Materiais, Pelotas**, 2012.
- BAYRAKTAR, E. et al. Weldability and toughness evaluation of the ceramic reinforced steel matrix composites (TiB_2 -RSMC). In: **Time Dependent Constitutive Behavior and Fracture/Failure Processes, Volume 3**. [S.l.]: Springer, 2011a. p. 85–92.
- _____. Damage analysis of the ceramic reinforced steel matrix composites sheets: experimental and numerical study. In: **Experimental and Applied Mechanics, Volume 6**. [S.l.]: Springer, 2011b. p. 21–29.
- BELMONTE, E. d. P. Espectrometria por fluorescência de raios x por reflexão total: Um estudo simulado utilizando o método de monte carlo. 2005.
- BJÖRKLUND, H. Grain morphology and intergranular structure of Si_3N_4 and Al_2O_3 based ceramics. Chalmers University of Technology,, 1996.
- BOICKO, A. L. et al. Estudo da união de componentes de ligas ferrosas por sinterização. 2012.
- CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Fundamentals of materials science and engineering: an integrated approach**. [S.l.]: Wiley. com, 2012.
- CAVA, S. d. S. **Síntese de pigmentos nanométricos de Al_2O_3 dopado com cobalto e cromo**. Tese (Doutorado), 2003.
- CICCO, M. P. D.; LI, X.; TURNG, L.-S. Semi-solid casting (SSC) of zinc alloy nanocomposites. **Journal of Materials Processing Technology**, Elsevier, v. 209, n. 18, p. 5881–5885, 2009.
- DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. [S.l.]: EDIPUCRS, 2007.
- DEMÉTRIO, K. B. et al. Sinterability and microstructure evolution during sintering of ferrous powder mixtures. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 16(5), n. AHEAD, p. 1030–1038, 2013.
- DOUY, A.; GERVAIS, M. Crystallization of amorphous precursors in the calcia–alumina system: a differential scanning calorimetry study. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley Online Library, v. 83, n. 1, p. 70–76, 2000.
- EPURE, L. et al. The effect of varying Al_2O_3 percentage in hydroxyapatite/ Al_2O_3 composite materials: Morphological, chemical and cytotoxic evaluation. **Journal of Biomedical Materials Research Part A**, Wiley Online Library, v. 83, n. 4, p. 1009–1023, 2007.

FARID, A.; GUO, S. On the processing, microstructure, mechanical and wear properties of cermet/stainless steel layer composites. **Acta materialia**, Elsevier, v. 55, n. 4, p. 1467–1477, 2007.

GALVÃO, S. B. et al. Obtenção de nanopartículas de hexaferrita de bário pelo método pechini. Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da UFRN, 2010.

GAMA, A. M. et al. Efeito da calcinação e das condições de sinterização na microestrutura e nas propriedades magnéticas das ferritas de Mn-Zn. In: MORITA, A.; OKAMOTO, A. (Ed.). **Ferrites: Proceedings of the International Conference**. [S.l.: s.n.], 1980. p. 313–316.

GARCIA, J.; OLIVEIRA, I. d.; PANDOLFELLI, V. Processo de hidratação e os mecanismos de atuação dos aditivos aceleradores e retardadores de pega do cimento de aluminato de cálcio. **Cerâmica**, SciELO Brasil, v. 53, n. 325, p. 42–56, 2007.

GARCIA JAIME ALVARES SPIM, C. A. d. s. A. **Ensaio Dos Materiais**. [S.l.: s.n.], 2000.

GERMAN, R. M. **Powder metallurgy of iron and steel**. [S.l.]: Wiley USA, 1998.

GODOY, A.; BRESSIANI, J.; BRESSIANI, A. Effect of the addition of ceramic polymeric precursor on alumina sintering. **Cerâmica**, SciELO Brasil, v. 56, n. 337, p. 97–104, 2010.

GOMES, U. U. **Tecnologia dos pós: fundamentos e aplicações**. [S.l.]: UFRN Editora Universitária, 1995.

GREIL, P. Active-filler-controlled pyrolysis of preceramic polymers. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley Online Library, v. 78, n. 4, p. 835–848, 1995.

HAMEDAN, A. D.; SHAHMIRI, M. Production of A356-1wt% SiC nanocomposite by the modified stir casting method. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, A 556, p. 921926., 2012.

HART, L. D. Alumina chemicals; science and technology handbook, in production, processes, properties, and applications for calcined and high-purity alumina. **The Journal of the American Ceramic Society EUA**, ed. T.J. Carbone, p. 99, 1999.

HOU, Y. et al. Influence of rare earth nanoparticles and inoculants on performance and microstructure of high chromium cast iron. **Journal of Rare Earths**, Elsevier, v. 30, n. 3, p. 283–288, 2012.

