

OBTENÇÃO DE UM COMPÓSITO DE MATRIZ FERROSA POR INFILTRAÇÃO ESPONTÂNEA¹

Estimativa da Permeabilidade da Pré-forma Cerâmica por Processamento de
Imagens e Modelagem Matemática da Infiltração da Fase Metálica – Parte I

Eduardo Brocchi²
Fernando A. Ribeiro Serra³
Sidnei Paciornik⁴

Resumo

Este trabalho é a parte I de II, com o objetivo da obtenção de um compósito de matriz metálica com ênfase na caracterização e previsão da infiltração espontânea de um ferro fundido nodular através de uma pré-forma granulada porosa de óxido de alumínio e sua caracterização com o intuito de servir de base para a elaboração de modelo para a determinação da penetração de metal nos poros da pré-forma. O processo de infiltração de pré-forma porosa constituída de óxido de alumínio, em três granulometrias distintas (12#, 16# e 42#), por um ferro fundido nodular de composição eutética (3,9%C) foi realizado em três temperaturas de vazamento diferentes (1403°C, 1299°C e 1250°C), desde a elaboração das pré-formas passando pela infiltração do metal, até a caracterização microestrutural. Os resultados dos ensaios de compressão com as pré-formas foram processados por análise fatorial e mostraram que, dentro dos níveis estudados, o percentual utilizado de ligante (silicato de sódio) e o tempo de cura influenciam positivamente e de forma mais significativa do que a granulometria do óxido de alumínio. A microestrutura da matriz foi afetada pelos grãos cerâmicos da pré-forma, fato este caracterizado pela presença de veios de grafita no lugar de nódulos em uma extensão variável entre 10 µm e 60µm a partir da superfície do grão.

Palavras-chave: Compósitos; Ferro fundido nodular; Óxido de alumínio; Fundição.

¹ Trabalho destinado ao 60º Congresso Anual da ABM, .../2005, Belo Horizonte

² DSc pelo Imperial College (UK), Professor do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio

³ DSc pela PUC-Rio, Coordenador e Professor da Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL

⁴ DSc pela PUC-Rio, Professor do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio

1 INTRODUÇÃO

O compósito de matriz metálica deste trabalho caracteriza-se pela incorporação de grãos de óxido de alumínio em ligas de ferro. Tal compósito é obtido, no formato e nas regiões desejadas da peça, a partir da impregnação, de um corpo constituído de grãos de alumina (pré-forma), pelo metal líquido.

As propriedades/desempenho do material/componente resultante da infiltração são decorrentes de um comprometimento entre as condições desta e as características da pré-forma (CALLISTER JR, 1994; CLYNE, WITHERS, 1974)..

O presente trabalho é uma contribuição aos estudos que visam combinar as propriedades mecânicas das ligas ferrosas, no caso, um ferro fundido nodular, com a resistência à abrasão do óxido de alumínio (Al_2O_3), viabilizando a aplicação do compósito em situações de desgaste abrasivo extremo, nas quais o ferro fundido ou outra liga ferrosa se desgastariam muito rapidamente e o material cerâmico se quebraria. Desta forma, foi desenvolvido um estudo voltado para a obtenção de um compósito de matriz metálica com ênfase na caracterização e previsão da infiltração de um ferro fundido nodular através de uma pré-forma granulada porosa de óxido de alumínio. O trabalho experimental envolveu diversas etapas, tais como, a confecção e avaliação da resistência mecânica da pré-forma cerâmica, a infiltração e as caracterizações micro-estrutural que correspondem a Parte I objeto deste trabalho. A Parte II apresentada em outro trabalho apresenta a determinação da permeabilidade do compósito obtido e a proposição / avaliação de um modelo matemático capaz de prever a distância de infiltração máxima do ferro fundido nodular através da pré-forma.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Aspectos Gerais

Após a seleção do reforço (alumina) e do material para a matriz (ferro fundido), a obtenção do compósito foi efetivada através das duas etapas básicas: preparação da pré-forma e infiltração (MORTENSEN, 2000).

A preparação da pré-forma de grãos de Al_2O_3 incluiu a execução de diversas atividades laboratoriais, a saber:

- análise granulométrica do material;
- classificação e separação dos grãos;
- preparação de molde para a pré-forma;
- preparação das pré-formas;
- ensaios mecânicos das pré-formas;
- preparação de amostras para obtenção de imagens;
- obtenção das imagens por MEV;
- tratamento de imagens e simulação tridimensional.

