

## Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Estudo do comportamento mecânico em tração do cobre eletrolítico C11000 ensaiados em alta temperatura

Bolsista: Luan Bezerra Silva

Orientador(a): Sheila Medeiros de Carvalho

Período a que se refere o relatório: Agosto de 2014 a julho de 2015

### Resumo

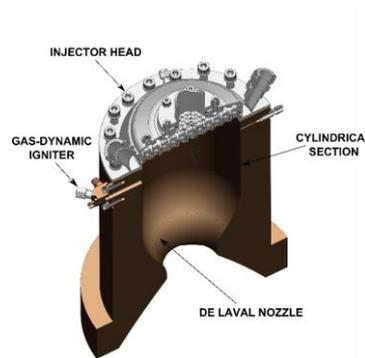
O presente trabalho visa estudar o comportamento mecânico do cobre eletrolítico C11000 e da liga de cobre cromo C18200. Esses dois materiais são objetos de estudos da equipe técnica que está desenvolvendo a câmara de combustão do motor foguete propelente líquido L75. Atualmente, não há disponível na literatura informações sobre o comportamento mecânico desses materiais em altas temperaturas. A fim de suprir essa necessidade, foram realizados ensaios de tração a quente, no intervalo de temperatura de 27 a 500°C. Adicionalmente, foram realizados ensaios de dureza Vickers e metalografia para avaliar a capacidade do material em resistir mecanicamente em altas temperaturas. Os resultados obtidos demonstraram que o cobre eletrolítico sofre amolecimento a partir de 400°C e que o cobre cromo, apesar de apresentar elevada resistência mecânica quando comparado com o cobre eletrolítico C11000, é um material frágil.

### 1. Introdução

Ao que tange o âmbito tecnológico, novos materiais, processos e produtos são continuamente estudados e implantados em diversas aplicações. Isto causa impacto evidente no processo produtivo, na economia e na proteção ao meio ambiente.

No contexto aeroespacial e militar, a necessidade de inovação viabilizou o surgimento do projeto do Motor Foguete a Propelente Líquido L75 (MFPL 75), pelo Instituto de Aeronáutica e Espaço [1]. Um dos componentes necessários do MFPL 75 é a sistema de

combustão, Figura 1. Dentre os principais componentes apresentados na Figura 1, a câmara de combustão é de particular interesse, no que tange ao projeto e nos processos de fabricação. Nela ocorre a queima do propelente produzindo gases que podem atingir temperaturas da ordem de 3.300 °C.



**Figura 1.** Modelo esquemático do sistema de combustão do MFPL 75.

A seleção de um material adequado para a câmara capacitiva é vital para não comprometer a aplicabilidade do componente. No processo de seleção de materiais para uso na câmara capacitiva deve-se considerar uma relação de propriedades mecânicas, térmicas e custo. Essencialmente, a análise do comportamento mecânico em tração em altas temperaturas, bem como o comportamento físico do material [2] formam a base para a escolha do material. Estudos anteriores abordam o uso do cobre eletrolítico C11000 e a liga cobre cromo C18200, materiais que possuem boa resistência mecânica e alta condutividade térmica.

Carreker e colaboradores [3] obtiveram amostras de cobre (99,999%) com tamanho médio de grãos diferentes (0,012; 0,015; 0,030; 0,045 e 0,090 mm.), variando as temperaturas de recozimento de 250, 350, 550, 750 e 950°C, respectivamente. Os autores observaram que nos ensaios de tração em baixas temperaturas, a tensão máxima é mais dependente do tamanho de grão.

O efeito da temperatura no limite de resistência à tração da liga cobre cromo (1% peso) foi estudado também por Ghica e Colaboradores [4]. As amostras foram primeiramente solubilizadas a 1000°C por 3 horas e, posteriormente, envelhecidas a 475°C por 4 horas. Os autores observaram que a tensão máxima a 300°C diminuiu 25 % em relação à tensão máxima à temperatura ambiente, devido ao crescimento dos grãos.

Verifica-se então, que o uso do cobre como material para fabricação do motor foguete necessita de estudos detalhados sobre o seu comportamento mecânico em altas temperaturas. Este foi o objetivo do presente estudo.