JEREBTSOV, D.; MIKHAILOV, G. Phase diagram of CaO-Al₂O₃ system. **Ceramics international**, Elsevier, v. 27, n. 1, p. 25–28, 2001.

JIANG, Q. et al. Fabrication of steel matrix composites locally reinforced with in situ TiB₂-TiC particulates using self-propagating high-temperature synthesis reaction of Al-Ti-B₄C system during casting. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, Elsevier, v. 37, n. 1, p. 133–138, 2006.

JR., M. M. B. de M. Estudo sobre o efeito dos parâmetros de processamento dos pós e sinterização do aço inox 316L reforçado com NbC. 2011.

- KAINER, K. U. **Metal matrix composites**. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2006.
- LÁZARO-COLÁN, V. et al. Efeito da temperatura e da pressão de oxigênio da sinterização nas perdas magnéticas de cerâmicas magnéticas de manganês-zinco. In: **61 Congresso Anual da ABM**. [S.l.: s.n.], 2006.
- LEE, W. E. **Ceramic microstructures: property control by processing**. [S.l.]: Springer, 1994.
- LIND, M. et al. Mechanism and kinetics of transformation of alumina inclusions in steel by calcium treatment. Helsinki University of Technology, 2006.
- LIU, C. et al. Addition of Al–Ti–C master alloys and diopside to improve the performance of alumina matrix ceramic materials. **Ceramics international**, Elsevier, v. 33, n. 7, p. 1149–1154, 2007.
- LU, P.; GERMAN, R. Multiple grain growth events in liquid phase sintering. **Journal of materials science**, Springer, v. 36, n. 14, p. 3385–3394, 2001.
- LUSSOLI, R. J. et al. Aqueous colloidal processing of carriers for delivering silica nanoparticles in iron matrix nanocomposites. **Materials Research Bulletin**, Elsevier, 2013.
- MENEZES, R.; SOUTO, P.; KIMINAMI, R. Microwave sintering of ceramics. part iii: Sintering of zirconia, mullite and alumina. **Cerâmica**, SciELO Brasil, v. 53, n. 327, p. 218–226, 2007.
- MORAES, L. d. Using energy dispersive x ray fluorescence (EDXRF) technique to evaluate the suspended particulate matter from Limeira city, State of São Paulo, Brazil. CENA, 2009.
- MOTA, R. C. Influência da adição de cargas inorgânicas no desempenho de produtos refratários obtidos a partir de borras de alumínio. 2010.
- NAGATANI, T.-c.; SAITO, S. Development of an ultra high resolution scanning electron microscope by means of a field emission source and in lens SRRAM. **Scanning Microscopy**, v. 1, n. 3, p. 901–909, 1987.
- ROCHA, R. M. d. et al. Complex-shaped ceramic composites obtained by machining compact polymer-filler mixtures. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 8, n. 2, p. 191–196, 2005.
- SAJJADI, S. A.; EZATPOUR, H.; BEYGI, H. Microstructure and mechanical properties of Al–Al₂O₃ micro and nano composites fabricated by stir casting. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, v. 528, n. 29, p. 8765–8771, 2011.
- SAJJADI, S. A.; EZATPOUR, H.; PARIZI, M. T. Comparison of microstructure and mechanical properties of A356 aluminum alloy/Al₂O₃ composites fabricated by stir and compo-casting processes. **Materials & Design**, Elsevier, v. 34, p. 106–111, 2012.
- SOUSA, R. et al. Grinding of alumina ceramics with different cooling and lubrication techniques: conventional and minimum quantity of lubrication. **Cerâmica**, SciELO Brasil, v. 57, n. 341, p. 76–84, 2011.

SU, H. et al. Processing, microstructure and tensile properties of nano-sized Al_2O_3 particle reinforced aluminum matrix composites. **Materials & Design**, Elsevier, v. 36, p. 590–596, 2012.

THOMAZINI, D. et al. Alumina ceramics obtained by chemical synthesis using conventional and microwave sintering. **Cerâmica**, SciELO Brasil, v. 57, n. 341, p. 45–49, 2011.

VEIGA, F. C. T. Síntese e caracterização de aluminatos de cálcio por meio do método dos precursores poliméricos. **PPGCEM UFPel**, 2013.

WEST, A. R. **Solid state chemistry and its applications**. [S.l.]: Wiley. com, 2007.

WLACK, L. H. V. **Princípios de ciência e tecnologia dos materiais**. 4 ed. ed. [S.l.]: Elsevier, 1984.

YANG, Y.-f. et al. Fabrication of steel matrix composites locally reinforced with different ratios of TiC/TiB_2 particulates using SHS reactions of $\text{Ni-Ti-B}_4\text{C}$ and $\text{Ni-Ti-B}_4\text{C-C}$ systems during casting. **Materials Science and Engineering: A**, Elsevier, v. 445, p. 398–404, 2007.