As três últimas etapas visaram simular a pré-forma em 3D para subsidiar o cálculo da permeabilidade (K) e a modelagem matemática posterior e que serão apresentadas oportunamente Parte II em outro trabalho.

As pré-formas, preparadas em cada uma das granulometrias foram utilizadas para infiltração de ferro fundido nodular em três temperaturas diferentes. Estas pré-formas foram posicionadas como um macho em uma peça de fundição e então submetida ao processo de infiltração. O conjunto de operações pode ser dividido em:

- preparação do modelo de fundição em madeira;

- preparação das moldações em areia;
- preparação e vazamento do metal;
- preparação das amostras para medição;
- ensaios metalográficos.

2.2 Pré-forma

A pré-forma após ter sido elaborada deve ser suficientemente infiltrada pela fase metálica, possuir satisfatória resistência mecânica e manter a forma após a infiltração. Para atender tais condicionantes, foi considerada a utilização de grãos de alumina aglutinados através de um ligante na forma de silicato de sódio.

O Al_2O_3 é normalmente disponível em granulometria controlada para a fabricação de rebolos abrasivos e minimiza a possibilidade de reação com a fase metálica.

O ligante, por sua vez, deve manter a ligação estável a alta temperatura e estar presente em quantidade reduzida. Conservará assim a forma da pré-forma e mesmo se houver alguma reação com o metal não será tão significativa. Um dos ligantes mais usados ao longo dos tempos na indústria de fundição é o silicato de sódio.

O processo escolhido foi o de cura do silicato de sódio pela temperatura ($120^\circ C$), evitando assim, a adição de um catalisador.

O Silicato de Sódio selecionado é o normalmente utilizado na fabricação de machos em fundição, referenciado como Silicato de Sódio Meia Lua tipo MPC 112.

Com base na análise do material como recebido todo o material foi classificado com o objetivo de obter o máximo de material de mesma dimensão. De acordo com os resultados, o material foi separado em três dimensões:

#12 – material passante na peneira 10 e retido na peneira 12 da série Tyler;

16 – material passante na peneira 12 e retido na peneira 16 da série Tyler;

42 – material passante na peneira 35 e retido na peneira 42 da série Tyler.

A pré-forma utilizada nos ensaios de caracterização e nas infiltrações é um cilindro de 30 mm de diâmetro por 30 mm de altura, constituído de grãos exclusivamente de cada uma das dimensões, aglomerados com silicato e submetidos ao processo de cura a cerca de $120^\circ C$ em molde de aço carbono usinado.

As pré-formas foram confeccionadas utilizando as três granulometrias selecionadas, três quantidades de aglutinante e três tempos de cura. Para análise do efeito destas variáveis foi utilizado o método de análise fatorial [BOX, HUNTER, HUNTER, 1978] tendo-se como resposta os resultados obtidos nos ensaios de compressão num total de 27 experimentos (realizados em duplicata) e as condições experimentais implementadas (variáveis e seus níveis).

Os ensaios de compressão foram realizados em equipamento marca Instron modelo 5500R com célula de carga de 500 kg, sob carga constante ao longo do ensaio.

2.3 Infiltração do Ferro Fundido na Pré-forma

Toda a etapa de infiltração foi realizada no setor de fundição da Companhia Metalúrgica Bárbara em Barra do Piraí (RJ).

Foi projetado um modelo em madeira, que permite acomodar até seis corpos de prova com pré-formas com grão #12, #42 e #16.

As moldações foram preparadas em areia de sílica com finura 51AFS (0,8% de finos) aglomerada com 0,75% de resina fenólica catalisada com H_2SO_4 , diluído em álcool.

O metal líquido foi um ferro fundido nodular com a seguinte composição química: 3,9%C; 2,1%Si; 0,28%Mn; 0,1%P; 0,008%S.

As amostras de ferro fundido nodular foram vazadas com altura de vazamento controlada e aproximadamente igual para simular uma pressão metalostática constante em três temperaturas: T1 = 1403°C; T2 = 1299°C; T3 = 1250°C.

Os corpos de prova vazados foram cortados, para observação visual da penetração de metal e para exame com microscópio ótico, em uma máquina de corte a disco, com disco para materiais extraduros.