## 2. Material e métodos

Os materiais utilizados no presente trabalho foram o cobre eletrolítico C11000 e a liga de cobre cromo C18200, adquiridas da empresa ARTISA Metais na forma de barras de 19,05 mm de diâmetro (3/4 polegadas). O cobre eletrolítico possui 99,92% de pureza (composição nominal). A Tabela 1 apresenta a composição química nominal do Cobre Cromo C18200. A Tabela 2 apresenta os dados de microdureza Vickers do cobre eletrolítico C11000 e do cobre cromo C18200 como recebido.

**Tabela 1.** Composição química do cobre cromo C18200 (% peso)

<b>Cu</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>	<b>Sn</b>	<b>P</b>	<b>Al</b>	<b>Fe</b>	<b>Zn</b>	<b>Zr</b>	<b>Cr</b>	<b>Si</b>
99,139	0,005	0,005	0,005	0,007	0,008	0,02	0,032	0,072	0,704	0,003

**Tabela 2.** Valores médios e desvio padrão de microdureza Vickers (carga 50 gf / 9s)

<b>Material</b>	<b>Microdureza Vickers (HV)</b>
C11000	119±2
C18200	180±7

A preparação metalográfica das amostras foi realizada no Instituto de Estudos Avançados (IEAv). Essa etapa consistiu em:

- Embutimento da amostra em baquelite na embutidora Arotec modelo PRE-30.
- Desbaste utilizando as lixas na seqüência granulométrica de 100, 200, 400, 600 e 1200 µm. O equipamento utilizado foi uma politriz AROTEC/APL-4. A rotação utilizada no lixamento foi de 300 RPM.
- Polimento mecânico e manual com panos circulares auto-adesivos Arotec modelo Supra, umedecidos com sílica coloidal em suspensão (OPS).
- Enxágüe com água destilada e álcool etílico.
- Secagem com jato de ar comprimido.
- Ataque químico com uma solução adequada para revelar a microestrutura. A solução usada para o Cobre Eletrolítico foi o reagente Klemm's e para o Cobre Cromo foi uma

solução de  $\text{CrO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$  com gotejamento de  $\text{HCl}$ . A imersão foi rápida, em torno de 5 segundos.

- Identificação dos corpos de prova.

As medidas de dureza foram obtidas por meio de um microdurômetro digital na escala Vickers (*Microhardnesstester FM700, da Future Tech*). A carga aplicada foi de 50 gf e o tempo de aplicação da mesma foi de 9s. Para cada corpo de prova foram feitas 4 medidas no centro do corpo de prova, sob espaçamento mínimo de 4 vezes a diagonal média da impressão.

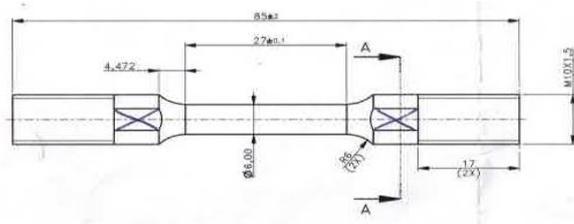
A microscopia óptica foi feita no Departamento de Materiais (DEMAR) da Escola de Engenharia de Lorena (EEL/USP). O microscópio utilizado foi o Axiovert 200. Os ensaios de tração a quente foram realizados na Divisão de Materiais (AMR). Foi utilizada uma máquina Universal de Ensaio Instron, modelo 3382. A taxa de deformação utilizada no ensaio foi de 0,135 mm/min, segundo o item 9.6.2 da norma E 21-09 [5]. O forno utilizado para aquecimento dos corpos de prova foi o forno Instron, modelo SF-16 2230. A Figura 2 mostra o corpo de prova acoplado à máquina de ensaio de tração.



**Figura 2.** Preparação para o ensaio a quente do cobre eletrolítico

Os corpos de prova de cobre eletrolítico foram ensaiados a 27 °C, 100 °C, 200 °C, 250 °C, 300 °C, 350 °C, 400 °C, 450 °C e 500 °C. Os corpos de prova de cobre cromo C18200 foram ensaiados a 27 °C, 100 °C, 300 °C e 500°C. Foram ensaiados 4 corpos de prova em cada temperatura, para o cobre eletrolítico e dois corpos de prova em cada temperatura para o cobre C18200. Totalizando 44 corpos de prova ensaiados e aproximadamente 2 meses de utilização da máquina de ensaio Instron da Divisão de Materiais do IAE (AMR/IAE). Os

corpos de prova de tração foram elaborados de acordo com a norma ASTM E8/E8m [6], vide Figura 3.



**Figura 3.** Desenho esquemático dos corpos de prova de tração

Como o ensaio foi realizado fora da temperatura ambiente, o processo de aquecimento e resfriamento do forno somente viabilizava o ensaio de um corpo de prova por dia. Após o forno atingir a temperatura estabelecida, o forno permaneceu 20 minutos no patamar de aquecimento. O resfriamento do corpo de prova até a temperatura ambiente foi realizado no forno.

Os ensaios de tração a quente possibilitaram investigar os limites elástico, as tensões máximas, e as deformações, em função das temperaturas de ensaio. O limite elástico foi calculado pelo método do limite elástico aparente de Jonhson [7], em substituição ao limite de escoamento a 0,5% da deformação do material [7]. Não foi usado extensômetro para medir a deformação do corpo de prova, pois o sistema de aquecimento do corpo de prova não permitia a utilização desse aparato. Sendo assim, a deformação foi calculado utilizando o alongamento fornecido pelo software da máquina de ensaios de tração.

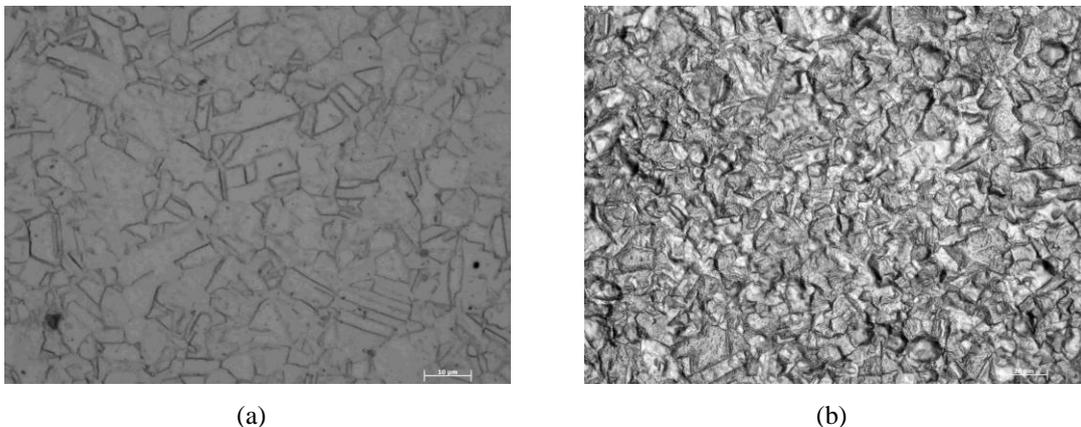
O procedimento do ensaio de tração a quente seguiu a sequência listada abaixo:

- Aplicação de leite de magnésia na borda do corpo de prova e na garra da haste, para evitar fusão do cobre.
- Posicionamento das hastes na maquina universal.
- Adaptação da haste na máquina com uma pré-carga de 30N.
- Posicionamento do forno e aplicação de um isolante de óxido de sílica nas aberturas do forno.
- Funcionamento do controlador de temperatura, e aquecimento até a temperatura desejada.

- Após o forno atingir a temperatura de ensaio, os corpos de prova permaneceram 20 minutos nesse patamar, em seguida iniciou-se o ensaio de tração.

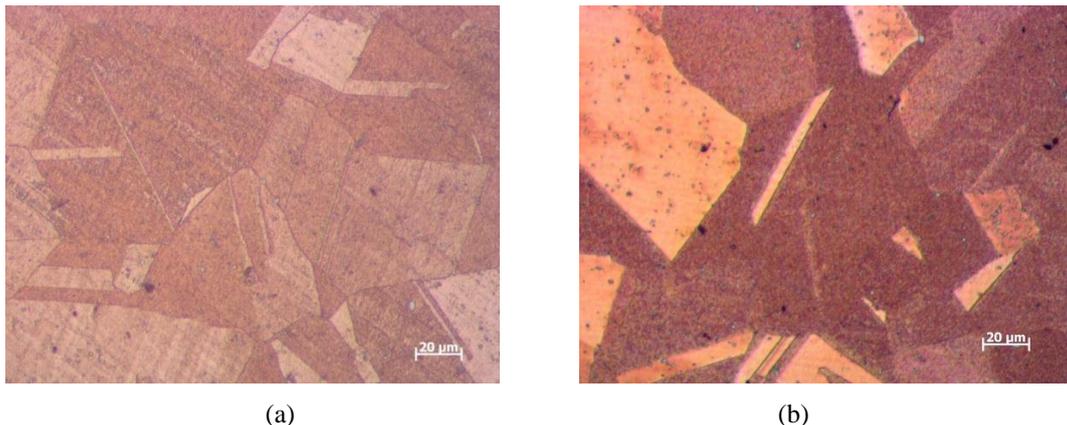
### 3. Resultados

A Figura 4 apresenta as micrografias do cobre eletrolítico C11000 ensaiado nas temperaturas de 27 e 300°C, respectivamente. Os grãos observados à temperatura ambiente apresentam maclação, que o principal mecanismo de deformação plástica dos grãos de cobre puro. O fenômeno de recristalização foi observado na Figura 4b, devido à diferença nos tamanho dos grãos e no seu formato, quando comparado com a Figura 4a. O fenômeno de recristalização para esta amostra começou em temperaturas mais baixas que as encontrada na literatura ( $T \sim 0,4T_f$ ) [8].



**Figuras 4.** Micrografia do cobre eletrolítico C 11000 ensaiadas em tração: a) 27 °C; b) 300°C.

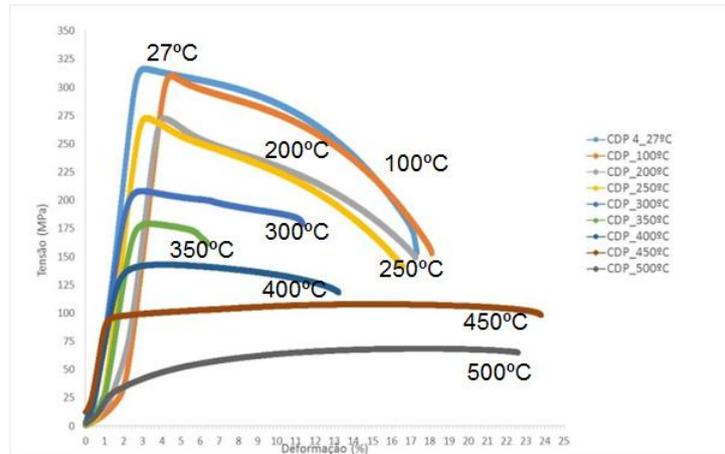
A Figura 5 apresenta as micrografias das amostras de Cobre Cromo C18200 ensaiadas a 27 e 300 °C. Não foram observadas diferenças microestruturais significativas entre as micrografias da Figura 5(a) e (b), diferentemente das análises do cobre puro. Neste caso, a presença de precipitados impede a movimentação dos contornos de baixo ângulo, diminuindo o efeito da temperatura sobre a recristalização.



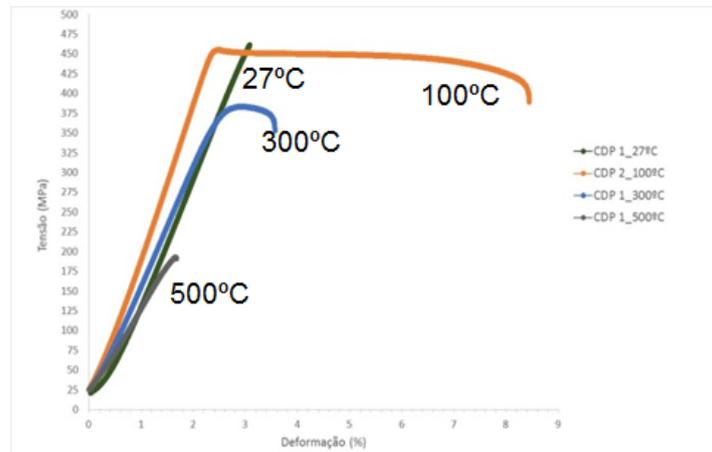
**Figura 5.** Micrografia do cobre cromo C18200 ensaiadas em tração: a) 27 °C; b) 300°C.

A Figura 6 apresenta os resultados obtidos dos ensaios de tração a quente para o cobre eletrolítico C11000. Observa-se na Figura 6 que à medida que a temperatura aumenta, há uma diminuição no limite de resistência do material, também para temperaturas acima de 250°C, a forma da curva tração-deformação é alterada, não apresentando mais o ponto de inflexão. A temperatura de 350°C se mostra como um ponto de fragilidade, com baixa ductilidade, devido ao fim do processo de recristalização. A partir da temperatura de 400°C, o cobre eletrolítico C11000 apresenta o fenômeno de amolecimento, o que está diretamente ligado ao crescimento de grão do material.

A Figura 7 apresentam os resultados obtidos dos ensaios de tração a quente para o cobre cromo C18200. Observa-se na Figura 7 que à medida que a temperatura aumenta, há uma diminuição no limite de resistência do material. O comportamento mecânico das amostras de cobre cromo se explica pelos seguintes fatos: O material ensaiado à temperatura ambiente apresenta-se muito encruado, devido ao processo de fabricação. Quanto o ensaio é realizado a 100 °C existe a relaxação das tensões e a ductilidade aumenta. Aumentando a temperatura, nota-se uma fragilidade devido à precipitação do cromo. O que aumenta com o aumento da temperatura.



**Figura 6.** Comportamento mecânico do cobre eletrolítico C11000 sob diferentes temperaturas.



**Figura 7.** Comportamento mecânico do cobre cromo C18200 sob diferentes temperaturas.

As Tabelas 3 e 4 apresentam um resumo das propriedades mecânicas obtidas nos ensaios de tração a quente do cobre eletrolítico C11000 e do cobre cromo C18200, respectivamente. Pela análise dos dados das Tabelas 3 e 4, nota-se que a tensão de escoamento está próxima da tensão máxima. Isto é devido à estricção do material acontecer logo nos primeiros estágios da deformação plástica.

**Tabela 3. Propriedades mecânicas em tração do cobre eletrolítico C11000.**

Temperatura °C	Tensão de Escoamento (MPa)	Tensão Máxima (MPa)	Deformação (%)
27	303	317	17
100	294	306	18
200	262	283	17
250	260	260	20

300	190	217	13
350	168	180	6
400	120	143	13
450	90	106	24
500	23	69	23

Tabela 4. Propriedades mecânicas em tração do cobre cromo C18200.

Temperatura °C	Tensão de Escoamento (MPa)	Tensão Máxima (MPa)	Deformação (%)
27	451	461	3.1
100	453	465	9.5
300	356	376	3.6
500	183	184	1.8

As Figuras 8 a 10 apresentam uma comparação entre os resultados das amostras de cobre eletrolítico C11000 e da liga de cobre cromo C18200. Observou-se nas Figuras 8 e 9, que à medida que a temperatura de ensaio aumenta, a tensão máxima e a tensão de escoamento para ambos os materiais decrescem linearmente com a temperatura. Verifica-se na Figura 10 que, para as mesmas temperaturas de ensaio, o cobre eletrolítico C11000 apresenta uma maior ductilidade em relação ao cobre cromo C18200. A ação dos precipitados na liga cobre cromo diminui a mobilidade das discordâncias, portanto diminui a deformação plástica.

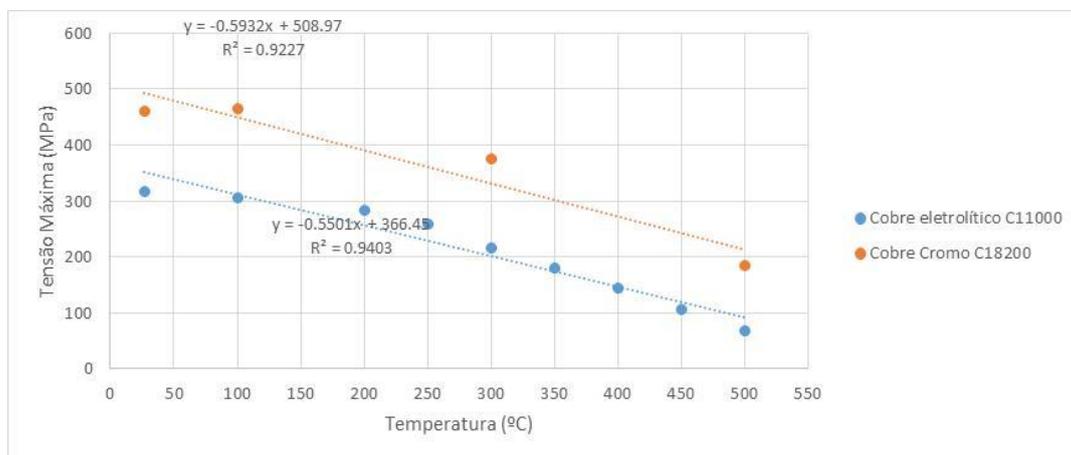
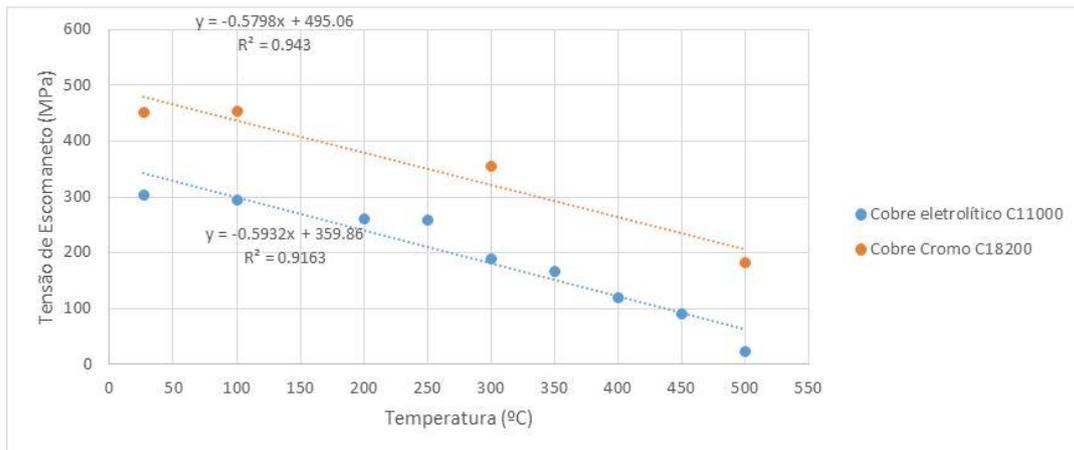
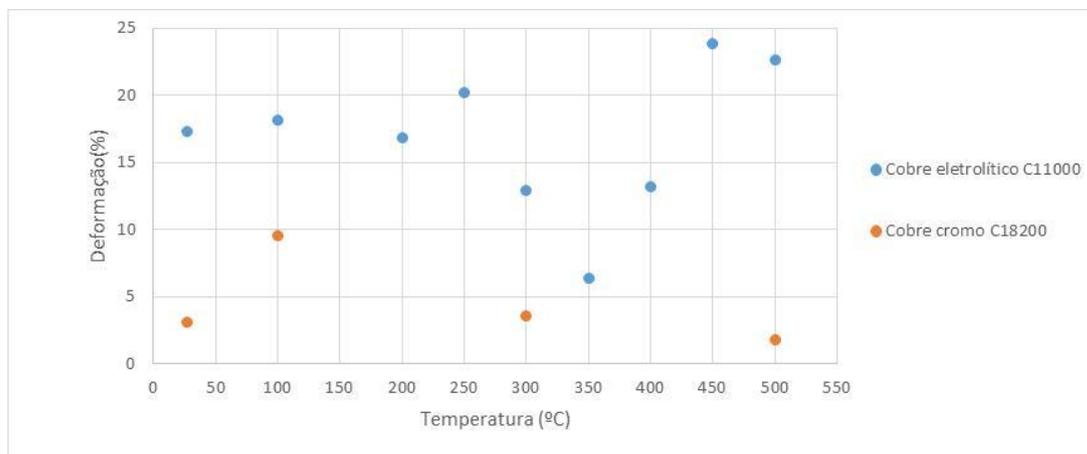


Figura 8. Comparação entre a tensão máxima do cobre eletrolítico C11000 e do cobre cromo C18200 em diferentes temperaturas.



**Figura 9.** Comparação entre a tensão de escoamento do cobre eletrolítico C11000 e do cobre cromo C18200 em diferentes temperaturas.



**Figura 10.** Comparação entre a deformação do cobre eletrolítico C11000 e do cobre cromo C18200 em diferentes temperaturas.

A relação de redução da estricção dos corpos de prova sob cada temperatura está apresentada abaixo.

Tabela 5. **Redução da estricção após ensaio do Cobre eletrolítico C11000.**

Temperatura °C	Redução (%)
27	84,33
100	83,98
200	76,93
250	77,83
300	32,94
350	38,47
400	31,89
450	28,06
500	27,67

Tabela 6. **Redução da estrição após ensaio do Cobre cromo C18200.**

<b>Temperatura °C</b>	<b>Redução (%)</b>
27	26,33
100	21,22
300	0,83
500	3,28

#### 4. Conclusões

Com este estudo foi possível obter as seguintes conclusões:

- A dureza do Cobre eletrolítico C11000 é 33 % inferior à dureza do cobre cromo C18200 a temperatura ambiente.
- A resistência mecânica do cobre eletrolítico C11000 e do cobre cromo C18200 diminuem com o aumento da temperatura.
- A partir de 400°C o cobre eletrolítico C11000 apresenta amolecimento do material, devido ao crescimento de grão do material.
- Apesar do cobre cromo C18200 apresenta elevada resistência mecânica quando comparado ao cobre eletrolítico C11000, o cobre cromo apresenta baixa ductilidade (exceto a temperatura de 100°C), resultando em um material frágil.

#### 5. Divulgação dos Resultados

Os resultados da presente pesquisa serão divulgados em uma apresentação Oral no 15º ENEMET, que compõe a ABM Week, que será realizado no período de 17 a 20 de Agosto de 2015, no Rio de Janeiro.

#### Referências

- 1 ALMEIDA, J. da E. **Motor Foguete a Propelente Líquido L75**. Seminário de Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento, São José dos Campos, 2012.

- 2 GAHUN, G. G., 1989, “**Construction and design of Liquid Rocket Engines**”, (in Russian), Moscow, Mashinostroenie Press, 424p.
- 3 R. P. CARREKER, Jr. and W. R. HIBBARD, Jr. **Tensile deformation of High-Purity Copper as a function of temperature, strain rate e grain size**. ACTA METALLURGICA, Vol. 1, Nov. 1953, p. 654-663.
- 4 Ghica G.B. and Buzatu M. **Tensile strength of Cu-Cr alloy at elevated temperature**. P.B. Sci. Bull., Series B, Vol. 70, No. 1, 2008, p. 55-60.
- 5 ASTM – AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E21–09**. Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials. 2014.
- 6 ASTM – AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E8/E8M**. **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**. 2013.
- 7 Souza, S. A. Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos. Fundamentos teóricos e práticos. 2<sup>a</sup> ed. São Paulo. Edgard Blucher, 1982.
- 8 A. F. Padilha, F. Siliciano Junior. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. ABM, 3<sup>a</sup> Ed., 2005, p. 31.
- 9 M. Scapin, L. Peroni and C. Fichera. **Investigation of dynamic behaviour of copper at high temperature**. Materials at High Temperatures, Vol. 31, No. 2, 2014, p. 131-140.
- 10 W. Gao, A. Belyakov, H. Miura, T. Sakai. **Dynamic recrystallization of copper polycrystals with different purities**. Materials Science and Engineering, A265, 1999, p. 233–239.
- 11 U. R. Andrade, M. A. Meyers, and A. H. Chokshi. **Constitutive description of work- and shock-hardened Copper**. Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 30, No. 7, 1994, p. 993-938.
- 12 ASM Speciality Handbook. **Copper and copper alloys**. 2001. III series, p. 477.