A seguir foram lixadas com lixas d'água 80 e 100, devido às irregularidades do corte e à excessiva dureza do material. Passaram então por lixas 120 e 200, e daí, diretamente para polimento com pasta de diamante 10 µm e 3 µm.

Não foi necessário atacar as amostras, visto que a observação interface visava verificar aspectos da infiltração e que qualquer influência estrutural seria mais facilmente observada na morfologia e dimensão nódulos de grafita.

As medições para verificação macro da penetração, foram realizadas pela avaliação do perfil de penetração em lupa, sobre as amostras.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Pré-forma

3.1.1 Avaliação por ensaio mecânico

Embora a ordem e realização dos ensaios tenha sido aleatória, a Tabela 1 apresenta de forma organizada, a síntese completa dos resultados encontrados.

É interessante observar que para evitar interpretações equivocadas os resultados relativos ao mesmo tratamento não devem apresentar variação superior a 10%. Na ocorrência de tal fato, utiliza-se sucessivamente, a média como um dos resultados até que os valores enquadrem-se dentro da condição citada. No estudo em questão constatou-se esta ocorrência em nove dos 27 tratamentos, ou seja, em exatamente um terço (todos assinalados em amarelo). Esta característica do sistema é uma evidência de que os ensaios mecânicos das pré-formas são bastante sensíveis às condições da amostra. Mesmo com a utilização de carga constante, constatou-se que os grãos tendem a se soltarem individualmente, aos poucos, antes da ruptura.

Com relação à utilização da análise fatorial propriamente dita, é interessante salientar que após a obtenção dos resultados finais E_m , todos os tratamentos enquadram-se dentro da “banda de passagem” que foi estabelecida para atender uma expectativa de confiabilidade superior a 90% ($t_{\alpha=0,9;gl=26} = 1,315$).

Foram identificados os tratamentos significativos ($t > t_{crit}$) e definidos os respectivos parâmetros da equação representativa, ou seja, aquela que prevê a tensão de ruptura dos corpos de prova em função das variáveis estudadas.

É interessante observar que as variáveis “a” (ligante) e “b” (tempo de cura) mostraram-se mais importantes do que a granulometria (“c”), assim como, as tensões máximas de ruptura obtidas para 6% de ligante e 24 horas de cura. Tais fatos estão ilustrados na Tabela 1, onde também podem ser constatados outros dados relacionados com a análise fatorial, tais como as interações relevantes de “t”, “p”, “efeitos” e “erro provável”, conforme estabelecido nos procedimentos da análise fatorial (BOX, HUNTER, HUNTER, 1978).

Conforme a Tabela 2, o resultado maximante está associado com os maiores valores utilizados de silicato de sódio e de tempo utilizados no ensaio. Este fato sugere que outras quantidades acima destas possam ser ensaiadas. Pela estimativa do modelo a quantidade de ligante até 11,5% resultaria em um aumento da resistência.

Tabela 1. Análise dos Resultados

Código	Ligante (%)	Tempo (h)	Grão (#)	E ₁	E ₂	E' _m (kN)	De% _(crit) = 0,1					E _m
()	2	6	42	0,066	0,144	0,105	0,055					0,105
a	4	6	42	0,435	0,620	0,528	0,131	0	0,574	0,065		0,574
A	6	6	42	0,295	0,317	0,306	0,016					0,306
b	2	12	42	0,234	0,167	0,201	0,047					0,201
ab	4	12	42	0,499	0,466	0,483	0,023					0,483
Ab	6	12	42	0,611	0,965	0,788	0,250	0	0,877	0,125	0	0,832
B	2	24	42	0,286	0,401	0,344	0,081					0,344
aB	4	24	42	0,403	0,467	0,435	0,045					0,435
AB	6	24	42	0,593	0,844	0,719	0,177	0	0,781	0,089		0,781
c	2	6	16	0,317	0,169	0,243	0,105	0	0,206	0,052		0,206
ac	4	6	16	0,610	0,740	0,675	0,092					0,675
Ac	6	6	16	0,189	0,178	0,184	0,008					0,184
bc	2	12	16	0,386	0,594	0,490	0,147	0	0,542	0,074		0,542
abc	4	12	16	0,781	0,855	0,818	0,052					0,818
Abc	6	12	16	0,666	0,747	0,707	0,057					0,707
Bc	2	24	16	0,307	0,441	0,374	0,095					0,374
aBc	4	24	16	0,686	0,947	0,817	0,185	0	0,882	0,092		0,849
ABc	6	24	16	0,543	0,684	0,614	0,100					0,614
C	2	6	12	0,207	0,186	0,197	0,015					0,197
aC	4	6	12	0,560	0,897	0,729	0,238	0	0,813	0,119	0	0,771
AC	6	6	12	0,368	0,744	0,556	0,266	0	0,650	0,133	0	0,603
bC	2	12	12	0,534	0,423	0,479	0,078					0,479
abC	4	12	12	0,913	0,693	0,803	0,156	0	0,748	0,078		0,776
AbC	6	12	12	0,329	0,438	0,384	0,077					0,384
BC	2	24	12	0,295	0,317	0,306	0,016					0,306
aBC	4	24	12	0,679	0,579	0,629	0,071					0,629
ABC	6	24	12	0,536	0,651	0,594	0,081					0,594

Legenda:

E₁ – ensaio de compressão 1

E₂ – ensaio de compressão 2

E'_m – média dos valores E₁ e E₂

Δε_(crit) – valor de variação máxima tolerado de 0,1 kN.

E_m – valor final considerado

Tabela 2. Resultados da Análise Fatorial

				T	p	Efeitos	
Tratamentos significativos	a	Ligante	L	2,745	0,995	96,2%	0,1877
			Q	1,732	0,952		-0,0395
	b	Tempo		1,592	0,938	0,1088	
	ac	Ligante x Grão		1,229	0,885	87,5%	-0,0140
	bc	Tempo x Grão		1,128	0,865		-0,0129
Erro provável				$Sup_{sigErroF} =$	1,6834	7,0%	
Resultados corrigidos devido a erros maiores que a tolerância considerada						22%	

				T	p
Tratamentos não-significativos	b	Tempo	Q	0,770	0,776
			L	0,824	0,791
	c	Grão	Q	0,463	0,676

Condição maximante	A	Ligante	Máx	6,0	%	Tratamentos AB, ABc ou ABC
			saturação	11,5		
	B	Tempo	Máx	24	h	
	C	Grão	indiferente			

Legenda:

t – valor da tabela t de Student

p – probabilidade para a distribuição t

efeito – quanto afeta a variável

L – variação linear

Q – variação quadrática

Sup – maior dos erros de significância observados.

3.2 Caracterização do Compósito

O compósito foi caracterizado em todas as situações – três grãos em cada uma das três temperaturas – por microscopia ótica sem ataque. Os resultados são apresentados e discutidos nos itens a seguir.

Foram examinadas 18 amostras da zona compósita, sendo duas de cada tamanho de grão em cada uma das temperaturas de vazamento.

Nas amostras observadas não foi detectada nenhuma reação entre o material de reforço (Al_2O_3) e o metal da matriz (ferro fundido nodular). Isto era esperado visto que pelo diagrama de Ellingham, tanto o Fe, como o C, não seriam capazes de reduzir o óxido de alumínio nas temperaturas estudadas (GASKEL, 1995).

Em todas as temperaturas consideradas ($1403^\circ C$, $1299^\circ C$ e $1250^\circ C$), os nódulos de grafita deixam de se formar junto aos grãos de todas as dimensões, formando veios e regiões de microestrutura alterada (Figura 1).

A formação de nódulos de grafita depende fundamentalmente da presença de elementos nodulizantes, neste caso o Mg (SOUSA SANTOS, CASTELO BRANCO, 1977). No entanto, os veios junto aos grãos são uma situação anômala.

Considerando os aspectos teóricos, esta aparição dos veios deve acontecer em função da extração de calor do metal líquido pela pré-forma que está na temperatura ambiente. Se a extração de calor tiver sido suficiente para acontecer solidificação durante a infiltração, pode-se supor que esta camada de grafita sob a forma de veios

corresponda a esta camada solidificada. (CASTELO BRANCO, REINER, 1988; SOUSA SANTOS, CASTELO BRANCO, 1977).

Mais importante que cada valor de temperatura, é o intervalo de temperatura no qual o metal está líquido. A liga da matriz do compósito (ferro fundido nodular com 3,9%C) funde completamente à temperatura de 1200°C, segundo o diagrama Fe-Fe₃C. Considerando também o teor de Si na liga (2,1%Si), esta se comportaria como no ponto eutético, ou seja, fundindo, na prática, em torno de 1150°C devido ao C_{eq} de aproximadamente 4,25%.

O efeito da degeneração da grafita pela pré-forma composta de grãos tamanho 12, para a temperatura de 1403° C e ocupa uma extensão entre 80 µm e 120 µm a partir da sua superfície. No entanto, em uma região de até 200 µm também se observa uma mudança na distribuição e dimensão dos nódulos.

Nas micrografias das amostras vazadas a 1299°C, detectou-se o mesmo comportamento, porém com aparente redução da zona afetada para cerca de 60 a 80 µm. Esta redução de dimensão é uma primeira evidência do efeito da redução do gradiente de temperatura entre o metal líquido e a pré-forma.

O comportamento para a pré-forma com grão 16 foi similar à de grão 12. A formação de veios de grafita aconteceu, aparentemente, em uma região mais extensa, na temperatura de vazamento maior, diminuindo de tamanho com a redução da temperatura. Os valores foram bastante similares aos do grão 12 nas temperaturas maiores, só apresentando uma pequena diferença na temperatura de 1250°C, respectivamente, 80 a 110 µm, 50 a 80 µm e 20 a 40 µm.

Da mesma forma que para os grãos anteriores o comportamento do grão menor, de dimensão 42, mostrou uma extensão de região com presença veios de grafita, no lugar de nódulos, decrescente com a temperatura de vazamento: 85 a 120 µm, 60 a 120 µm e 30 a 60 µm.

Uma síntese dos resultados apresentados para a não formação de nódulos de grafita, considerando os grãos e as diferentes temperaturas, estão apresentados na Figura 1. Nota-se que a extensão da do aparecimento dos veios ou dos nódulos mal formados tende a diminuir com o decréscimo da temperatura de vazamento, mas parece estabilizar-se em temperaturas superiores, o que poderá, eventualmente, ser confirmado. Isto está associado à abrupta variação (queda) da temperatura durante a infiltração, que é maior para as temperaturas superiores.

Já com relação à dimensão dos grãos, quanto menor o grão, maior a superfície exposta para retirada de calor. Este comportamento indica que quando se considera que a permeabilidade não é afetada pela eventual solidificação em torno dos grãos, é mais conveniente a utilização de grãos maiores, sobretudo em altas temperaturas de vazamento.

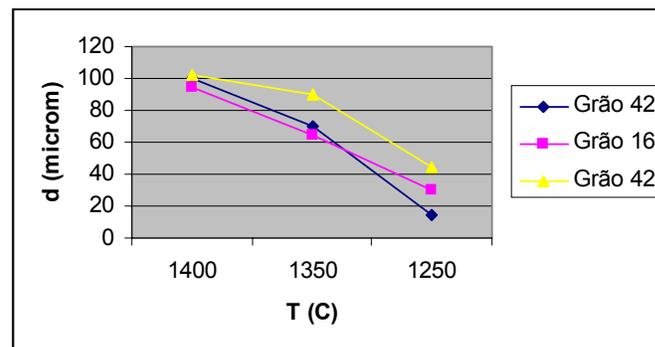


Figura 1. Comportamento da extensão de aparecimento de veios dos grãos de grafita com a temperatura de vazamento do compósito

Considerando as pequenas extensões das regiões com a presença de veios (não formação de nódulos de grafita), tais observações são indícios importantes no sentido de que eventuais solidificações ao redor dos grãos da pré-forma não irão afetar significativamente a permeabilidade da mesma, particularmente para os grãos de maior dimensão. Tal fato pode ser constatado em todas as temperaturas ensaiadas e, então, não compromete o uso da permeabilidade intrínseca (SANTOS, et al., 2002; LIANG et al., 1998) a ser utilizada no modelo da parte II.

4 CONCLUSÃO

Foram confeccionadas pré-formas coonstituídas de óxido de alumínio em três diferentes granulometrias utilizando-se silicato de sódio como aglutinante. A avaliação destas pré-formas foi realizada por intermédio de ensaios de compressão. Os resultados foram avaliados por análise fatorial com 3 variáveis em 3 níveis, e indicam um efeito mais significativo da quantidade de silicato e tempo de cura que da granulometria. Foi gerado um equacionamento matemático baseado nos tratamentos significativos, cujos resultados indicam que pré-formas adequadas para a infiltração, sob o ponto de vista de resistência mecânica, podem ser confeccionadas em qualquer granulometria, utilizando-se 4% de silicatos de sódio e 12 h de tempo de cura,.

O estudo da microestrutura da fase compósita confirmou que não ocorreu reação entre o metal de base (ferro nodular) e a fase de reforço. Observou-se, também, que os nódulos de grafita não se formam ao redor dos grãos de alumina em uma extensão que pode variar em função da temperatura de vazamento e da área disponível do material cerâmico e da área disponível do material cerâmico para a troca térmica (granulometria). Valores entre 20 μ m e 120 μ m, a partir da superfície dos grãos, foram encontrados como características desta extensão, onde são formados os veios de grafita em detrimento dos nódulos.

Tais valores confirmam a não existência de solidificação em proporções que venham a comprometer a utilização da permeabilidade estimada no modelamento matemático da infiltração, da parte II deste trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 BOX, G. E. P., HUNTER, W. G., HUNTER, J. S. **Statistics for Experimenters. New York: John wiley, 1978.**
- 2 CALLISTER JR, W. D. **Materials Science and Engineering – An Introduction.** New York: John Wiley & Sons Inc., 1994.
- 3 CLYNE, T. W., WITHERS, P. J. **Introduction to Metal – Matrix Composites.** In: *Metallic Matrix Composites. Composite Materials Vol. 4.* London: Academic Press, Inc. 1974.
- 4 CASTELO BRANCO, C. H., REINER, J. F. **Aspectos Metalúrgicos na Produção de Ferros Fundidos em Fornos de Indução a Cadinho.** Coord. Lydio Fernandes junior. *Operação de Fornos de Indução.* São Paulo: ABM – Associação Brasileira de Metais, 1988.
- 5 GASKEL, D. R. **Introduction to the Thermodynamics of Materials.** Washington: Taylor & Francis, 1995.
- 6 LIANG, Z. R., FERNANDES, C. P., MAGNANI, F. S., PHILIPPI. **A reconstruction technique for three-dimensional porous media using image**

- analysis and Fourier transforms.** Journal of Petroleum Science and Engineering 21 (1998) 273-283
- 7 MORTENSEN, A. **Melt Infiltration of Metal Matrix Composites.** Vol. 3. A. Kelly, C. Zweben Eds. Comprehensive Composite Materials. T. W. Clyne Editor. New York: Elsevier Science Ltd, 2000.
 - 8 SANTOS, L. O. E., PHILIPPI, P. C., DAMINAI, M. C., FERNANDES, C. P. **Using three-dimensional reconstructed microstructures for predicting intrinsic permeability of reservoir rocks based on a Boolean lattice gas method.** Journal of Petroleum Science 35 (2002) 109-124
 - 9 SOUSA SANTOS, A. B., CASTELO BRANCO, C. H. **Metalurgia dos Ferros Fundidos Cinzentos e Nodulares.** São Paulo: IPTS.A., 1977.

PREPARATION OF A FERROUS MATRIX COMPOSITE BY SPONTANEOUS INFILTRATION

*Eduardo Brocch⁵
Fernando A. Ribeiro Serra⁶
Sidnei Paciornik⁷*

Abstract

This work is the first part of two to study the composite obtained by carrying out an spontaneous infiltration of an eutectic (3,9%C) nodular iron in a preform made with three aluminium oxide granulometries (#12, #16 and #42), in three different pouring temperatures (1403°C, 1299°C e 1250°C). The preforms compression tests results were processed by factorial analysis and showed a greater influence of the sodium silicate amount and the curing time over the aluminium oxide granulometry.

The matrix microstructure was affected by the ceramic grains. This was characterized by the presence of lamellar graphite instead of the expected nodules in an extension between 10µm and 60µm from the border of the composite.

This first part is the basis for the development of a mathematical model to predict the maximum infiltration of the ferrous melt through the ceramic phase.

Key-words: Composites; Nodular iron; Aluminium oxide; Foundry.

⁵ DSc pelo Imperial College (UK), Professor do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio

⁶ DSc pela PUC-Rio, Coordenador e Professor da Universidade do Sul de Santa Catarina – UNISUL

⁷ DSc pela PUC-Rio, Professor do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio