



**AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO**

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E
TRATAMENTOS TÉRMICOS DE MATERIAL COMPÓSITO
Al/SiC OBTIDO POR CONFORMAÇÃO POR “SPRAY”**

EDSON GARCIA GOMES

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de Mestre em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear - Materiais.**

**Orientador:
Dr. Jesualdo Luiz Rossi**

**São Paulo
1998**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Autarquia associada à Universidade de São Paulo

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E TRATAMENTOS
TÉRMICOS DE MATERIAL COMPÓSITO Al/SiC OBTIDO POR CONFORMAÇÃO
POR “SPRAY”

EDSON GARCIA GOMES

Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do grau de Mestre
em Ciências na Área de Tecnologia
Nuclear - Materiais.

Orientador: Dr. Jesualdo Luiz Rossi

SÃO PAULO

1998



À minha mãe, pelo carinho e compreensão.
À memória de meu sobrinho *Denis*, sempre presente.

AGRADECIMENTOS

Ao Dr. Jesualdo Luiz Rossi, pelo apoio, orientação e incentivo durante a execução deste trabalho.

À Peak-Alemanha pelo fornecimento do material, sem o qual este trabalho não seria possível.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pelo apoio financeiro durante parte do trabalho.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais do IPEN e ao Centro de Processamento de Pós Metálicos e Cerâmicos (CPP), pela oportunidade de pesquisa e pelas facilidades.

Ao Dr. Pedro K. Kiohara, chefe do Departamento de Microscopia Eletrônica do Instituto de Física-USP, e a Simone Perche de Toledo, pela assistência nas seções de microscopia eletrônica de transmissão.

À Biblioteca do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica USP, em particular à Sra. Clélia Meguerditchan e Cláudia F. de Lima, pela colaboração na pesquisa bibliográfica.

À Marcia Ribeiro do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica-USP, pelas dicas na preparação metalográfica de amostras.

Ao Eliel Domingos de Oliveira pelos serviços de ensaios mecânicos.

Ao Nildemar A.M. Ferreira, pela colaboração na preparação das amostras para análise em microscopia eletrônica de transmissão.

Aos amigos Hamilta O. Santos, Edson S. J. Filho, Edilson R. B. Jesus, Ivana Kubacovik e Fabio Luis Bellocchio pelo apoio e incentivo no decorrer do trabalho.

À todas as pessoas que direta ou indiretamente colaboraram para a execução deste trabalho.

*CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E TRATAMENTOS TÉRMICOS
DE MATERIAL COMPÓSITO Al/SiC OBTIDO POR CONFORMAÇÃO POR "SPRAY"*

EDSON GARCIA GOMES

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi caracterizar a microestrutura e as propriedades mecânicas de material compósito de matriz metálica, antes e após tratamentos térmicos. O material compósito foi produzido por conformação por "spray" em liga de alumínio AA7475 reforçada com partículas de carboneto de silício (fração volumétrica de 20 %). Após a conformação por "spray" o material foi extrudado a quente na forma de perfil redondo. A microestrutura do material foi analisada nas condições como recebido e tratado termicamente (solubilização, envelhecimento e superenvelhecimento) por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão, com ênfase nesta última técnica. Foram realizados também ensaios de tração e de dureza Brinell no material como recebido e tratado termicamente. Foi observada através de microscopia eletrônica de transmissão, uma alta densidade de discordância na matriz do compósito como recebido e também nos tratados termicamente. Verificou-se que a temperatura de solubilização utilizada (520 °C por duas horas), não foi suficiente para a homogeneização da microestrutura da matriz. Constatou-se que uma temperatura mais elevada (570 °C por duas horas) foi suficiente para a dissolução da maioria dos precipitados presentes. Observou-se por microscopia eletrônica de varredura, que houve uma extensa precipitação da fase Mg_2Si na interface matriz de alumínio / reforços de SiC, provavelmente em consequência de segregação de Mg da matriz para a interface durante os tratamentos térmicos. A dureza máxima foi atingida somente na condição de tratamento térmico (150 °C por dez horas). Isto mostrou que a cinética de precipitação foi lenta em comparação a outros trabalhos em materiais compósitos produzidos por outras técnicas e também em comparação a ligas monolíticas, em condições de tratamentos térmicos semelhantes.

*MICROSTRUCTURAL, MECHANICAL CHARACTERIZATION AND HEAT
TREATMENTS OF COMPOSITE MATERIAL Al/SiC OBTAINED BY SPRAY FORMING*

EDSON GARCIA GOMES

ABSTRACT

The aim of this investigation was to characterize the microstructure and the mechanical properties of as received and heat treated metal matrix composites. The composite material was produced by spray forming an AA7475 aluminium alloy and co-depositing silicon carbide particles (20 % volume fraction). The material was hot extruded into round bars after spray forming. The microstructure was examined in the as received and heat treated (annealed, aged and overaged) conditions by optical microscopy, scanning electron microscopy and transmission electron microscopy. Emphasis was given to the latter technique. Tensile tests and Brinell hardness measurements were performed on the material in the as received and heat treated conditions. Transmission electron microscopy revealed a high dislocation density in the aluminium matrix, both in the as received and heat treated material. Annealing at 520 °C for two hours was ineffective for homogenizing the matrix microstructure. At higher annealing temperature (570 °C for two hours) most of the precipitates dissolved. Scanning electron microscopy revealed an extensive Mg_2Si phase precipitation at the Al/SiC interface due probably to Mg segregation from the matrix to the interface, during heat treatments. The peak hardness was achieved only after aging at 150 °C for ten hours. These observations indicated that the precipitation kinetics was slower, compared to those reported elsewhere in metal matrix composites produced by other techniques and in similarly heat treated to monolithic materials.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA

AGRADECIMENTOS

RESUMO

ABSTRACT

I - INTRODUÇÃO	1
II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
II.1 - Definição de compósitos	3
II.2 - Compósito de matriz metálica (CMM)	4
II.3 - Compósitos Al/SiC	6
II.4 - Processos de produção	8
II.4.1 - Algumas rotas tradicionais dos CMM	9
II.4.2 - O processo Osprey	10
II.5 - O processo Osprey para ligas de alumínio e compósitos de matriz metálica	17
II.6 - Mecanismos de endurecimento	18
II.7 - Cinética de precipitação em ligas de alumínio e em compósitos Al/SiC	19
II.8 - Tensões térmicas e densidade de discordâncias	22
II.9 - Interface	24
II.10 - Propriedades mecânicas dos compósitos de matriz metálica	25
II.11 - Aplicações dos compósitos Al/SiC	28
III - MATERIAL E MÉTODOS	29
III.1 - Material	29
III.2 - Métodos	29
III.2.1 - Técnicas experimentais utilizadas	29
III.2.2 - Determinação da fração volumétrica das partículas de SiC	29

III.2.3 - Medida de tamanho de grão	31
III.2.4 - Preparação metalográfica para o MO e para o MEV	31
III.2.5 - Preparação de lâminas finas para o MET	31
III.2.6 - Determinação da densidade de discordâncias	32
III.2.7 - Tratamentos térmicos	32
III.2.8 - Propriedades mecânicas	33
IV - RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
IV.1 - Densidade	35
IV.2 - Análise por microscopia óptica	35
IV.3 - Análise por microscopia eletrônica de transmissão	43
IV.4 - Análise por microscopia eletrônica de varredura	72
IV.5 - Propriedades mecânicas	81
IV.5.1 - Dureza Brinell	82
IV.5.2 - Resistência mecânica	85
IV.5.3 - Fractografia	88
V - CONCLUSÕES	93
Sugestões para trabalhos futuros	95
VI - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	96

I - INTRODUÇÃO

O aumento da competição em geral e da capacidade de serem elaborados projetos cada vez mais sofisticados têm levado o conhecimento a novas fronteiras. Estas fronteiras esbarram nas limitações dos materiais disponíveis, o que pode vir a ser a principal barreira no desenvolvimento de novos produtos. O desenvolvimento de novos materiais torna-se, portanto necessário.

Em diversas aplicações são utilizados materiais que possuem elevada razão resistência/massa específica, como materiais alternativos aos tradicionalmente empregados. Os materiais alternativos apresentam demandas efetivas em importantes setores industriais, tais como: eletrônico, nuclear, aeroespacial, petrolífero, químico, siderúrgico, automobilístico e biomédico.

Dentre o vasto número de materiais pesquisados, os compósitos se destacam. Eles têm sido fabricados principalmente com o intuito de melhorar a eficiência estrutural dos materiais convencionais, isto é, otimizar as propriedades tipo resistência mecânica e rigidez.

Embora a obtenção de compósitos de matriz metálica de alumínio reforçados com fibras descontínuas ou por partículas possa ser possível via diversas rotas, como metalurgia do pó ou por infiltração de metal líquido, um método alternativo para a preparação de materiais está sendo desenvolvido e avaliado. O método é baseado no processo Osprey ou conformação por "spray" onde um reforço é injetado num fluxo atomizado de alumínio fundido. Este processo é algumas vezes citado na literatura como co-deposição por "spray". O compósito resultante é obtido na forma de lingotes que podem ser posteriormente retrabalhados.

O material estudado neste trabalho foi compósito Al/SiC produzido por co-deposição do reforço. A liga utilizada como matriz foi a AA7475 (Al-Zn-Mg-Cu) e o reforço é de carboneto de silício particulado.

O material foi caracterizado química e microestruturalmente por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET), nas condições como recebido, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido. Nestas condições também, foram feitas medidas de dureza Brinell e ensaios de tração.

Sempre que possível foi feita uma comparação entre o compósito estudado e dados da literatura com base em outras ligas e materiais compósitos obtidos por diversas rotas.

II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

II.1 - Definição de compósitos

A definição de material compósito é bastante flexível. Este material é caracterizado em geral, por ser heterogêneo contendo pelo menos duas fases distintas, onde uma das fases aparece contínua, sendo então denominada matriz e a outra comumente chamada de reforço, que pode estar na forma de partículas e “whiskers” (1), fibras curtas (2) e fibras contínuas (3) ⁽¹⁾, veja figura 1. Para Hull ⁽²⁾, não há realmente uma definição adequada de material compósito, podendo ser classificado de muitas maneiras. Segundo este autor, um material compósito pode ser obtido pela mistura de materiais separados, de maneira que a dispersão de um material em outro pode ser feita de forma controlada. Com isto, obtém-se propriedades otimizadas, isto é, dois ou mais materiais se combinam para a obtenção de um material com propriedades diferentes dos constituintes.

A opinião de Hull não difere da definição genérica de Chawla ⁽³⁾: “compósito é um material produzido pelo homem, sendo constituído de duas ou mais fases fisicamente e/ou quimicamente distintas, distribuídas ou dispostas convenientemente, com uma interface separando-as. O material é produzido de maneira que se possa controlar a dispersão de um componente em outro com o objetivo de se obter propriedades particulares ou superiores às dos componentes isolados”. Este autor também afirma que a idéia de materiais compósitos não é recente, que existe uma infinidade de compósitos na natureza e que ao lado destes, se desenvolveu principalmente a partir de 1965, intensa pesquisa na área de materiais compósitos não naturais.

Costuma-se classificar os compósitos pelo tipo do material da matriz. Atualmente existem compósitos de todos os tipos e classes de materiais, como: compósitos de matriz polimérica (CMP), compósitos de matriz cerâmica (CMC) e compósitos de matriz metálica (CMM) ⁽¹⁾.

Os reforços utilizados para formar os compósitos podem ser poliméricos, metálicos ou cerâmicos. Em CMP esses reforços podem ser de fibras de carbono, fibras de vidro, fibras e “whiskers” de SiC, fibras de alumínio, fibras de aramida (polímeros, ex. Nylon e Kevlar), fibras de boro, nitreto de silício e fibras de boro. Em compósitos de matriz cerâmica, as fibras cerâmicas longas e curtas de carboneto de silício, alumina e silicatos de boro, dentre outras, são os reforços mais utilizados ⁽⁴⁾.

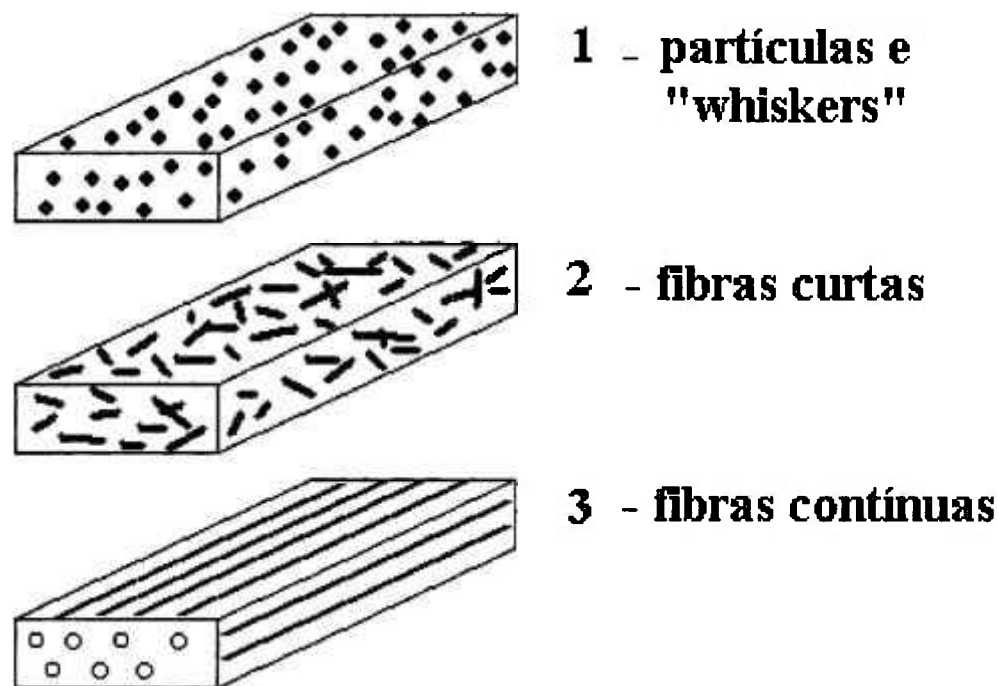


Figura 1 - Geometria dos reforços utilizados nos CMM.

II.2 - Compósito de matriz metálica (CMM)

O compósito de matriz metálica, em geral, consiste de pelo menos dois componentes: um obviamente é a matriz metálica e o segundo componente é o reforço (em geral, um componente intermetálico, um óxido, um carboneto ou um nitrito, podendo também ser um outro metal). A diferença entre os CMM e as ligas de duas ou mais fases vem da forma da obtenção. Na produção do compósito, a matriz e o reforço são misturados juntos, distinguindo das ligas de duas ou mais fases, onde uma segunda fase é formada através de uma reação eutética ou eutectóide. Em outras palavras, o CMM é um material obtido por uma mistura mecânica de fases, o que diferencia da liga convencional obtida por solidificação ou reação no estado sólido como previsto no diagrama de fases ⁽⁵⁾. Isto possibilita a adição de diversos materiais em quaisquer frações volumétricas, formas e tamanhos, com diferentes arranjos espaciais na matriz metálica. Esta grande flexibilidade microestrutural permite projetar um CMM com propriedades desejadas e únicas, lançando-se mão da conjugação das propriedades dos materiais que o compõe ⁽⁶⁾.

O principal fator que motivou o desenvolvimento desses materiais, foi a necessidade de aumentar a eficiência estrutural através da redução da relação propriedade mecânica/peso. Eles podem combinar uma matriz que confere baixa densidade, boa ductibilidade e boa resistência à fratura, enquanto o reforço aumenta o módulo de elasticidade, o limite de escoamento, a resistência mecânica, a resistência ao desgaste e a fadiga. Embora, às vezes às custas de uma redução da tenacidade e ductibilidade do compósito ⁽⁷⁾.

Os reforços podem ser contínuos (fibras longas) e descontínuos (partículas, "whiskers" e fibras curtas). De uma forma geral, os compósitos com reforços contínuos apresentam eficiência de transferência de carga da matriz para o reforço, porém possuem alto custo. Os compósitos com reforços descontínuos possuem baixos custos de processamento e de matérias primas, boas propriedades mecânicas e resistência a abrasão e baixo coeficiente de expansão térmica, possibilitando a conformação mecânica do produto através de processos convencionais como forjamento, extrusão e laminação ^(8,9). Os materiais de reforço que têm sido aplicados em trabalhos de pesquisa e em aplicações específicas, são listados na tabela 1 ⁽⁴⁾.

Em geral, metais puros não são usados como matriz e sim uma liga. Inúmeros metais e suas ligas tem sido usados como matriz, por exemplo Al, Cu, Fe, Mg, Ti e Pb. Quase todos os sistemas de ligas estruturais podem ser usados como materiais de matriz em CMM, mas as mais usadas são Al, Mg e Ti ⁽¹⁰⁾.

Tabela 1 - Tipos de reforços e matrizes mais comuns nos CMM.

REFORÇO	FORMA	MATRIZ
Alumina	fibras contínuas e descontínuas	Al, Mg
Carboneto de Silício	fibras contínuas, "whiskers", partículas	Al, Mg, Ti, Cu
Boro	fibras contínuas	Al, Ti (fibras recobertas)
Carboneto de Boro	partículas	Al, Mg, Cu
Grafite	fibras contínuas	Al, Mg, Cu
Carboneto de Titânio	partículas	Ti, Cu
Nióbio-Titânio	fios	Cu
Tungstênio	fios	Superligas

II.3 - Compósitos Al/SiC

Os compósitos com matriz de alumínio e reforço de partículas de carboneto de silício (Al/SiC) vem sendo amplamente estudados, produzidos e comercializados. Isto devido a possibilidade de serem obtidos com materiais e técnicas de fabricação acessíveis e devido também ao seu baixo custo e boas propriedades ⁽¹¹⁾.

Os compósitos de matriz metálica (CMM), especificamente os de Al e suas ligas, hoje representam a grande maioria do mercado de compósitos de matriz metálica. As ligas de alumínio possuem, além do metal base, muitos outros elementos, considerados como componentes de liga ou como impurezas. Os principais elementos de liga são o cobre, silício, magnésio, zinco e manganês, que determinam as características principais da liga. Adições de cromo, níquel, vanádio, boro, prata, chumbo, bismuto, zircônio e lítio conferem propriedades especiais às ligas básicas, como resistência à corrosão sob tensão, controle de recristalização ou usinabilidade. Outros elementos, como ferro, titânio, sódio, estrôncio e antimônio são considerados impurezas cuja presença deve ser controlada. Dependendo do grupo de ligas, um elemento que é considerado benéfico em uma liga poderá ser deletério em outra e vice-versa ⁽¹²⁾.

Vários tipos de Al tem sido utilizados como matriz de compósitos Al/SiC. Desde o alumínio comercialmente puro (AA1100) até ligas de alta resistência obtidas por solidificação rápida tipo Al-Fe-Si (AA8009), têm sido usadas. As ligas mais utilizadas são Al-Cu-Mg (AA2014), Al-Mg-Si (AA6061), Al-Si-Mg (A356) e Al-Zn-Mg-Cu (AA7075) ^(13,14).

A adição de partículas de reforço às ligas de alumínio, com a finalidade de se obter compósitos de matriz metálica, veio ampliar sua aplicabilidade, permitindo a utilização em componentes submetidos a níveis de tensão mais elevados e em altas temperaturas homólogas ⁽¹⁵⁾. Algumas características físicas que devem ser levadas em consideração na escolha do reforço são: módulo de elasticidade, resistência à tração, massa específica, ponto de fusão, estabilidade térmica, compatibilidade físico-química com a matriz, coeficiente de expansão térmica, tamanho, forma e superfície ⁽¹⁶⁾.

Os reforços mais utilizados nos CMM são de material cerâmico. Estes reforços possuem alta dureza e baixa tenacidade à fratura. As características finais do material compósito dependem da fração volumétrica do reforço e da matriz metálica. Em geral, frações volumétricas convenientes possibilitam obter materiais compósitos com características mecânicas intermediárias às do reforço e da matriz ⁽¹⁷⁾.

Dentre os reforços cerâmicos utilizados em compósitos com matriz de Al, o carboneto de silício (SiC) possui excelente compatibilidade com a matriz, constituindo interfaces matriz/reforço com boa resistência. A importância desse aspecto se deve ao fato da interface ser a região onde ocorre a transferência de carga e geração de discordância durante o processamento^(18,19). Tem sido observado boa ligação na interface entre SiC e matriz de Al, aparentemente sem a formação de intermetálicos⁽²⁰⁾.

As partículas de SiC atuam de diferentes formas sobre a microestrutura. Durante o resfriamento do material, nas etapas de sinterização ou conformação e tratamento térmico, a densidade de discordância é aumentada como resultado da diferença entre o coeficiente de expansão térmica (CET) do Al e do SiC, como será visto mais adiante^(21,22).

O efeito reforçador das partículas finas tipo “whiskers” de SiC é o resultado da resistência ao movimento de discordância, semelhante ao endurecimento por precipitação e do aumento da densidade de discordância na matriz de alumínio. A resistência mecânica dos compósitos Al/SiC está diretamente relacionada com a resistência da liga na matriz e com a fração volumétrica do reforço, enquanto que a ductibilidade varia inversamente com esses fatores. Além disso, a redução do tamanho de partículas de SiC aumenta proporcionalmente o nível de resistência mecânica e o limite de escoamento do compósito⁽²³⁾. A tabela 2 exibe algumas propriedades mecânicas e físicas do SiC⁽⁶⁾.

Tabela 2 - Propriedades mecânicas e físicas do SiC

ρ	CET	E	LR	dureza	cond. térm.	Tf
(g/cm ³)	(10 ⁻⁶ °C ⁻¹)	(GPa)	(MPa)	Knoop	(W / m.k)	(°C)
3,22	5,2	410	3500	2500	100	>2815

Onde ρ é a densidade, CET é o coeficiente de expansão térmica linear, E é o módulo de elasticidade, L.R. é o limite de resistência, cond. ter. é a condutividade térmica e Tf é a temperatura de fusão.

II.4 - Processos de produção dos CMM

Existem vários processos de produção de materiais compósitos de matriz metálica, vide figura 2. Os processos que se destacam são aqueles que envolvem metalurgia líquida ("compocasting", "squeeze casting", fundição convencional, infiltração, etc), via metalurgia do pó e por conformação por "spray" (processo Osprey)⁽²⁴⁾. Existem muitas variações de processos que muitas vezes os tornam complementares. Classifica-se também o processo de produção de acordo com o estado em que se encontra a matriz do compósito a ser obtido, ou seja, o conjunto de processos de produção de compósitos pode ser agrupado em função do estado (sólido, líquido ou semi-sólido)⁽²⁶⁾.

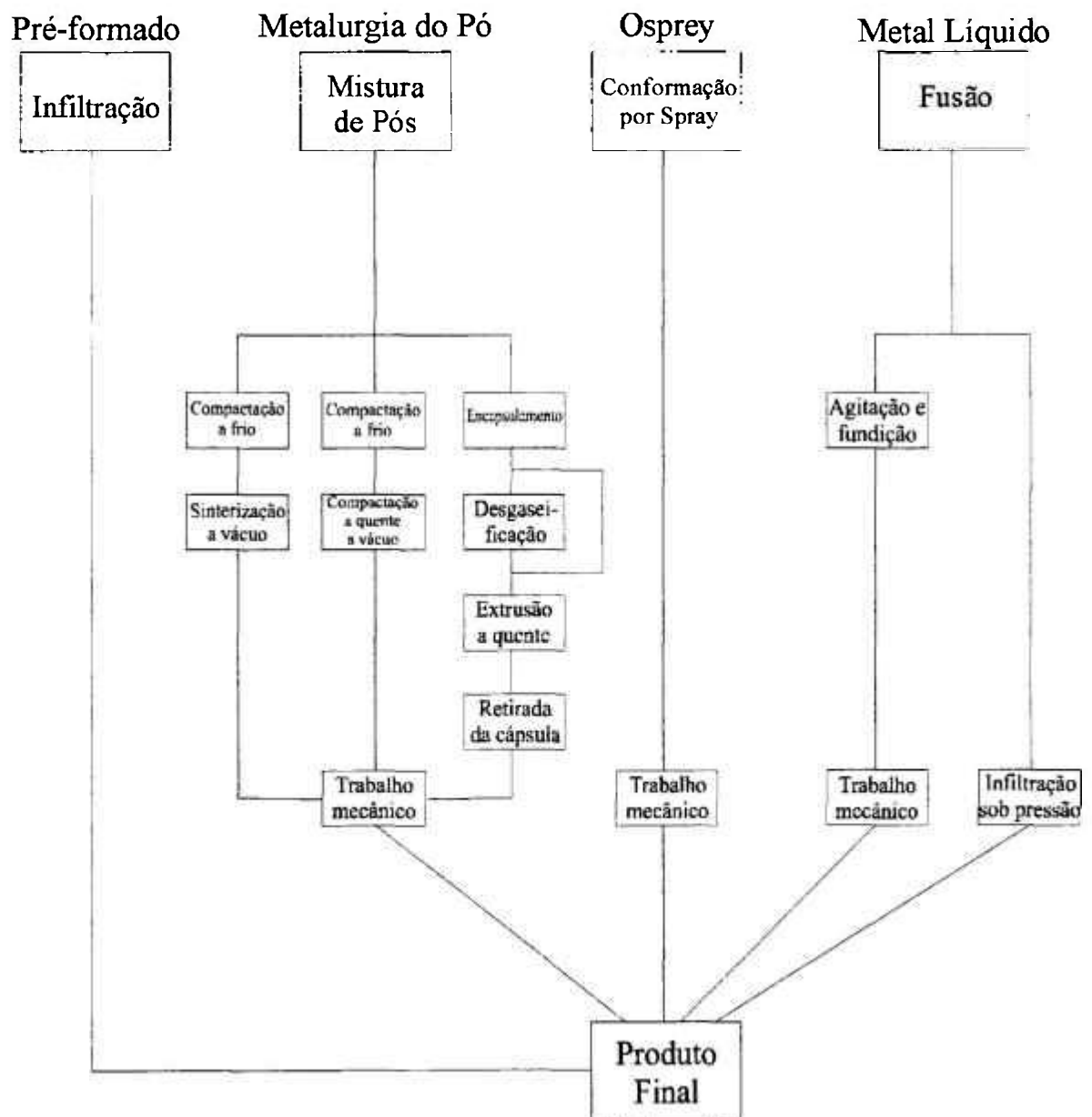


Figura 2 - Possíveis rotas de fabricação dos CMM.

II.4.1 - Algumas rotas tradicionais de produção de CMM

II.4.1.1 - Via metalurgia do pó (M/P)

Este processo envolve custos relativamente altos, consistindo na mistura da matriz no estado sólido (pós) com o reforço cerâmico, em seguida há a compactação, podendo-se fazer a desgaseificação seguida de extrusão a quente. Pode-se obter produtos de alto desempenho, com microestruturas livres de porosidades e boas propriedades mecânicas. Este processo oferece grande flexibilidade em termos de tamanho e fração das partículas de reforço cerâmicos. Entretanto, pequenas partículas de óxidos de Al da superfície dos pós atomizados são inevitavelmente introduzidos dentro do material ^(24,26).

II.4.1.2 - Via metal líquido (M/L)

Nos processos via metal líquido a matriz se apresenta no estado líquido ou semi-sólido. Estes processos são aplicáveis à maioria das ligas metálicas de médio ponto de fusão, como as ligas de Al. As técnicas envolvendo o metal líquido incluem a suspensão de reforço em metais líquidos seguido de solidificação, “compocasting” e a infiltração sob pressão.

Os processos de infiltração sob pressão são aplicados aos CMMs reforçados por fibras curtas e partículas e envolve a penetração do material ou liga líquida num arranjo pré-fabricado, por meio de uma pressão ao metal líquido ⁽²⁶⁾. Uma das conclusões mais importantes nos estudos de fibras curtas de pequeno diâmetro (menor que um micron) e que elas requerem pressão de infiltração maior, resultando em possíveis fraturas nessas fibras ⁽²⁴⁾. O processo principal de infiltração sob pressão é o “squeeze-casting”. No processo “squeeze-casting” de compósitos com matriz de Al, tem-se verificado uma matriz com grãos mais finos, isto devido a solidificação rápida e também as interfaces livres de oxidação levando a uma boa ligação matriz-reforço. Este processo limita a fração volumétrica do reforço em torno de 20 %, isto devido a necessidade de separar as partículas no pré-formado ⁽²⁷⁾.

O processo “compocasting” consiste na adição de partículas a um banho de metal líquido sob a agitação. Neste processo há um limite da fração volumétrica em torno de 15 %, isto devido ao problema da não homogeneidade da distribuição das partículas, devido em parte ao empurramento da dendrita (“dendrite pushing”) durante a solidificação.

Também neste processo é imposto um baixo limite no tamanho das partículas (em torno de 15 μm), isto por razões similares ao "squeeze casting" ⁽²⁷⁾.

II.4.1.3 - Infiltração por vácuo

Este processo é geralmente aplicado quando se tem fibras grossas (140 μm de diâmetro) e suficiente espaço entre as fibras para se criar uma diferença de pressão (de no mínimo 1 atm) para que o metal penetre entre as fibras. Estas fibras podem ser recobertas, como por exemplo: boro recoberto por SiC ou fibras de carbono, tungstênio dentre outros. Esse processo devido às baixas pressões aplicadas, tem muitas vezes regiões não infiltradas, mesmo em materiais com boas propriedades de molhabilidade entre metal líquido e reforço ⁽⁴⁾.

II.4.2 - O processo Osprey

A técnica de conformação por "spray" é um moderno processo para a produção de peças e materiais de estoque na forma semi-acabada "near net shape" em diversas geometrias simples. Por esta técnica, uma vasta gama de materiais, incluindo materiais compósitos ou em multicamadas podem ser produzidos.

O objetivo primeiro da conformação por "spray" é obter um produto depositado com uma densidade mais próxima possível da teórica, simultaneamente a maximização da taxa de resfriamento. Este processo permite a obtenção de ligas rapidamente solidificadas de alto desempenho, ligas altamente ligadas, superligas e outros. O processo também permite a obtenção de materiais compósitos de matriz metálica pela co-deposição do reforço.

O desenvolvimento do processo até a produção industrial foi conduzida pela Osprey Metal Ltd. - Reino Unido e por suas licenciadas. A conformação por "spray" é caracterizada pela solidificação de pequenas partículas de metal e imediata obtenção de um produto, sem a necessidade da etapa de fundição ou produção de pós ⁽²⁸⁾.

II.4.2.1 - *Processos fundamentais e princípios metalúrgicos*

Metalurgicamente, o material como fabricado apresenta uma densidade maior que 98 % da densidade teórica, que é um dos objetivos do processo. Durante o processo, gotas do metal colidem com a superfície de um substrato antes que as previamente depositadas estejam completamente solidificadas. Dessa forma ocorre uma união entre as gotículas projetadas e o preenchimento de irregularidades superficiais, o que propicia a alta densidade do produto. A microestrutura também exibe uma distribuição uniforme de grãos equiaxiais finos e em princípio não apresenta efeitos de segregação macroscópica. As propriedades mecânicas são normalmente isotrópicas comparando-se às obtidas em lingotes fundidos. Uma grande atração do processo é a alta taxa de deposição do metal da ordem de 0,2 - 6 kg/s ⁽²⁹⁾.

A técnica de conformação por “spray” envolve estágios sequenciais de atomização e consolidação das gotículas para a produção de peças semi-acabadas, conforme mostrado na Figura 3⁽³⁰⁾. O sucesso da técnica depende da obtenção de pré-formados onde as tolerâncias dimensionais, microestruturas e rendimento sejam consistentes. É admitido tipicamente para tarugos de 150 - 400 mm de diâmetro e 1200 mm de comprimento, uma variação de 3 a 4 mm no diâmetro em 90 % do comprimento. Isto requer um entendimento e o controle de vários parâmetros, a saber ⁽³⁰⁾: superaquecimento do banho; razão do fluxo do metal; pressão do gás; movimento do “spray”, distância do bocal ao gás ao substrato e movimento do substrato (velocidade do substrato e inclinação angular). Além disso, existem outros parâmetros importantes que podem ser mudados antes, mas não durante a operação do processo. Estes incluem o diâmetro do tubo de filete, tipo do gás de atomização (nitrogênio ou argônio), tipo do atomizador; tipo de substrato e razão metal gás.

A consolidação e subsequentemente a microestrutura, são governados primeiramente pelo estado do “spray” junto a deposição (% líquida do “spray” antes do impacto) e pelo estado da superfície de deposição (% líquida no topo da superfície do depósito).

Os parâmetros do “spray” que afetam o processo são: distribuição dos tamanhos das gotículas; velocidade da gotícula; a fração do “spray” que é líquida. No depósito os parâmetros críticos são: saltos das gotículas; a espessura da camada semi-líquida; o movimento do substrato.

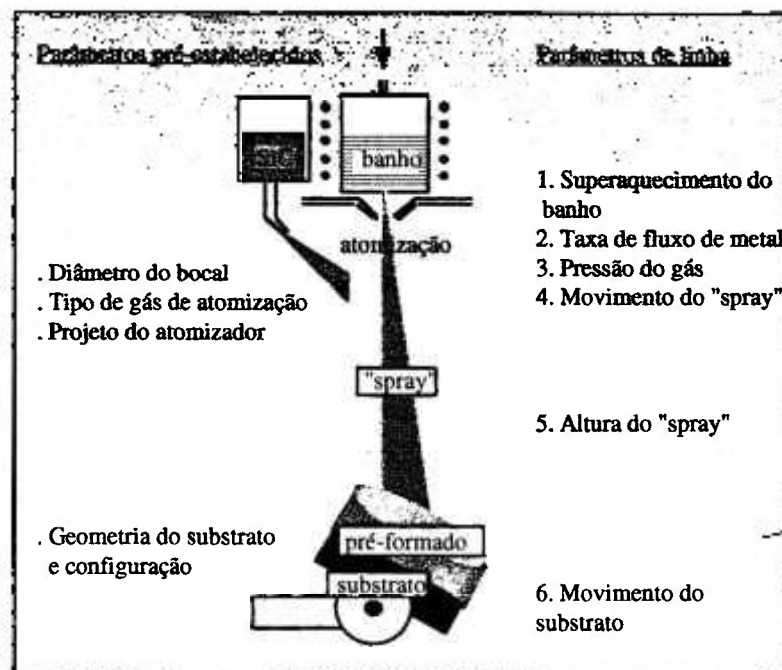


Figura 3 - Esquema de uma planta de conformação por "spray".

Para otimizar a conformação por "spray" em termos de microestrutura e propriedades do produto é necessário um modelamento do processo. Isso tem sido feito dentro de seis etapas sequenciais descritas ou submodelos. Estes submodelos podem ser matemáticos ou conceituais, a saber: a atomização; o "spray"; a consolidação do pré-formado e o desenvolvimento da microestrutura. Segue um breve resumo de modelos e etapas para ilustrar a metodologia ⁽³⁰⁾.

A atomização

A distribuição do tamanho das gotículas atomizadas é um parâmetro importante do processo, isto porque ele governa o restante dos processos de deposição. Tipicamente, o diâmetro médio das gotículas varia de 40 a 120 μm , dependendo do material e parâmetros do processo usado, o desvio padrão normal varia de 1,75 a 2,25.

A princípio os modelos matemáticos são baseados em uma aproximação fundamental que não prediz exatamente a distribuição adotada para correlacionar empiricamente a distribuição do tamanho das gotículas com os parâmetros do processo ⁽³⁰⁾. Dados do tamanho das gotículas podem ser correlacionados com o material e parâmetros do processo durante a atomização através da relação empírica de Lubanska ⁽³¹⁾.

$$dm = K_1 D [(1+1/GMR) (\nu_m/\nu_g) (1/We)]^{ml} \cong 13. \sigma^3 \quad (1)$$

$$We = \rho_m V^2 D / \gamma_{LV} \quad (2)$$

Onde: dm - diâmetro médio das gotículas

σ - desvio padrão da distribuição do log-normal do tamanho das gotículas

K_1 e ml - constantes específicas do projeto do atomizador

D - diâmetro do filete do metal

GMR - razão gás/fluxo do metal

ν - a cinemática da viscosidade

We - número de Weber

V - velocidade do gás

γ_{LV} - tensão superficial do metal líquido

ρ_m - densidade do metal

O “spray”

O modelo do “spray” é matemático descrevendo o “spray” metálico. Ele prediz a condição do “spray” sobre o impacto com o substrato. Pequenas gotículas se solidificam mais rapidamente do que as outras devido a sua larga área superficial. O “spray” é representado em uma escala microscópica pela proporção de gotículas sólidas / semilíquidas / líquidas no “spray” ⁽³⁰⁾.

Os resultados sugerem que, sob condições normais de operação, aproximadamente 50 - 70 % do “spray” é solidificado durante o voo na forma de gotículas totalmente solidificadas e parcialmente solidificadas. Este modo de solidificação ocorre em razões altas de resfriamento ($\sim 10^4$ °C/s) e resulta em uma microestrutura em pequena escala nas gotículas solidificadas e parcialmente solidificadas que chegam na superfície de deposição ⁽³⁰⁾.

Consolidação das gotículas

A consolidação das gotículas é provavelmente o mais crítico e menos entendido estágio da deposição por “spray”. Ocorre quando uma mistura de gotículas sólidas, semi-líquidas e líquidas do “spray” sofrem impacto na superfície do substrato para formar o depósito. Somente uma porção das gotículas alcançam o substrato, esta fração é definida como eficiência do alvo do “spray” (“target efficiency of the spray”) Ilt. Mas somente uma fração das gotículas que chegam no substrato irão contribuir para o crescimento do depósito, o restante delas irá saltar (“bounce-off”). A fração que adere no substrato e contribui para o depósito é denominada eficiência de agarramento (“sticking efficiency”) IIs. A taxa de depósito é determinada pelo produto destes dois parâmetros ⁽³²⁾.

$$\text{Taxa \%} = (\text{Ilt IIs}).100$$

Sendo que Ilt depende do tamanho do substrato, da forma do spray, da distribuição das gotículas dentro do “spray” e do movimento do substrato, e IIs é um parâmetro metalúrgico que é governado pelo estado do “spray” no impacto e do estado do topo da superfície.

Forma do pré-formado

A forma do pré-formado é controlada pela configuração e movimento do substrato / “spray”. Discos cilíndricos ou tarugos acima de 300 mm em diâmetro x 1 m de altura são produzidos por “spray” oscilante conjuntamente a um disco giratório coletor (substrato), que é inclinado para o eixo do “spray”. Placas ou tiras de até 1 m de largura e espessura maior que 5 mm podem ser produzidas em um modo semicontínuo por oscilação do “spray” através da largura de uma correia horizontal. Produtos tubulares são fabricados por deposição na superfície de um mandril rotativo pré-aquecido. Portanto é possível prever dinamicamente a evolução da forma do pré-formado por diferentes combinações do substrato e movimento do “spray” ⁽³⁰⁾.

Solidificação do pré-formado

A solidificação dos depósitos formados por “spray” (a fração do líquido no “spray” que não se solidificaram no voo) é governada pela magnitude relativa do tempo de

solidificação e o intervalo de tempo do impacto das gotículas sucessíveis. No estágio inicial de deposição, as gotículas chegam à superfície sólida fria, consequentemente o líquido respingado irá solidificar-se rapidamente antes do impacto da outra gotícula. Portanto o contorno dos respingos são bem definidos e os depósitos são relativamente porosos por causa de interstícios entre respingos. Com a continuação do depósito a temperatura e tempo de solidificação para o respingo na superfície do depósito, aumenta gradualmente. Quando o tempo de solidificação excede o tempo de chegada entre as gotículas, uma camada semilíquida se desenvolve na superfície do depósito. A presença de líquido na camada semilíquida elimina a porosidade ⁽³⁰⁾.

Produtos obtidos

Uma vasta gama de produtos são obtidos pelo processo de conformação por “spray” ⁽³³⁾:

- produtos na forma tubular incluem tubos cilíndricos, formas cilíndricas, anéis de turbinas e pistas de rolamentos;
- produtos na forma de tarugo como material para extrusão e pré-formados monolíticos;
- produtos planos tipo placas de aço, placas de material não ferroso, placas de metal duro e tiras.

Os materiais produzidos são aço de baixa liga, liga de aço silício; aços terramenta, aços rápidos aços alta liga, ferro fundido, ligas de Cr, Co, Ni, ligas de cobre, ligas de Al, materiais compósitos de matriz metálica e ligas de magnésio.

Atualmente existem mais de 19 plantas de conformação por “spray” licenciadas e destas estão produzindo comercialmente:

- tubos de aço inoxidável e ligas de níquel pela Sandvik na Suécia;
- cilindros de laminação em aço rápido com alto carbono ou ferro fundido com alto Cr pela Sumitomo no Japão;
- tarugos e anéis de super ligas tipo IN 100, IN 718, Rene 125 e outras pela Howmet nos E.U.A;
- tarugos de alumínio nas séries 6xxx, 8xxx e ligas modificadas pela Peak na Alemanha;
- ligas de cobre tipo Cu-Fe, Cu-Cr e Cu-Zr pela Olim dos E.U.A.

Com respeito à comercialização os principais avanços tem sido feitos com tarugos para extrusão em diversos perfis. Ligas que têm sido produzidas são Cu-Ni-Sn e Cu-Cr-Zr,

principalmente para aplicações que exigem alta resistência e/ou alta condutividade elétrica, tais como conectores ou eletrodos de soldagem.

Ligas de alta resistência, tais como Cu - 15 % Sn em peso, exibem frequentemente segregações durante a solidificação convencional. Isto limita o desenvolvimento comercial de tais ligas. A metalurgia do pó fornece uma solução para este problema, mas é um processo dispendioso, em parte devido aos muitos processos intermediários envolvidos e dos produtos obtidos com forma simples (tiras e placas). O processo de conformação por “spray” tem sido proposto para a produção dessas ligas ⁽³⁴⁾.

Ligas de Al podem ser depositadas por “spray” sem filmes óxidos e com precipitados finos. O processo para estas ligas pode ser descrito como uma incorporação de vantagem da metalurgia do pó sem a desvantagem da desgazeificação e consolidação ⁽³⁰⁾.

Microestrutura

A formação da microestrutura durante a conformação por “spray” se inicia durante o vôo das gotículas e termina após a solidificação completa precoce na superfície de depósito. Isto resulta em uma microestrutura em fina escala devido as altas razões de resfriamento.

Sob condições ótimas, a microestrutura do material depositado exibe pouca ou nenhuma evidência de individualidade ou de extratificação das partículas. É usual obter-se uma microestrutura uniforme, com grãos finos e com pouca segregação, independente da espessura do depósito, contrastando fortemente com a estrutura grosseira, segregada e dendrítica dos materiais fundidos convencionalmente. É este benefício que torna o processo viável. O trabalho a quente do material bruto após a conformação torna a microestrutura ainda mais uniforme minimizando a segregação. Em ligas mais complexas, contendo duas ou mais fases (como por exemplo superligas ou aços endurecidos com carbonetos), o efeito da conformação por “spray” é o de produzir uma distribuição uniforme das fases endurecedoras ⁽³⁰⁾.

II.5 - O processo Osprey para ligas de alumínio e compósitos de matriz metálica

Como já mencionado, tem-se conseguido com sucesso nas últimas décadas o desenvolvimento de ligas de alumínio que oferecem melhores propriedades comparadas às convencionais. A maioria deste desenvolvimento tem-se centrado na metalurgia do pó e outras técnicas de solidificação rápida. Entretanto, o mercado para estas ligas é bem limitado devido ao alto custo dos processos envolvidos na fabricação. Esta limitação é particularmente importante na indústria automotiva onde somente podem ser adquiridos produtos que combinem boas propriedades com baixo custo de fabricação. Em consequência disso, um processo que combine propriedades mecânicas superiores e baixo custo de produção é atrativo. O processo Osprey tem condições de suprir essas exigências.

Este processo é aplicado em ligas de alumínio e compósitos reforçados com partículas. Devido a alta taxa de solidificação podem ser produzidas ligas avançadas, similarmente à rota da metalurgia do pó. Entretanto muitas dificuldades inerentes à M/P são evitadas como formação de filmes óxidos e a necessidade de desgaseificação ⁽³⁵⁾.

A planta e equipamento requeridos para processar os pré-formados de alumínio e outras ligas reativas, tais como magnésio e titânio, diferem consideravelmente das requeridas para materiais menos reativos tais como superligas e aços de alta liga. A principal razão dessas diferenças é a alta afinidade do Al com oxigênio. Este fator conduz a muitos problemas em relação a operação de atomização a gás para pós de alumínio. Tanto a geração e subsequente manuseio de grandes quantidades de pós de alumínio pode ser extremamente arriscado, portanto precauções apropriadas de segurança devem ser tomadas ⁽³⁵⁾.

No processo Osprey muitos desses problemas de segurança são reduzidos devido a grande quantidade de gotículas do metal existirem somente por poucos milissegundos antes de serem consolidados na deposição. Além disso, grande quantidade de pós finos não são manuseados durante a subsequente operação de trabalho mecânico ⁽³⁵⁾.

II.6 - Mecanismos de endurecimento

II.6.1 - Endurecimento por trabalho a frio

Uma das vantagens de trabalhar com materiais metálicos, é a possibilidade de alterar as propriedades mecânicas tornando-as mais adequadas a um determinado processo ou uso final, sem modificação da composição química ⁽³⁶⁾.

Nos metais, a deformação plástica ocorre pela propagação de defeitos do reticulado cristalino. O aumento da resistência mecânica é conseguido bloqueando-se essas discordâncias ou dificultando-lhes a movimentação. Existem vários mecanismos de endurecimento e o predominante em determinada liga não é necessariamente predominante em outra ⁽³⁷⁾.

As ligas de alumínio trabalháveis são classificadas em tratáveis e não tratáveis termicamente, conforme a maneira com que o endurecimento do material é conseguido ⁽³⁶⁾. Durante o trabalho mecânico a frio (laminação, forjamento ou trefilação), os grãos mudam de forma à medida que as discordâncias através deles, em sistemas de escorregamento concorrentes, interagem umas com as outras, produzindo arranjos de discordâncias emaranhadas. Este entrelaçamento dificulta a passagem de novas discordâncias e desta forma, faz com que os grãos fiquem mais resistentes à deformação. Este processo de endurecimento é denominado endurecimento por deformação ⁽³⁷⁾. Um problema que existe quando se utilizam ligas endurecíveis por deformação mecânica a frio é a impossibilidade de aumentar a resistência do material sem alterar a sua forma. As ligas de Al dúcteis das séries 1xxx, 3xxx (Al-Mn), 4xxx (Al-Si) e 5xxx (Al-Mg), são ligas nas quais o aumento da resistência mecânica se consegue somente por deformação plástica a frio, sendo então o grupo das ligas de Al não tratáveis termicamente ⁽³⁶⁾.

II.6.2 - Endurecimento por precipitação

No endurecimento por precipitação o que ocorre é a precipitação de uma nova fase, durante o processo de envelhecimento. Ao aquecer o material a temperatura da ordem de 500 °C (no caso das ligas de Al), as segundas fases grosseiras existentes na estrutura são dissolvidas (em geral presentes em pequenas quantidades) na fase mais abundante, colocando os elementos de liga em solução sólida, o que pode ser retida ao se resfriar bruscamente o material em água à temperatura ambiente, por exemplo. O material

solubilizado pode, por um determinado tempo, ser conformado a frio, pois tem ductibilidade alta ⁽³⁶⁾.

Após a solubilização, o material está em uma situação instável, em que os elementos de liga tendem a sair da solução, formando precipitados. Estes, sendo finos e bem distribuídos, bloqueiam o movimento das discordâncias e endurecem o material. Esta precipitação (envelhecimento) pode ocorrer em temperatura ambiente, por tempos mais longos (dias ou meses), ou ser acelerada pelo aquecimento durante algumas horas na faixa de 120 °C a 200 °C (envelhecimento artificial) ⁽³⁶⁾.

O superenvelhecimento é o envelhecimento realizado a temperatura acima das utilizadas para envelhecimento artificial e/ou por longos tempos, provocando crescimento dos precipitados e conseqüentemente, queda da dureza e da resistência mecânica. O máximo endurecimento está associado a um pequeno tamanho de precipitado e um grande número de partículas, enquanto o superenvelhecimento está associado a poucos precipitados relativamente grandes ⁽³⁸⁾.

A natureza cristalográfica dos precipitados que se formam durante os vários estágios de precipitação está mais conhecida. Todavia, a natureza exata do processo de endurecimento ainda não está totalmente estabelecida ⁽³⁸⁾.

As ligas de alumínio dúcteis das séries 2xxx (Al-Cu), 6xxx (Al-Mg-Si) e 7xxx (Al-Mg-Zn-Cu) são ligas nas quais se consegue o aumento da resistência mecânica através de um tratamento térmico apropriado ⁽³⁶⁾.

II.7 - Cinética de precipitação em ligas de Al e em compósitos Al/SiC

As ligas de Al da série 7xxx frequentemente passam por um complexa sequência de tratamentos termomecânicos para ganharem máxima resistência (dentre muitas outras propriedades). Esta sequência consiste de laminação a frio e a quente, solubilização, resfriamento brusco, envelhecimento natural a temperatura ambiente e envelhecimento artificial a temperaturas mais altas. Isto resulta em uma estrutura com precipitados finamente dispersos. O resfriamento brusco a partir da temperatura de solubilização, usualmente em água, induz altas tensões internas no material arriscando sua estabilidade dimensional ⁽³⁹⁾.

Como na maioria das ligas de alumínio a solução sólida forma a matriz, na qual outras fases estão dispersas. Em ligas homogeneizadas, grandes quantidades de Zn, Mg e Cu estão em solução sólida com poucas fases visíveis, a maioria contendo outros

elementos. Em ligas fundidas ou recozidas, estão presentes fases contendo Zn, Mg e Cu. Podem ser encontradas muitas fases diferentes, em função da composição básica da liga e das impurezas. Em ligas da série 7xxx, onde o Zn é o elemento de liga principal, as fases mais comuns de serem encontradas são: $MgZn_2$, $Mg_3Zn_3Al_2$, Al_2Cu , Al_3Fe e $CuAl_2$ e inclusões de $FeAl_3$, Mg_2Si , além de outras possíveis fases⁽⁴⁰⁾.

As ligas de Al das séries 7xxx, constituem, dentre as ligas de Al, as de maior resistência mecânica. O grande inconveniente dessas ligas é a sua insatisfatória resistência à corrosão sob tensão, que é aumentada pela introdução de elementos de liga como cromo, manganês e zircônio. Tratamentos térmicos de envelhecimentos por tempos prolongados, fazem com que a resistência dessas ligas aumente e também diminua o trincamento atribuído à corrosão sob tensão⁽⁴⁰⁾.

O magnésio e o zinco são os elementos que controlam o endurecimento no envelhecimento, com a formação das fases $Mg_3Zn_3Al_2$ e/ou $MgZn_2$. Na microscopia óptica a microestrutura da liga envelhecida é a mesma da liga solubilizada, a não ser que haja um superenvelhecimento e a formação de precipitados visíveis no microscópio óptico⁽⁴⁰⁾.

Para entender bem as propriedades mecânicas e físicas destas ligas é importante conhecer cada estágio de precipitação nos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, assim como os intervalos de temperatura que estes estágios ocorrem⁽⁴¹⁾.

A sequência de precipitação da liga Al-Zn-Mg-Cu consiste de precipitados metaestáveis e estáveis⁽⁴²⁾:

Solução sólida super saturada $\rightarrow$ zona GP $\rightarrow \eta'$ (metaestável) $\rightarrow \eta$ (estável).

Onde η' é a fase de transição e η é a fase de equilíbrio de suposta composição Mg (Zn, Al, Cu)₂ ambas são fases hexagonais^(41,42). Através de análise por difração de raios X da estrutura de η' , supõe-se que esta fase seja $Mg_4Zn_{11}Al$. Entretanto, a composição real dos precipitados das fases η' e η tem sido raramente determinada.

Sabe-se que a zona de Guinier Preston (GP), que consiste em um arranjo de partículas muito pequenas de difícil resolução e que aparecem como pontos escuros por microscopia eletrônica de transmissão, nas ligas Al-Zn-Mg e Al-Zn, são estáveis até aproximadamente 120 °C e estão na forma globular⁽⁴¹⁾.

Tem-se verificado que a adição de partículas cerâmicas nas ligas de Al para formar o compósito tem promovido o aumento da densidade de discordância na matriz, isto

devido a diferença de coeficiente de expansão térmica (CET) entre matriz e reforço. Esta pode ser a razão da aceleração de precipitação nos compósitos em relação às ligas não reforçadas⁽⁴³⁾.

A difusão de solutos e a precipitação heterogêneas de fases de transição semi-coerentes seriam facilitadas devido as discordâncias geradas pela diferença de coeficiente de expansão térmica⁽⁴⁴⁾. Entretanto, poderia se esperar uma cinética de precipitação mais lenta quando as interfaces e as discordâncias geradas atuassem como sumidouros de lacunas providas do resfriamento brusco a partir da temperatura de solubilização, o que inibiria a formação de precipitados⁽⁴⁵⁾.

Tanto a densidade quanto a distribuição da densidade de discordâncias influenciam muito a cinética de precipitação. Existem indicações que as discordâncias influenciam na taxa de nucleação, mas não na cinética na fase de transição (pouco efeito na difusão)⁽⁴⁶⁾.

O comportamento quanto a cinética da precipitação em ligas de alumínio e em materiais compósitos é complexo. Zhang⁽⁴⁷⁾, analisou amostras da liga da série 3xx (Al-7 % em peso de Si - 0,4 % em peso de Mg) tratadas termicamente (solubilizadas por 14 horas a 540 °C, resfriadas em água a temperatura ambiente e envelhecidas a 170 °C no período de 0,3 a 72 horas), e notou que no envelhecimento artificial formou-se um grande número de precipitados finos da fase Mg_2Si e um aumento na dureza. A dureza máxima foi alcançada no período de 6 a 10 horas a 170 °C. Aumentando-se o tempo de envelhecimento a dureza diminuiu. Os precipitados Mg_2Si apresentaram forma acicular, com aumento na direção do eixo de zona $\langle 001 \rangle$ e o tamanho dos precipitados aumentaram com o tempo de envelhecimento.

Alguns pesquisadores⁽⁴⁸⁾, estudaram a cinética de envelhecimento em ligas de alumínio AA6111, e concluíram que o processo de precipitação é complicado sendo que um modelo simples para a cinética não é suficiente para explicar as características dos precipitados sob todas as condições. Os resultados tem sido explicados com base nas características microestruturais e sugeriu-se que o processo de precipitação depende tanto da composição quanto das condições de processamento da liga.

Wu e Lavernia⁽⁴⁹⁾, analisaram compósitos Al-6061/SiC e ligas AA606, produzidas por conformação por “spray”, e notaram que nos estágios iniciais de envelhecimento artificial a aceleração da cinética da precipitação foi menor nos compósitos do que nas ligas não reforçadas, devido a falta de lacunas, o que impede a formação de zona GP, que contribui primeiramente no estágio inicial do endurecimento por precipitação e, para

tempos maiores, observaram que houve uma inversão desta situação, devido as discordâncias auxiliarem na precipitação da fase de transição.

Kovacs, Lendvai e Voros ⁽⁵⁰⁾, estudaram a precipitação em ligas de Al da série 7xxx (Al-Zn-Mg) após dois tipos diferentes de tratamentos térmicos (envelhecido a 180 °C por 2 h e 30 min e por 250 °C por 30 min). Notou-se que no primeiro caso de envelhecimento houve a formação de partículas de transição η' finamente dispersas.

Davies, Raghunathan e Sheppard ⁽⁴⁴⁾, trabalhando com compósitos Al-Zn-Mg-Cu/SiC_p - 10 % e 20 % em fração volumétrica observaram que houve aceleração de precipitação assim como da nucleação dos compósitos com 20 % de SiC, enquanto nos compósitos com 10 % de SiC envelhecidos só ocorreu o crescimento de precipitados.

Hong e Gray ⁽⁵¹⁾, analisaram através de MET a microestrutura de compósitos Al-Zn-Mg-Cu/SiC_p - 20 % em volume de ligas não reforçadas Al-Zn-Mg-Cu e notaram a presença de partículas MgO e de Mg₂Si nas interfaces matriz-reforço do compósito. Os precipitados encontrados nas ligas não reforçadas foram maiores que dos compósitos nas mesmas condições de tratamento térmico (envelhecidas e superenvelhecidas), mostrando que a aceleração de precipitação foi maior nas ligas do que nos compósitos. Este fato sugere que, a segregação de Mg para a interface e a não interação entre átomos de Zn e discordâncias parecem ser as causas da aceleração nos compósitos com ligas Al-Zn-Mg-Cu.

II.8 - Tensões térmicas e densidade de discordâncias

Em geral os reforços cerâmicos (fibras, "whiskers" ou partículas), possuem um coeficiente de expansão térmica menor que a maioria das matrizes metálicas. Quanto ao compósito Al/SiC, altas tensões térmicas são induzidas durante o resfriamento a partir da temperatura de processamento ou de tratamento térmico, isto devido a grande diferença dos coeficientes de expansão térmica (CET) da matriz de alumínio e do reforço cerâmico (CET_{Al} é cerca de 5 vezes maior que o CET_{SiC}) ⁽⁵²⁾. Em altas temperaturas a tensão térmica é relaxada por meio de difusão na matriz. Conforme se diminui a temperatura surgem tensões térmicas próximas a interface Al/SiC. Devido a incompatibilidade de contração dos materiais, a tensão térmica pode alcançar localmente o limite de escoamento da matriz e gerar discordâncias. O sistema por estar perdendo energia (calor), apresenta tensão (deformação) residual de encruamento na matriz ao redor das partículas de SiC ⁽⁶⁾.

A existência de zonas deformadas plasticamente, devido ao diferencial de contração térmica entre matriz e reforço, contendo altas densidades de discordâncias na matriz, principalmente na vizinhança do reforço, tem sido confirmada por MET por um grande número de pesquisadores. Quando o compósito é resfriado a partir de temperaturas elevadas de recozimento e processamento discordâncias introduzidas no material durante a deformação plástica no processo de produção como a extrusão ⁽³⁾.

Shi e Arsenault ⁽⁵³⁾, trabalhando com compósitos Al-6061/SiC_p, observaram um gradiente de discordâncias nos compósitos maior, perto da interface decaindo ao longo da matriz. Muitas discordâncias foram geradas nos cantos das partículas de SiC (locais de concentração de tensão) e as discordâncias próximas às interfaces Al/SiC estavam arrançadas em forma de emaranhados ou subgrãos. As discordâncias encontradas longe das partículas de reforço geralmente eram de caráter linear.

Alguns pesquisadores ⁽⁵⁴⁾, analisaram amostras de compósito Al-6061/Al₂O₃ solubilizadas e observaram por MET a presença de alta densidade de discordâncias na interface matriz/reforço, assim como na matriz (regiões distantes da interface), que aumentou com o aumento do tempo de tratamento térmico de solubilização. Este aumento foi atribuído à diferença de coeficiente de expansão térmica entre matriz e reforço e aos efeitos de curvatura na interface devido a melhor ligação entre matriz e reforço durante a solubilização. O aumento da densidade de discordâncias foi confirmado por um aumento na dureza do material.

Vogelsang e Fisher ⁽⁵⁵⁾, analisando por MET compósitos Al-6061/SiC (“whiskers” ou partículas), recozidos, notaram que a densidade de discordâncias aumentou na interface Al /SiC após resfriamento a partir da temperatura de recozimento. Isto se deveu à diferença CET entre Al e SiC e as discordâncias geometricamente necessárias para acomodar a deformação plástica heterogênea próximas ao reforço.

Hong e Gray ⁽⁵¹⁾, estudando compósitos com liga Al-Zn-Mg-Cu com 20 % de SiC (16 ou 5 µm) fabricado por M/P, observaram ocasionalmente discordâncias na interface Al/SiC no material como fabricado e não observaram nos materiais tratados termicamente. As discordâncias geradas poderiam ter se movimentado para a matriz, o que poderia ter ocorrido durante o resfriamento brusco após solubilização. Foram observadas discordâncias dentro do SiC próximos as interfaces, além de falhas de empilhamento e maclas.

II.9 - Interface

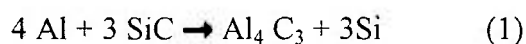
É muito importante caracterizar a microestrutura da interface nos compósitos. Esta importância se deve basicamente ao fato de que ela ocupa uma grande região nestes materiais, tendo uma influência muito grande nas propriedades mecânicas. Quando o material é solicitado externamente, a transferência de carga da matriz para o reforço deve passar pela interface e a natureza da interface também pode influenciar nos mecanismos de fratura ^(3,56).

Em geral, o reforço e a matriz não formam um sistema equilibrado termodinamicamente. Na região da interface ocorre uma descontinuidade de um ou mais parâmetros do material, tais como módulo de elasticidade entre matriz e reforço, parâmetros termodinâmicos como potencial químico e a diferença de CET entre matriz e reforço ^(3,56).

A interface precisa ser forte e estável às mudanças de temperatura. A formação de intermetálicos frágeis nesta região, durante o processamento ou tratamento térmico precisa ser controlada, pois altera a natureza dessa região e pode deteriorar as propriedades mecânicas do compósito ⁽⁵⁷⁾.

Um aspecto importante ligado a diferença de CET está ligado com os danos causados por ciclos térmicos que estes compósitos podem estar sujeitos. A degradação térmica sofrida devido a diferença de coeficiente térmico resulta em um desarranjo e enfraquecimento das interfaces matriz/reforço, os quais tornam-se pontos prováveis de início de fissuras ⁽⁵⁸⁾.

Em compósitos de matriz de alumínio com silício livre e carboneto de silício como reforço pode ocorrer a seguinte reação ⁽⁵⁷⁾:



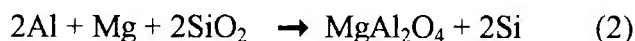
onde o silício se adicionará a matriz e $\text{Al}_4 \text{ C}_3$ se forma na interface. Entretanto essa reação não ocorre para temperaturas abaixo de 650°C ⁽⁵⁹⁾.

Nutt e Carpenter ⁽⁶⁰⁾, estudando compósitos Al-2124/ SiC_p através de MET, observaram na interface Al/SiC a presença de pequenos precipitados de MgO , CuMgAl_2 e Al_2O_3 variando de tamanho de 10 nm a 100 nm.

Arsenault e Pand ⁽⁶¹⁾, analisando compósitos Al/SiC (plaquetas e “whiskers”) através de MET e microsonda, observaram na interface a presença de SiO₂, Al₂O₃ ou Al₄C₃. Deduziram que Al difundiu-se para dentro de SiC e observaram Si e C na matriz.

Alguns pesquisadores ⁽⁶²⁾, investigaram interfaces de compósitos Al-2124/SiC_p-15 %, produzidos por metalurgia do pó após tratamentos térmicos T4 e T6, e notaram a presença de grande quantidade de Mg e oxigênio. Estas fases óxidas são normalmente incorporadas durante o processamento, devido a grande presença de filmes óxidos nas partículas de pó de alumínio. Observou-se também outras fases ao longo da interface incluindo CuMgAl₂ e ocasionalmente CuAl₂.

Amostras de compósitos 2024/SiC_p - 25 % após tratamento térmico, foram analisadas por MET, e verificou-se a presença de óxidos frequentemente na forma de Al₂O₃. Esta fase também foi observada na interface de compósitos AA6061/SiC como recebido, produzido por M/P e em compósitos 2024/SiC produzidos por M/P afinados por feixes de íons, após tratamento térmico. Pela análise por EDS em MEV, verificou-se a presença de Mg em algumas dessas interfaces. Portanto, as fases prováveis existentes na interface desses compósitos são Mg₂Si e MgAl₂O₄. A reação que ocorre para que esta última fase apareça é ⁽⁶³⁾:



Esta reação explica o comportamento de endurecimento no envelhecimento em ligas típicas de solução sólida Al-Mg, quando reforçadas com partículas de SiC que não deveriam apresentar endurecimento por precipitação. Este endurecimento se deve à formação de óxidos envolvendo Mg e também a presença de Si livre, que ao passar o limite de solubilidade da liga, poderia formar Mg₂Si ⁽⁶⁴⁾.

II.10 - Propriedades mecânicas dos compósitos de matriz metálica

Nos compósitos as propriedades mecânicas são governadas pela fase do reforço, fração volumétrica do reforço, composição da liga da matriz e resistência interfacial partícula/matriz e microestrutura ⁽⁶⁵⁾. Sendo assim, fatos tais como: a forte interação entre as partículas cerâmicas não deformadas e a matriz, a grande região ocupada pela interface no material, a formação de alta e complexa densidade de discordância nas áreas interfaciais, o desenvolvimento de tensões internas na matriz e a cinética de precipitação, influenciam fortemente nas propriedades mecânicas desses compósitos ⁽⁴⁹⁾.

As características microestruturais do compósito dependem muito do processo termomecânicos pelo qual ele passa, isto é, como já dito anteriormente, uma das principais vantagens dos CMMs reforçados com partículas é que estes podem ser produzidos na forma de tarugos no processo por conformação por “spray” e subsequencialmente processados termomecanicamente (conformação mecânica como laminação, forjamento e tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento), similarmente as ligas monolíticas. Tais processos provocam mudanças significativas na microestrutura dos compósitos, consequentemente nas propriedades mecânicas ⁽⁶⁶⁾.

II.10.1 - Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade (módulo Young) é o quociente entre a tensão aplicada e a deformação elástica resultante. Ele está relacionado com a rigidez do material, que é a capacidade de resistir a deformação em regime elástico e que por sua vez, para os materiais isotrópicos, é medida pelo módulo de elasticidade (E), que pode ser determinado em um ensaio de tração (tensão unidirecional) pela lei de Hooke onde tem $E = \sigma / \epsilon$ onde σ é a tensão aplicada e ϵ é a deformação sofrida ^(6,67).

A adição de partículas de reforço cerâmico nas matrizes metálicas para formar os compósitos levam a uma melhoria substancial no módulo de elasticidade destes materiais.

Nos compósitos, quando se introduz o reforço, está se variando o tipo de ligação química, isto é, está se introduzindo um material com tipo de ligação diferente. Sabe-se que, o módulo de elasticidade é uma característica do material que depende do tipo de ligação química do material, temperatura e pressão e, se as interfaces matriz/reforço nos compósitos conseguir transferir a carga recebida para matriz sem a ruptura dessa interface, o compósito terá um módulo de elasticidade que será a composição dos módulos da matriz e do material do reforço ⁽⁶⁷⁾.

O módulo de elasticidade depende da fração volumétrica do reforço e independe do tamanho dessas partículas, isto é, seu valor se eleva com o aumento da fração volumétrica do reforço e não se nota variação no seu valor com o aumento do tamanho do reforço ⁽⁶⁷⁾.

II.10.2 - Resistência mecânica

A resistência mecânica de um material é geralmente medida pelo limite de escoamento com 0,2 % de deformação (LE), limite de resistência (LR), alongamento (A) e redução em área (Ψ) que este material sofre quando submetido a ensaios mecânicos, onde o mais conhecido e utilizado é o ensaio de tração normalizado ⁽⁶⁾.

O LE é uma grandeza que depende muito da microestrutura do material e como seu próprio nome diz é uma estreita região limite entre o regime de deformação elástica e plástica do material.

Baseado em vários fatos experimentais, Arsenault et al ⁽⁶⁸⁾ propuseram que o aumento da resistência mecânica nos compósitos Al/SiC poderia ser devido a alta densidade de discordâncias provocada pela diferença de coeficiente de expansão térmica entre matriz e reforço e também a redução do tamanho de subgrãos. Os dados obtidos indicaram que a densidade de discordâncias aumentava com o aumento da fração volumétrica de SiC e diminuía com o aumento do tamanho das partículas. O tamanho do subgrão diminuía com o aumento da fração volumétrica e aumentava com o aumento do tamanho das partículas.

Papazian e Apler ⁽⁶⁹⁾, estudaram as propriedades mecânicas de compósitos de matriz de alumínio AA5456 e AA2124 reforçados com 8-20 % SiC_w tratados termicamente (solubilizados) e sugeriram que o aumento da resistência observada foi devido principalmente ao aumento da densidade de discordâncias e também a fina distribuição da zona de Guinier-Preston e um arranjo de precipitados muito pequeno que aparecem durante o tratamento térmico, como foi visto na seção de cinética de precipitação, vide item II.7.

McDanel ⁽⁵⁸⁾, verificou nos estudos com compósitos Al/SiC_p com matrizes AA2124 e AA7075 nas condições T6 e AA5083 na condição endurecida por solução sólida e por deformação, que a matriz usada nos compósitos Al/SiC foi um fator importante no limite de resistência à tração, mostrando que as resistências dos compósitos dependem muito da resistência da matriz.

Um outro fator que poderia influenciar na resistência dos compósitos é o grau de homogeneidade de distribuição das partículas de SiC, pois os aglomerados de SiC presentes na matriz poderiam causar fratura e o compósito não atingiria a resistência assumindo-se uma distribuição homogênea.

II.11 - Aplicações dos compósitos Al/SiC

Devido às suas boas propriedades mecânicas e físicas, os compósitos Al/SiC têm sido aplicados (ou tem potencial de aplicação) em diversas áreas industriais. As principais aplicações dos CMM foram estruturais nas indústrias aeronáutica e aeroespacial, na forma de peças forjadas, devido a necessidade de componentes leves e resistentes.

A seguir, são descritos alguns exemplos de aplicações nas diversas áreas .

Indústria aeroespacial (alto módulo de elasticidade específico e alta resistência mecânica específica, 15 a 25 %v SiC): peças forjadas e chapas laminadas para carcaça rígida, reforço estrutural na forma de perfis extrudados; painéis conformados superplasticamente; e suportes para espelho telescópico espacial ultra-leve ⁽⁷⁰⁾.

Indústria automobilística (boa resistência à abrasão, boa resistência a altas temperaturas, altas rigidez e resistência específicas, baixo grau de ruído e vibração, boa condutividade térmica e boa estabilidade dimensional; 10 a 20 %v SiC): componentes de motores (camisa do cilindro) e insertos na cabeça do pistão e nos rebaixos para anéis de motores a diesel, e nos sistemas de suspensão, transmissão (bielas), cárter e freio (tambores e rotores) ⁽⁷¹⁾. Os compósitos nesta área são geralmente obtidos por metalurgia líquida.

Indústria eletrônica CET projetado, alta condutividade térmica, alto módulo de elasticidade específico e boa resistência à corrosão; 30 a 55 %v SiC): encapsulamento de componentes eletrônicos e sistemas de montagem integrado por microondas ⁽⁷²⁾.

Indústria esportiva (altas resistências e rigidez específicas e baixo grau de vibração): tacos de golfe, raquetes de tênis, estruturas e coroas de bicicleta e mastros de barco de competição ⁽⁷⁰⁾.

Componentes de precisão (alta estabilidade dimensional; 35 %v SiC): instrumentos de precisão e sistemas de guia inercial para mísseis ⁽⁷⁰⁾.

Componentes de sistemas óticos (alta estabilidade dimensional com CET projetado e elevada resistência à microfluência, acima de 35 %v SiC): óptico metálico (tem boa especularidade) em espelhos de alta performance como sistema de detecção infravermelho (ex. espelho de mira de tanque tático IR) e sistema espacial baseado em laser; e substratos de espelho de Ni ⁽⁷³⁾.

III - MATERIAL E MÉTODOS

III.1 - Material

O material estudado neste trabalho foi o compósito produzido por conformação por “spray” (processo Osprey) na liga de alumínio AA7475 reforçado com partículas de SiC, fornecido pela Peak - Alemanha, na forma de perfis redondos extrudados, com diâmetro de 15 mm. O material foi fornecido em quantidade limitada.

Tabela 3 - Composição química nominal em peso da AA7475.

Elementos	Al	Zn	Mg	Cu	Cr	Mn	Fe	Si
% Peso	balanço	6,0	2,1	1,4	0,2	0,01	0,01	0,01

III.2 - Métodos

III.2.1 - Técnicas experimentais utilizadas

As técnicas utilizadas para a análise do compósito Al 7475/SiC_p nos estados como recebido, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido foram: microscopia óptica, microscopia eletrônica de transmissão, microscopia eletrônica de varredura, dureza Brinell e ensaio de tração

A figura 4 mostra um fluxograma das etapas envolvidas no procedimento experimental.

III.2.2 - Determinação da fração volumétrica das partículas de SiC

Para verificar com exatidão a quantidade de material de reforço presente no material compósito, foi preparada uma amostra do compósito, que sofreu uma pré- dissolução para eliminação de impurezas superficiais, em seguida foi seca e pesada. Após isso, a amostra foi dissolvida em solução de ácido clorídrico (35 % vol.) em água destilada. Depois, toda a solução passou por um processo de filtragem em micro-filtro de PTFE (teflon) com diâmetro de poro de 0,2 μ m. O filtro com o resíduo remanescente foi colocado em um dessecador durante 24 horas para a eliminação de umidade. Após a secagem o filtro foi pesado e o valor da fração volumétrica foi determinado.

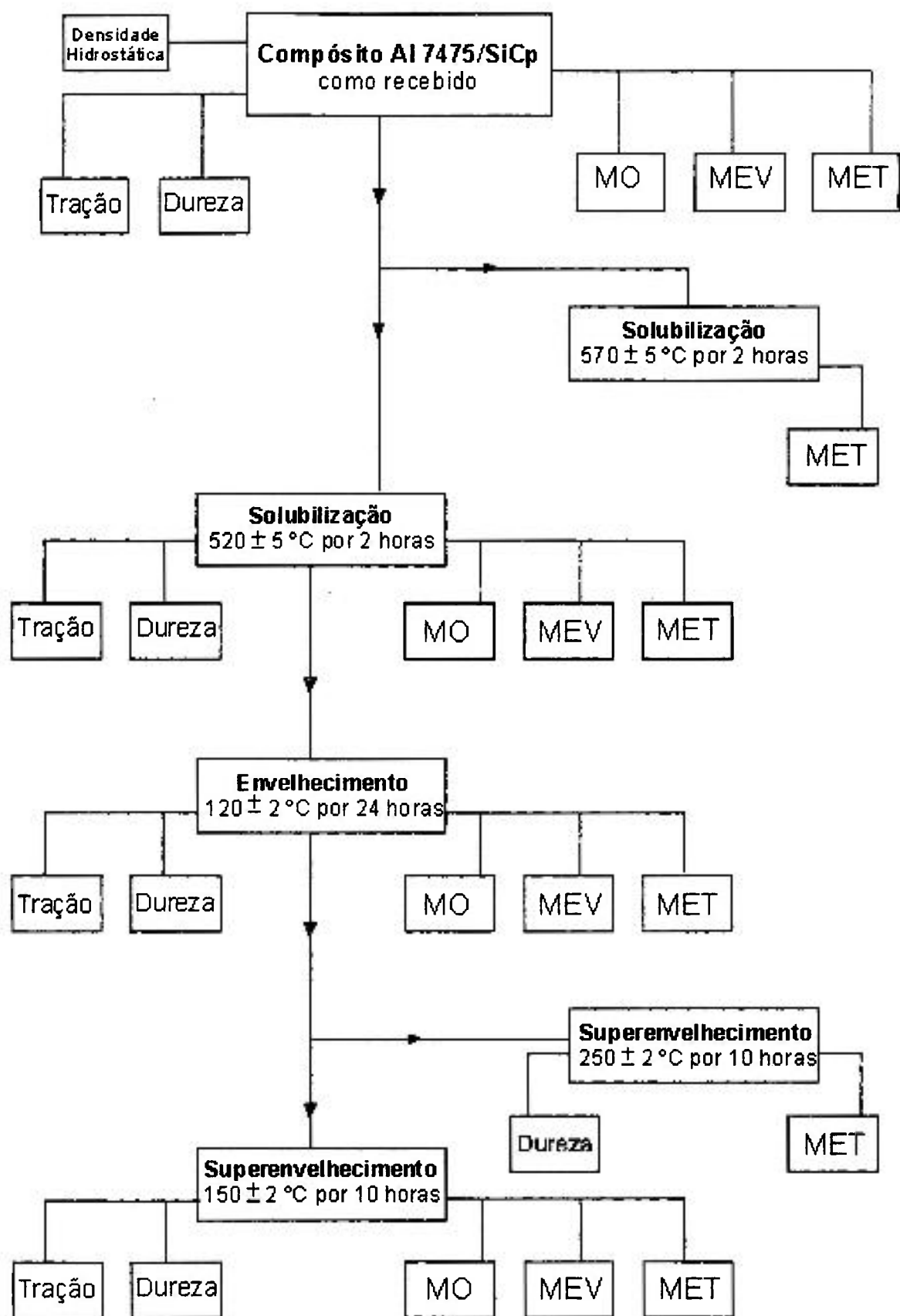


Figura 4 - Fluxograma das etapas do procedimento experimental utilizado.

III.2.3 - Medida de tamanho de grão

O tamanho dos grãos das anostrias foi medido pelo método de intercepto linear através de um círculo no microscópio óptico.

III.2.4 - Preparação metalográfica para o MO e MEV

Com o objetivo de se verificar a microestrutura do compósito no microscópio óptico e a distribuição e composição das fases existentes em todas as condições (como recebido, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido), preparou-se amostras metalográficas na secção transversal e longitudinal do material de partida e após tratamentos térmicos.

Utilizou-se corte com disco diamantado, seguido de embutimento com resina a frio. Para o lixamento utilizou-se a sequência de lixas grana números 240, 320, 400, 600, 1000 e 1200. O polimento mecânico foi feito em equipamento semi-automático com pastas de diamante 6, 3 e 1 μm , seguido de polimento final em sílica coloidal de 0,25 μm .

Para a análise em MEV, todas as amostras do compósito em todas as condições (como recebido, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido) foram recobertas com carbono após preparação metalográfica.

Para observação de contornos de grão por microscopia óptica, as amostras após preparação metalográfica foram anodizadas. Para isso, utilizou-se a seguinte solução química: 4 % de ácido fluorbórico em água destilada.

III.2.5 - Preparação de lâminas finas para o MET

Cortou-se com discos diamantados, lâminas do compósito no estado como recebido com cerca de 1 mm de espessura. Em seguida, obteve-se discos de 3 mm de diâmetro por trepanagem em eletro-erosão. Estes discos do material de partida e após tratamentos térmicos foram desbastados mecanicamente até aproximadamente 300 μm e escavados até 30 μm com pasta de diamante. Subsequentemente as amostras foram afinadas por feixe de íons.

Foram também preparadas amostras com afinamento final em jato duplo eletrolítico. O eletrólito usado foi de 25 % em volume de ácido nítrico em etanol. Para isso os discos com 3 mm de diâmetro foram antes desbastados com pasta de diamante até uma espessura de aproximadamente 150 μm .

III.2.6 - Determinação da Densidade de Discordâncias

Foi utilizado o método de intercepto de linhas para determinar a densidade de discordâncias nas amostras dos compósitos. Uma grade de linhas foi colocada sobre os negativos obtidos por microscopia eletrônica de transmissão, e as intersecções das discordâncias com as linhas da grade foram contadas.

A densidade de discordância (ρ_d) é dado por:

$$\rho_d = \frac{2NM}{L_t} \quad (55)$$

Onde, N é o número de intersecções das discordâncias com as linhas da grade, M é a magnificação do negativo, L é o comprimento da linha teste, e t é a espessura da amostra, cujos valores foram obtidos por difração de feixe convergente de elétrons (74, 75).

III.2.7 - Tratamentos térmicos

Solubilização

As amostras em forma de discos de 3 mm de diâmetro foram encapsuladas em vidro Pirex. Após isso, parte delas sofreu uma condição de solubilização (520 ± 5 °C por 2 horas) e a outra parte sofreu outra condição de solubilização (570 ± 5 °C por 2 horas). Isto com o objetivo de comparar a influência da temperatura na microestrutura. As amostras foram resfriadas em água à temperatura ambiente.

Controlou-se a temperatura com um termopar tipo K preso ao tubo de vidro contendo as amostras. Assim, a temperatura de solubilização foi acompanhada em todo o ensaio.

Juntamente com as amostras para análise em MET, foram solubilizadas (570 ± 5 °C por 2 horas) amostras do compósito de aproximadamente 7 mm de espessura, para o ensaio de dureza e para observação em MEV. Também foram solubilizadas (570 ± 5 °C por 2 horas) 6 corpos de prova segundo a norma DIN50125 para o ensaio de tração⁽⁷⁶⁾.

Envelhecimento

Após o tratamento térmico de solubilização seguido de resfriamento brusco em água a temperatura ambiente, todas as amostras e os corpos de prova, com exceção daquelas que seriam analisadas na condição solubilizada, foram levadas a banho termostático a óleo durante 24 horas a uma temperatura de 120 ± 2 °C. Em seguida foram resfriadas em água a temperatura ambiente. A temperatura de envelhecimento foi monitorada por um termômetro de vidro com precisão de 2 graus.

Superenvelhecimento

Após o tratamento térmico de envelhecimento seguido de resfriamento em água a temperatura ambiente, as amostras e os corpos de prova, com exceção daqueles que iam ser analisados na condição de envelhecimento, foram levados novamente ao banho termostático a óleo durante 10 horas a uma temperatura de 150 °C. Em seguida foram resfriadas em água a temperatura ambiente. Novamente a temperatura de superenvelhecimento foi monitorada por um termômetro de vidro com precisão de 2 graus.

III.2.8 - Caracterização mecânica

a) Dureza

Foram feitas medidas de dureza Brinell (carga de 62,5 kg e esfera de aço 2,5 mm) na amostra do material como recebido e nas amostras após tratamentos térmicos de solubilização, envelhecimento e superenvelhecimento.

b) Ensaios de tração

Foram feitos ensaios de tração de corpos usinados do composto como recebido e tratados termicamente (solubilizado, envelhecido e superenvelhecido). Os ensaios foram feitos de acordo com a norma DIN50125 para o ensaio de tração, vide figura 5.

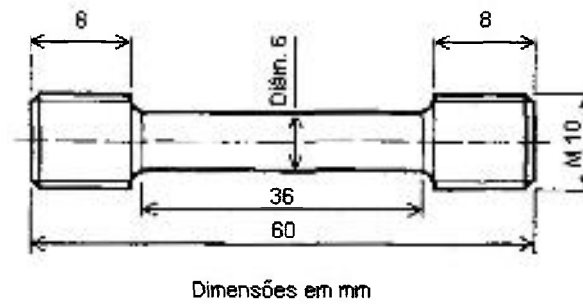


Figura 5 - Esquema de corpo de prova utilizado para o ensaio de tração.

c) Densidade Hidrostática

Utilizou-se o método da densidade hidrostática para medida da densidade. Este método consiste em, aplicando-se o princípio de Arquimedes, pesar em balança analítica o corpo a ser medido a seco e depois pesá-lo quando totalmente imerso em água. Foi medida uma amostra cilíndrica do material como recebido.

IV - RESULTADOS E DISCUSSÃO

A sequência de técnicas usadas no trabalho aqui apresentado para análise do material compósito no estado como recebido e das amostras tratadas termicamente (solubilizadas, envelhecidas e superenvelhecidas) foi o seguinte: microscopia óptica, a qual permitiu analisar grandes áreas e observar a distribuição das partículas de carboneto de silício pela matriz e o comportamento de recristalização; microscopia eletrônica de transmissão, que permitiu a análise de defeitos e fases dos compósitos, como discordâncias, precipitados e partículas de segunda fase; microscopia eletrônica de varredura, que permitiu analisar grandes áreas do compósito, onde pôde-se observar a presença de intermetálicos distribuídos na matriz, fases presentes próximas à interface e a presença de porosidade; por último, são apresentados os resultados obtidos das propriedades mecânicas (dureza Brinell e ensaio de tração), os quais permitiram fazer as análises das consequências das mudanças microestruturais decorrentes dos tratamentos térmicos nestas propriedades.

IV.1 - Densidade

O compósito apresentou densidade ligeiramente inferior ($2,861 \text{ g/cm}^3$) à densidade teórica ($2,883 \text{ g/cm}^3$). Esta diferença se deve a porosidades observadas por microscopia eletrônica de varredura, como será discutido mais a frente. A presença de vazios associados a aglomerados de SiC também contribuiu para a diminuição da densidade.

IV.2 - Análise por microscopia óptica

Nas micrografias ópticas, veja figuras 6 e 7, tem-se um aspecto geral da microestrutura do material compósito no estado como recebido, onde pode-se observar a distribuição das partículas de SiC na matriz. O resultado da distribuição de partículas de reforço pela matriz é importante porque as propriedades mecânicas dos compósitos de matriz metálica dependem dessa distribuição. Essa distribuição depende dos parâmetros de processos usados na conformação por “spray” e das propriedades físicas, tais como: ângulo de injeção das partículas, pressão de injeção, razão de fluxo de massa cerâmica/metal,

tensão superficial das gotículas atomizadas e fração volumétrica das partículas de reforço⁽⁷⁷⁾.

A figura 6 mostra a microestrutura na secção transversal de uma amostra do compósito. Embora haja locais com maior concentração de partículas (aglomeração), nota-se que de maneira geral as partículas de SiC estão bem distribuídas pela matriz. Na figura 7, tem-se a microestrutura da secção longitudinal de uma amostra do compósito, onde se observa bem claramente um certo grau de alinhamento das partículas de SiC na direção de extrusão.

Na figura 8, têm-se a microestrutura de uma outra região da secção transversal de uma amostra do compósito como recebido, onde nota-se a presença de alguns vazios em regiões onde existem aglomerados de SiC. Regiões estas, onde não houve penetração de matriz de Al durante o processamento do compósito. As partículas dentro dos aglomerados devem estar fixas apenas por contato mecânico entre si. Durante a preparação metalográfica, estas partículas tendem a se soltar do material dando aparência de buracos na microestrutura. A medida que se aumenta a fração volumétrica do reforço nos compósitos, aumenta-se a probabilidade de formação de aglomerados. Por exemplo, Yoshimura⁽⁶⁾ observou que os aglomerados estavam mais presentes nos compósitos com 20 % de SiC do que nos compósitos com 5 e 10 % de SiC. No material estudado neste trabalho, a probabilidade é alta, pois a fração volumétrica de SiC medida por metalografia quantitativa foi alta (aproximadamente 20 %). Neste caso a possibilidade de formação de aglomerados é alta. Sugere-se que existe uma fração volumétrica máxima a partir da qual deve ocorrer uma acentuada diminuição da densidade desses compósitos devido a formação de aglomerados.

Pela análise microestrutural feita por microscopia óptica, veja figuras 6, 7 e 8, não foi possível verificar nenhuma reação interfacial entre SiC e matriz.



Figura 6 - Micrografia óptica da secção transversal do compósito, onde observa-se a distribuição das partículas de SiC na matriz.

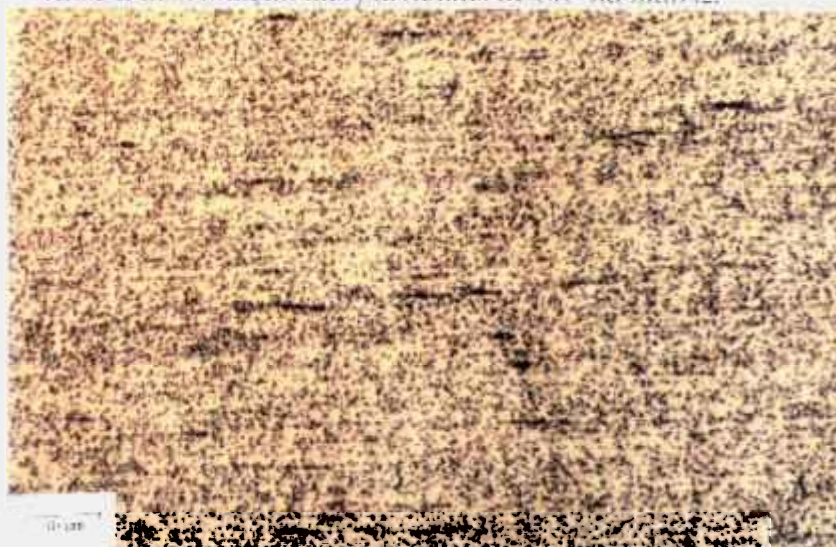


Figura 7 - Micrografia óptica da secção longitudinal do compósito, onde observa-se um certo grau de alinhamento das partículas de SiC na direcção da extrusão.

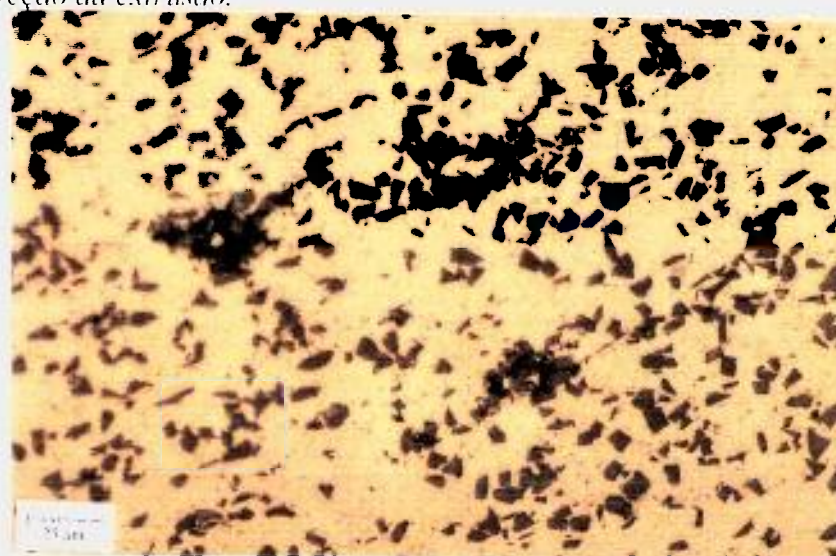


Figura 8 - Micrografia óptica da secção transversal do compósito, onde nota-se a presença de vazios nos aglomerados de SiC na matriz.

Nas figuras 9 e 10, têm-se as microestruturas das seções transversal e longitudinal, respectivamente, das amostras anodizadas do compósito na condição como recebida. Pode-se notar que os contornos de grão são indefinidos frente à técnica metalográfica usada. Embora tenham sido delineados grãos muito finos, tamanho em torno de $1\ \mu\text{m}$, vide figura 10. As microestruturas observadas nesta micrografia são do compósito após extrusão a quente, cujas condições são desconhecidas. Segundo Srivatsan e Lavernia⁽⁷⁷⁾, a co-injeção de partículas cerâmicas durante a atomização e co-deposição por “spray” resulta em uma acentuada redução no tamanho de grão dos compósitos de matriz metálica quando os parâmetros do processo são mantidos constantes. Porém, não pode-se dizer nada em relação ao tamanho de grão após a conformação por “spray”, pois o material recebido foi extrudado a quente.

Nas figuras 11 e 12, têm-se as microestruturas anodizadas da secção transversal e longitudinal do compósito na condição solubilizada ($520\ ^\circ\text{C}$ por 2 horas). Pode-se notar a grande diferença da microestrutura na condição como recebida em comparação à microestrutura na condição solubilizada. Houve um acentuado crescimento de grãos, (tamanho médio de $5,5\ \mu\text{m}$), sendo que os contornos de grão tornaram-se bem delineados. A condição de solubilização ($520\ ^\circ\text{C}$ por 2 horas) foi o suficiente para recrystalizar o compósito. Sabe-se que para que ocorra recrystalização exige-se a existência de uma deformação prévia crítica, abaixo do qual não ocorre recrystalização. Na recrystalização, a orientação do cristal em qualquer região do material é alterada, talvez mais do que uma vez. A energia livre do material sofre decréscimo adicional devido à formação de novos grãos livres de deformação. Esses novos grãos crescem às custas da estrutura deformada até que toda a matriz tenha sido consumida. Após isso os contornos de grão continuam a migrar, porém mais vagarosamente, durante o crescimento de grão. O processo ocorre ou por migração de contornos de grão originais ou por crescimento de subgrãos. Geralmente, todos os contornos de grão migram com taxas aproximadamente iguais, tendo como resultados grãos aproximadamente uniformes no tamanho, como pode-se verificar nas micrografias ópticas das figuras 11 a 18.

Alguns pesquisadores⁽⁷⁸⁾ estudaram o comportamento do tamanho de grão em compósitos Al-Li/SiC_p e em ligas Al-Li, ambos produzidos por configuração por “spray” e observaram que os grãos das amostras dos compósitos eram visivelmente menores do que os grãos da liga monolítica nas mesmas condições de tratamento térmico. Esta diferença no tamanho dos grãos, os autores sugeriram que era devido a presença de partículas de SiC nos contornos de grãos. A presença de SiC no contorno de grão provoca a diminuição da

energia livre total do sistema pela diminuição da área de contorno de grão disponível. Sendo assim, a força de movimentação (migração) do contorno de grão é diminuída. Eles observaram o que também pode-se observar nas micrografias das figuras 11 a 18, que as partículas de SiC estão localizadas tanto transgranularmente quanto intragranularmente dentro da matriz. Então além de diminuir a área efetiva do contorno de grão, a presença de SiC no contorno de grão pode provocar a diminuição efetiva da migração do contorno de grão. Presume-se que estes fatos estão relacionados com a presença de discordância próxima a interface Al/SiC, devido a diferença de coeficiente de expansão térmica entre SiC e Al. Estes locais são preferenciais para nucleação heterogênea, provocando assim um aumento de segregação de soluto para estas regiões, reduzindo a mobilidade dos contornos de grão. A segregação preferencial de soluto para a interface matriz/reforço tem sido documentada por vários pesquisadores^(79,80). A presença de distribuição fina de poros no contorno de grão tem um efeito similar às partículas de SiC, diminuindo efetivamente a migração do contorno de grãos.

Uma das consequências do processo de conformação por “spray” nos materiais produzidos por esta técnica é a formação de grãos equiaxiais. Esta morfologia equiaxiais dos grãos tem sido verificada por vários autores^(77,81,82). Tem sido proposto, que a formação de grãos equiaxiais durante a decomposição por “spray” é resultado de três processos simultâneos⁽⁸⁰⁾: (1) fragmentação dos braços de dendritas; (2) multiplicação nucleação/grãos e (3) crescimento forçado (“constrained growth”). Devido aos repetidos impactos das gotículas parcialmente solidificadas, primeiro com a superfície do depósito e subsequentemente entre elas, há durante a deposição extensiva fragmentação dos braços de dendrita formados durante solidificação. A presença de fragmentos de dendrita, o desenvolvimento de fortes correntes convectivas no líquido durante o impacto juntamente com a formação de um grande número de núcleos sólidos tem sido propostos como fatores que contribuem para o desenvolvimento de grãos equiaxiais durante atomização e deposição por “spray”.

Observa-se pelas figuras 11 a 18, que não é perceptível o aumento de tamanho de grão nas condições solubilizadas, envelhecida e superenvelhecida, tanto nas secções transversais como nas longitudinais. Quantitativamente as amostras solubilizada, envelhecida e superenvelhecida apresentaram tamanhos médios de grãos de $5,5 \pm 0,5 \mu\text{m}$, $6,5 \pm 0,4 \mu\text{m}$ e $7,5 \pm 0,5 \mu\text{m}$, respectivamente.

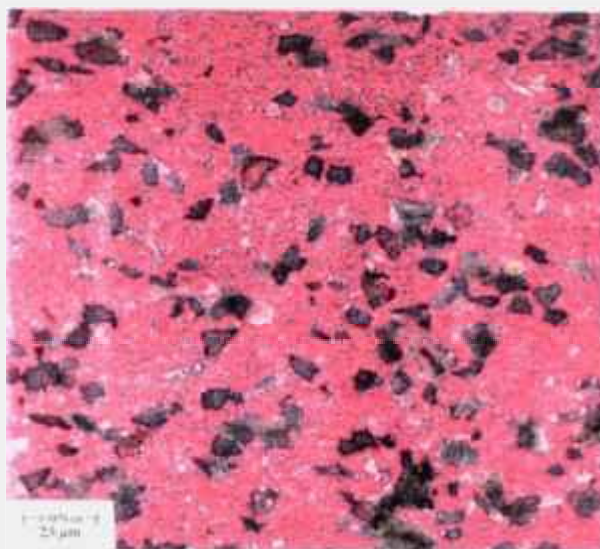


Figura 9 - Micrografia óptica da secção transversal da amostra anodizada do compósito no estado como recebido.

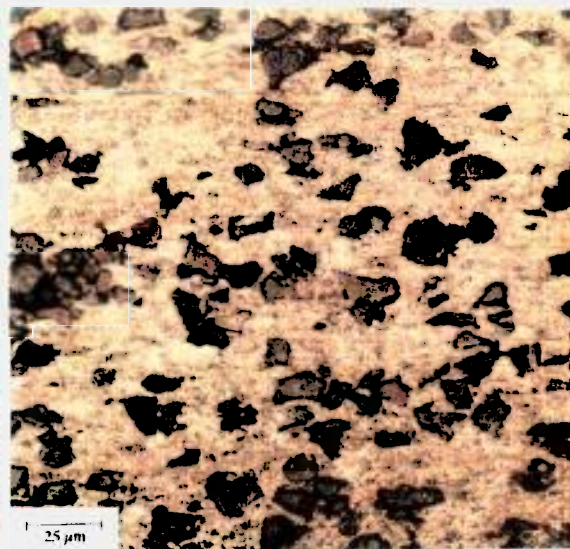


Figura 10 - Micrografia óptica da secção longitudinal da amostra anodizada do compósito no estado como recebido.

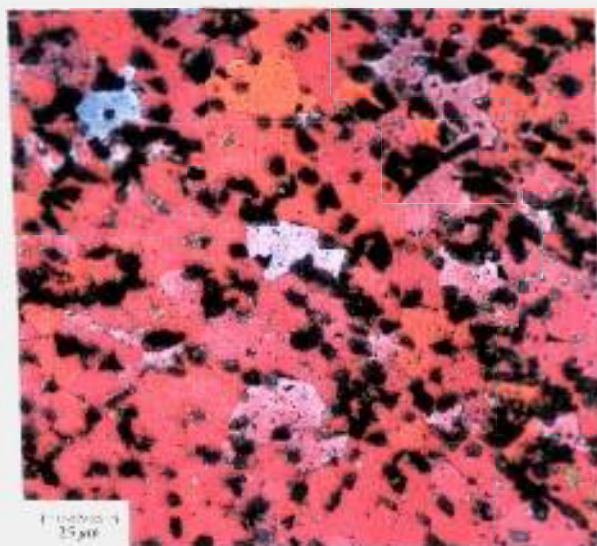


Figura 11 - Micrografia óptica da secção transversal da amostra anodizada do compósito solubilizado a 520 °C por 2 horas.



Figura 12 - Micrografia óptica da secção longitudinal da amostra anodizada do compósito solubilizado a 520 °C por 2 horas.

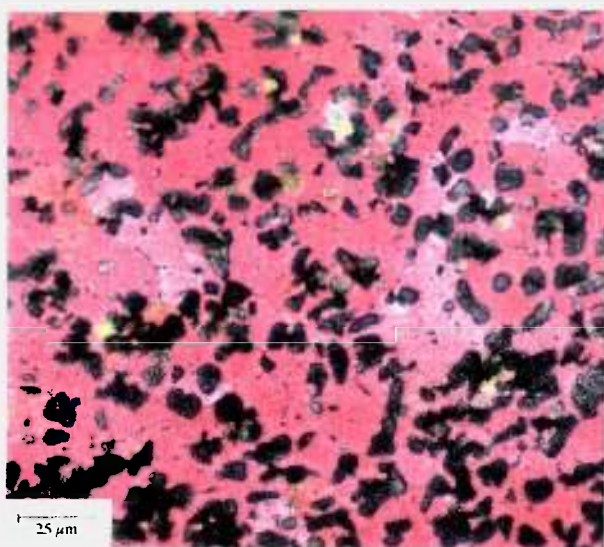


Figura 13 - Micrografia óptica da secção transversal da amostra anodizada do compósito na condição envelhecida (120 °C por 24 horas).

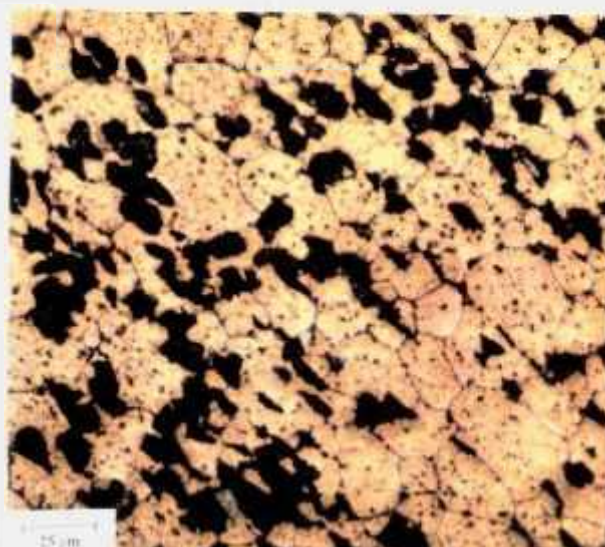


Figura 14 - Micrografia óptica da secção longitudinal do compósito na condição envelhecida (120 °C por 24 horas).

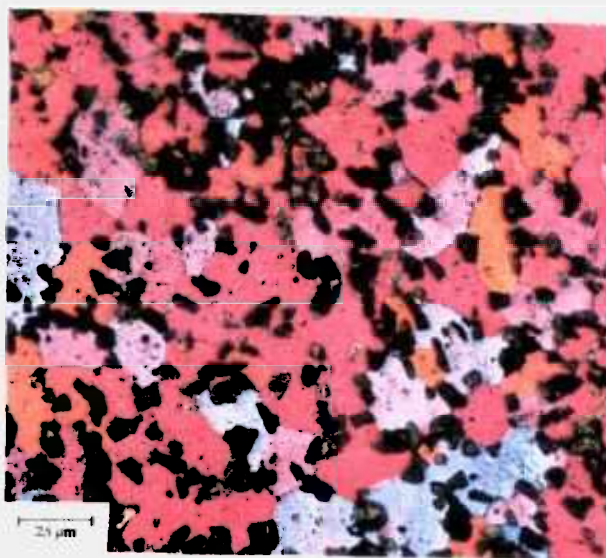


Figura 15 - Micrografia óptica da secção transversal da amostra anodizada do compósito na condição superenvelhecida (150 °C por 10 horas).

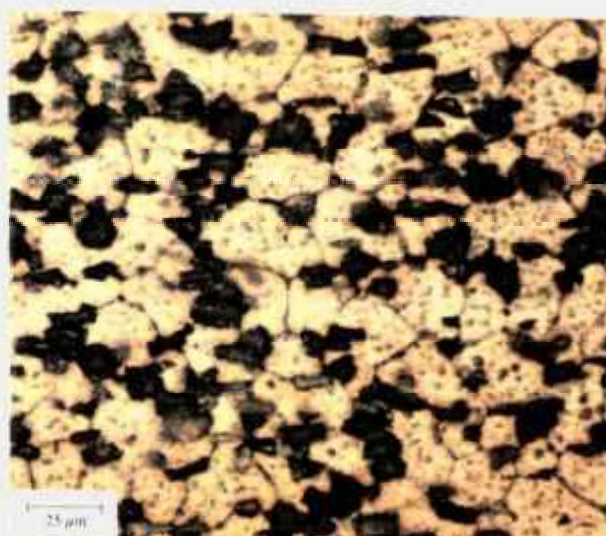


Figura 16 - Micrografia óptica da secção longitudinal da amostra anodizada do compósito na condição superenvelhecida (150 °C por 10 horas).

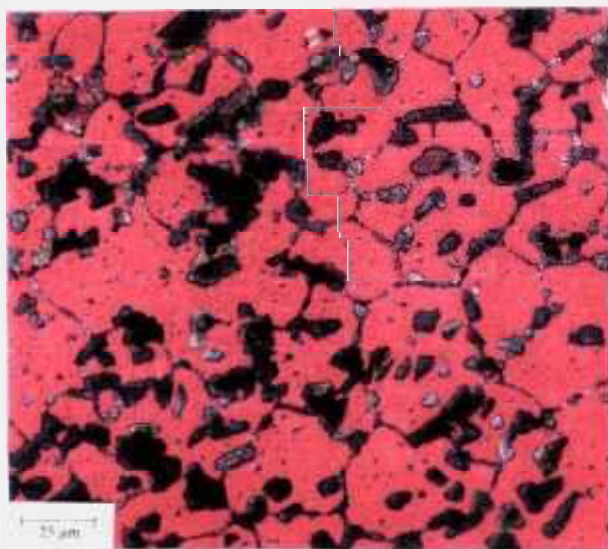


Figura 17 - Micrografia óptica da secção transversal da amostra anodizada do compósito superenvelhecido (250 °C por 10 horas).

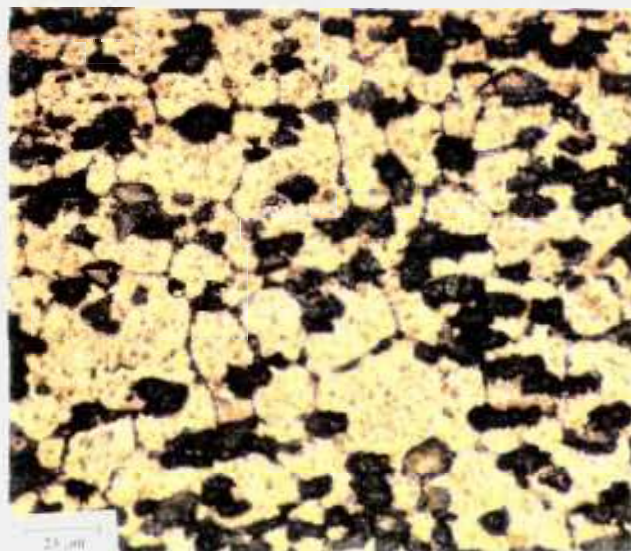


Figura 18 - Micrografia óptica da secção longitudinal da amostra anodizada do compósito superenvelhecido (250 °C por 10 horas).

IV.3 - Análise por microscopia eletrônica de transmissão

IV.3.1 - Compósito como recebido

Na figura 19, tem-se um aspecto geral da matriz do compósito no estado como recebido, onde pode-se observar a presença de subgrãos com tamanho médio de 3 μm . Pode-se observar uma grande quantidade de precipitados distribuídos por todos os subgrãos e precipitados alongados em subcontornos de grão. A figura 20 mostra uma região ampliada do subgrão central da figura 19, evidenciando os precipitados na forma de plaquetas, agulhas e esféricos, além de grande quantidade de discordâncias de caráter linear e helicoidal, a densidade de discordância medida foi de $7,3 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$.

Pode-se observar na figura 21, uma região da amostra, onde se destaca-se um subgrão com alta densidade de discordâncias e alguns precipitados. Fora do subgrão em destaque, observa-se alguns precipitados e algumas regiões claras, que possivelmente eram ocupadas por fases que foram preferencialmente dissolvidas na preparação das folhas finas por jato duplo eletrolítico.

Na figura 22, pode-se notar um precipitado alongado em subcontornos de grão e alta densidade de discordâncias. As discordâncias (intersecções de duas ou mais discordâncias) assim como os subcontornos de grão, por serem defeitos cristalinos, isto é, descontinuidades na rede cristalina, são locais preferenciais de nucleação heterogênea.

A predominância de precipitados em forma de plaquetas e de agulhas nas figuras 19, 20 e 21 é bem perceptível, além da presença de precipitados globulares. A figura 23 evidencia bem estes precipitados. O padrão de difração de elétrons em área selecionada do precipitado globular é mostrado na figura 24, e pelos valores obtidos dos parâmetros de rede ($a=0,513 \text{ nm}$ e $b=0,72 \text{ nm}$), concluiu-se que seja da fase estável MgZn_2 . A figura 25, mostra o padrão de difração de elétrons em área selecionada do precipitado em forma de bastonete presente na figura 23. Na figura 26, têm-se a presença na matriz de um precipitado em forma de bastonete bem delineado. Em alguns materiais, os precipitados em forma de plaquetas ou de agulhas crescem de tal maneira que se alinham em determinados planos cristalográficos ou direções dos cristais da matriz. Tal comportamento não foi verificado no compósito estudado. As discordâncias não aparecem nas micrografias das figuras 23 e 25, pois não foram colocadas em contraste.

Na figura 27, mostra-se um subgrão com alta densidade de discordância. A figura 28, mostra o mesmo subgrão, onde estão colocados em contraste os precipitados e também as discordâncias. A figura 29 mostra uma região da amostra com pouca concentração de

discordâncias e regiões claras que foram desgastadas preferencialmente no afinamento final eletrolítico.

As discordâncias foram possivelmente introduzidas durante as etapas de processamento do compósito, principalmente durante o processo de extrusão a quente, pela qual passou o compósito. Discordâncias podem também ter sido introduzidas durante o processo de preparação e manuseio das amostras.

A figura 30 evidencia o contorno de uma partícula de SiC junto a matriz, confirmado pela análise feita por espectroscopia de energia dispersiva (EED) feita no MET, veja figura 31. Nota-se também, que a maior parte da partícula de SiC foi desgastada pelo feixe de íons, evidenciando-se que a região do SiC próxima a matriz é protegida por ela, pois o alumínio foi menos desgastado pelo feixe de íons. Pode-se observar que a interface não apresenta interações entre a matriz e o reforço.

Em outra amostra preparada por afinamento final eletrolítico foram notadas algumas partículas diferentes das observadas na matriz de Al, veja figura 32. A composição química destas partículas verificadas por EED obtidas por MET, veja figura 33, mostra a presença de O, Cu, além de Cl, Si e Mg. Como já comentado, a viabilidade do processo Osprey está associada com a quase ausência de problemas com óxidos, isto porque, o teor de oxigênio nos produtos obtidos por este processo é baixo (em torno de 50 ppm), comparado aos produtos obtidos por metalurgia do pó (2000 ppm). Também existe a possibilidade de serem estas partículas, inclusões tipo óxidos complexos advindos do processo de fabricação, basicamente dos refratários usados. Pode-se notar que a matriz que contorna estas partículas foi mais dissolvida no polimento final eletrolítico. O padrão de difração de elétrons em área selecionada da partícula da figura 31 é mostrado na figura 34, evidenciando uma estrutura fina de cristalitos.



Figura 19 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando um aspecto geral da matriz, onde observa-se precipitação no subcontorno de grão e precipitados alongados no subcontorno de grão (condição como recebido).



Figura 20 - Região ampliada do subgrão central da figura 19, evidenciando os precipitados e discordâncias.



Figura 21 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando uma região da matriz destacando um subgrão com alta densidade de discordâncias e alguns precipitados dentro e fora do subgrão (condição como recebido).



Figura 22 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando uma região da matriz, onde nota-se a presença de um precipitado alongado em subcontorno de grão (condição como recebido).



Figura 23 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando uma região da matriz evidenciando precipitados em forma de bastonete e globular (condição como recebido)

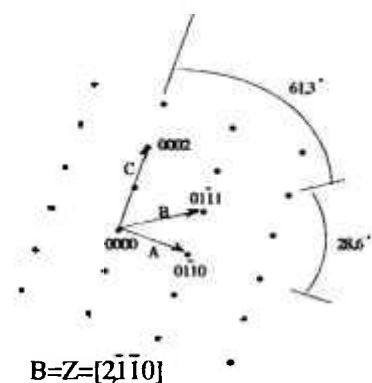


Figura 24 - Padrão de difração de elétrons em área selecionada do precipitado globular da figura 23 e respectiva solução (hcp).

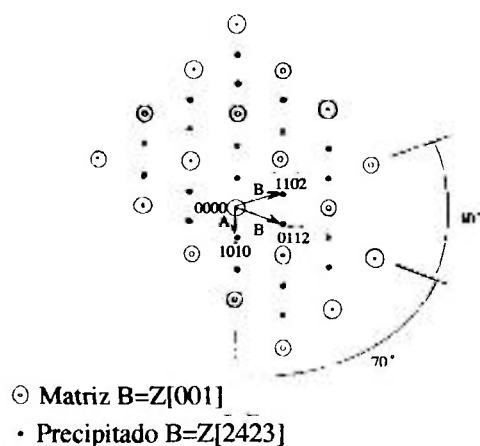
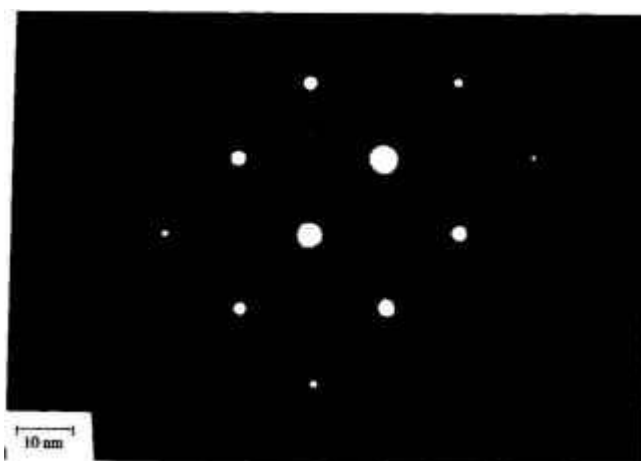


Figura 25 - Padrão de difração de elétrons em área selecionada do precipitado bastonete da figura 23 e respectiva solução.



Figura 26 - Micrografia eletrônica de transmissão de uma região da matriz onde observa-se a presença de precipitado em forma de bastonete (condição como recebido).

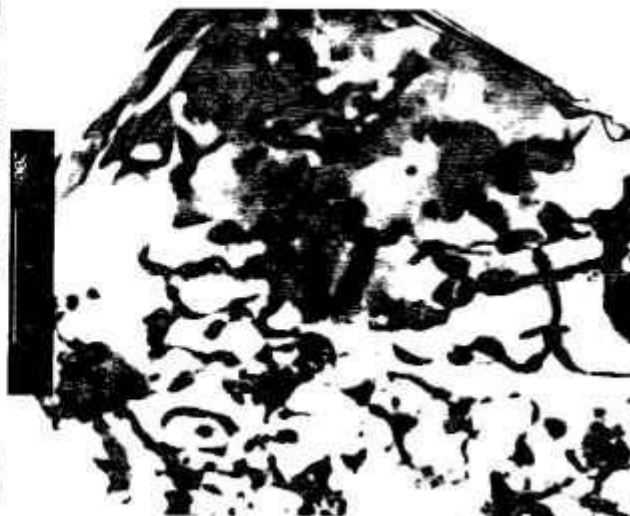


Figura 27 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando uma região da matriz, onde observa-se um subgrão com alta densidade de discordâncias de caráter helicoidal em sua maioria (condição como recebido).



Figura 28 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando o mesmo subgrão da figura 27, onde se tem em contraste os precipitados e discordâncias (condição como recebido).

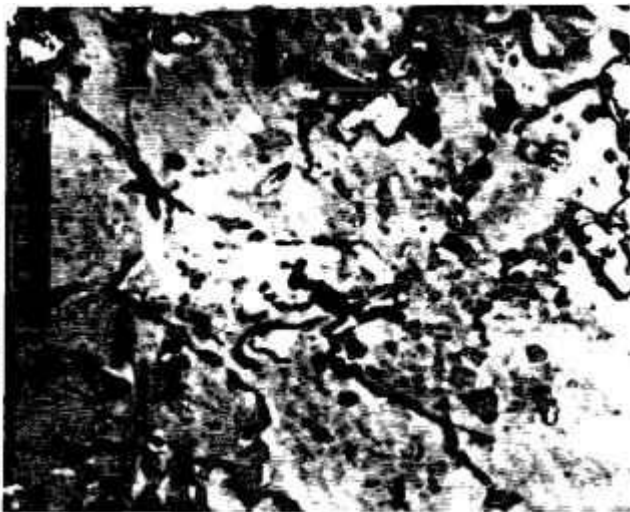


Figura 29 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando uma região da matriz, onde observa-se baixa densidade de discordâncias e alguns precipitados (condição como recebido). A seta indica as fases que foram dissolvidas preferencialmente.

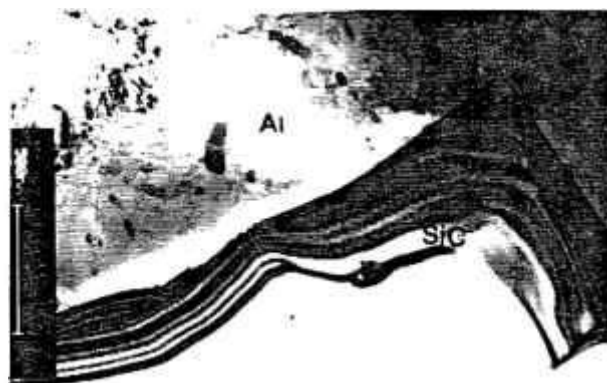


Figura 30 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando o contorno de uma partícula de SiC junto à matriz (condição como recebido).

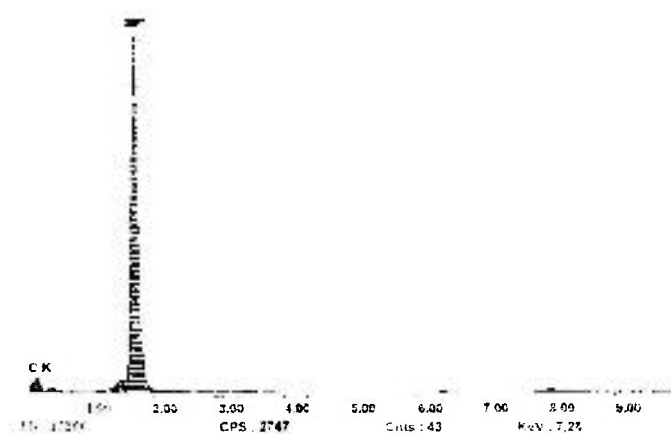


Figura 31 - EED obtido por MET da partícula de SiC da figura 30.

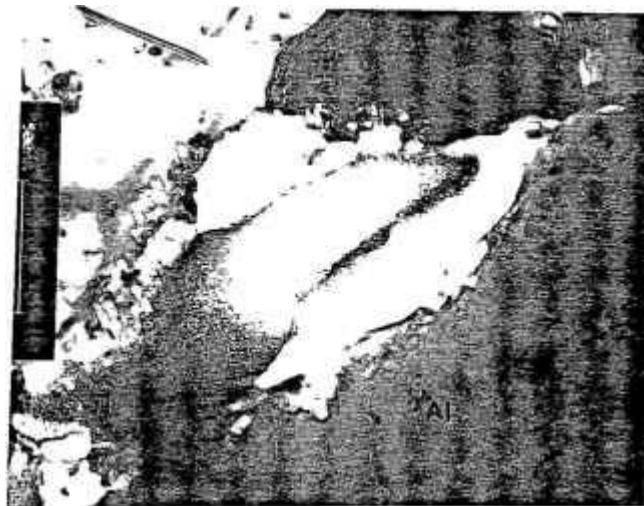


Figura 32 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando uma região da matriz, onde observa-se a presença de uma provável inclusão (condição como recebida).

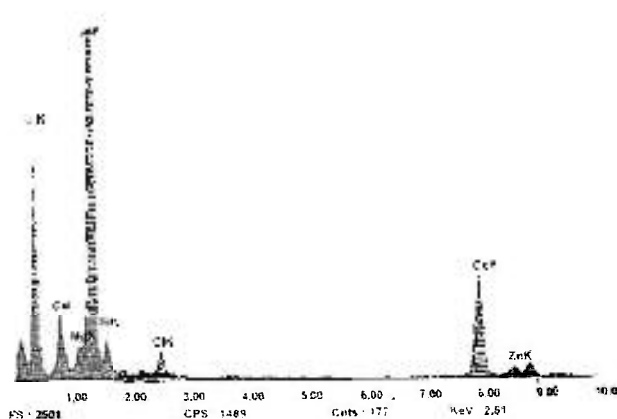


Figura 33 - EED obtido por MET da partícula da figura 32.

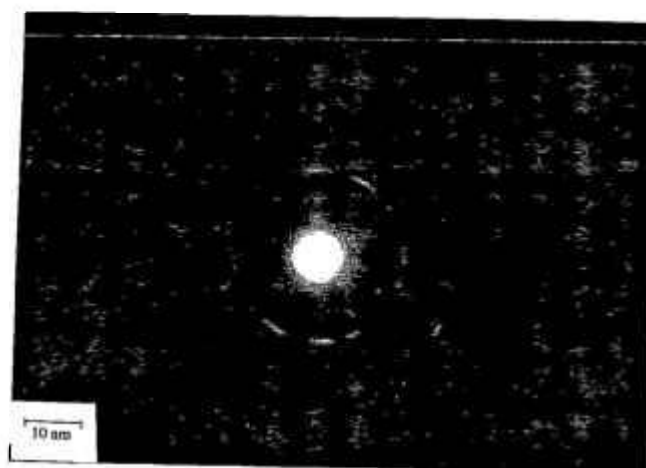


Figura 34 - Padrão de difração de elétrons em área selecionada da partícula da figura 32, mostrando a presença de cristalitos finos.

IV.3.2 - Compósito solubilizado 1 (520 °C por 2 horas)

No tratamento térmico de solubilização procura-se obter uma microestrutura do material com um mínimo de precipitados possíveis. Isto é, o objetivo deste tratamento é conseguir uma solução sólida supersaturada fora de equilíbrio. O ideal é conseguir uma solução sólida aproximadamente homogênea. Pode-se verificar por meio dos resultados obtidos por microscopia eletrônica de transmissão, veja figuras 35 a 38, que o compósito não se apresenta completamente solubilizado. O tratamento térmico de solubilização do compósito a 520 °C por 2 horas não foi suficiente para dissolver todas as partículas de segunda fase, ainda pode-se observar a presença de alguns precipitados.

Na figura 35, colocou-se as discordâncias em contraste próximos a uma partícula de SiC, estando a matriz próxima ao eixo de zona [111], nota-se a grande concentração de discordâncias nesta região e há também a presença de precipitados ao longo delas, como pode ser visto na figura 36, onde estas foram colocados em contraste, apresentando-se na maior parte na forma esférica. Na figura 37, nota-se grande concentração de discordâncias e alguns precipitados ao longo delas, confirmando que as discordâncias são locais preferenciais de nucleação heterogênea de precipitados. Os precipitados em forma de plaquetas não aparecem mais, eles foram dissolvidos nesse tratamento. Na figura 38, os precipitados foram colocados em contraste em campo escuro. Pode-se observar que certos precipitados de mesmo tipo estão na mesma orientação cristalográfica em relação à matriz. Nota-se também nesta figura, que nesta região onde há baixa concentração de discordâncias, os precipitados estão bem dispersos.

Apesar do compósito não estar completamente solubilizado, fato este relevante no processo de aceleração da precipitação, como será visto mais adiante, sua microestrutura é bem diferente da microestrutura do material como recebido.

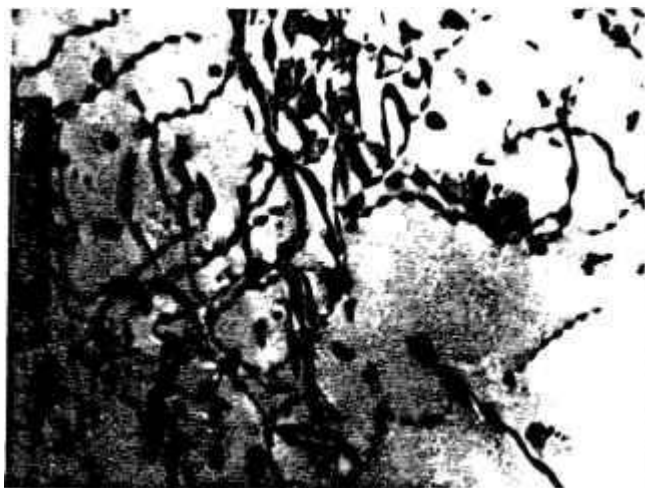


Figura 35 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra solubilizada a 520 °C por 2 horas, mostrando a alta densidade de discordâncias próximo a uma partícula de SiC.



Figura 36 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra solubilizada a 520 °C por 2 horas, mostrando precipitados de forma globular na matriz.

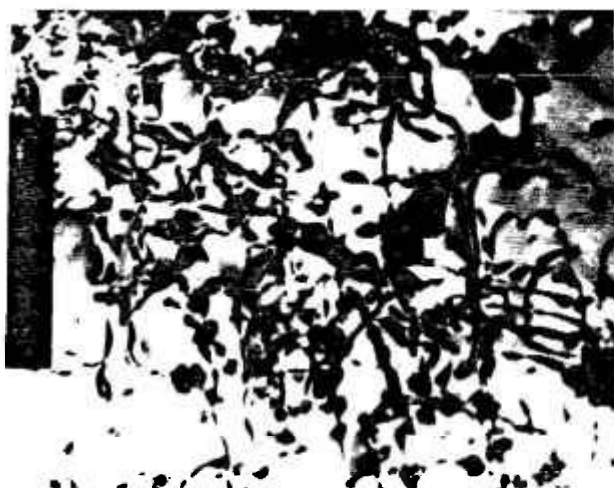


Figura 37 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra solubilizada a 520 °C por 2 horas, mostrando alta densidade de discordâncias na matriz e alta concentração de precipitados ao longo destas discordâncias.

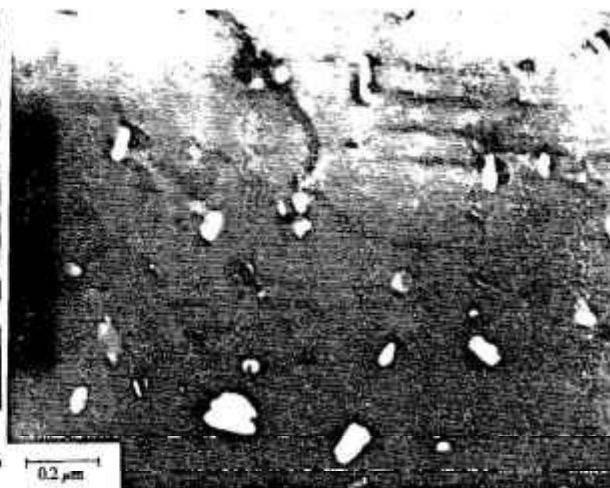


Figura 38 - Micrografia eletrônica de transmissão em campo escuro da amostra solubilizada a 520 °C por 2 horas, mostrando os precipitados na matriz.

IV.3.3 - Compósito solubilizado 2 (570 °C por 2 horas)

Nas figuras 39, 40 e 41, tem-se a microestrutura do compósito solubilizado a 570°C por 2 horas, nota-se a diferença dessa microestrutura com a do compósito a 520 °C por 2 horas. Nesta condição de tratamento de solubilização, observa-se ausência de precipitados na matriz. Os precipitados de forma esférica observados nas amostras solubilizadas a 520 °C por 2 horas não aparecem mais, podendo-se concluir que na condição a 570 °C por 2 horas houve uma melhor solubilização do compósito.

Quanto a alta densidade de discordâncias observada tanto no compósito solubilizado a 520 °C por 2 horas e no compósito solubilizado a 570 °C por 2 horas, pode-se dizer que foram introduzidas nas amostras durante resfriamento brusco em água a temperatura ambiente a partir da temperatura de solubilização. Isto devido à contração térmica da matriz e fases do reforço resultando na formação de zonas deformadas plasticamente na matriz próxima ao reforço, como visto nas figuras 39 e 40 onde tem-se a micrografia da área próxima ao SiC. Fica evidenciado a presença de emaranhados de discordâncias de caráter helicoidal e linear próximas a interface Al/SiC. O tamanho dessas zonas deformadas plasticamente e a natureza da distribuição da tensão dentro dessas zonas, depende da diferença de CET, da temperatura de solubilização, da razão de resfriamento, do tamanho, morfologia, espaçamento e distribuição das partículas de SiC na matriz de Al. Este fato foi confirmado por alguns pesquisadores ^(51,52,53,54,55).

No resfriamento brusco a partir da temperatura de solubilização, as discordâncias geradas pela diferença de CET poderiam ter-se movimentado da interface para a matriz. Isto pode ter ocorrido nestas amostras, como pode-se ver na figura 41, onde ainda tem-se alta concentração de discordâncias na matriz longe das partículas de SiC. Pode-se observar que elas se encontram mais espaçadas (não emaranhadas) comparando as discordâncias próximas ao SiC, como visto nas figuras 39 e 40.

Estas discordâncias podem ter sido geradas também, por alguma deformação ocorrida nas amostras durante o processo de preparação das lâminas finas para observação em MET, tanto no feixe de íons como por jato eletrolítico. O feixe de íons provoca aquecimento da amostra, podendo gerar discordâncias durante o resfriamento. O jato eletrolítico, pode gerar discordâncias por efeito mecânico onde pode-se ter uma partícula de SiC presa a seções finas de alumínio, que movimentando-se provocariam deformação plástica.

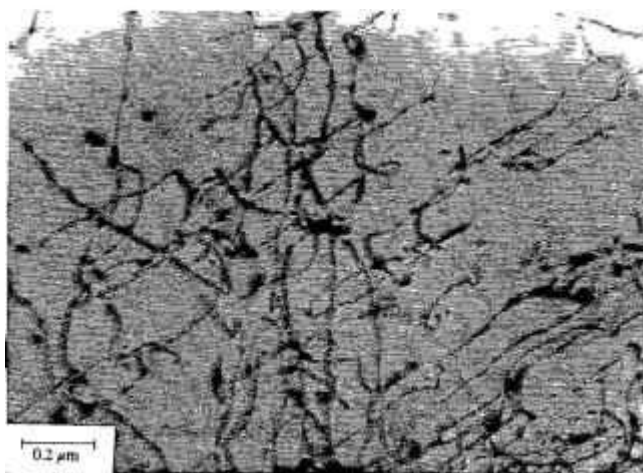


Figura 39 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra solubilizada a 570 °C por 2 horas, mostrando uma região próxima a partícula de SiC com alta densidade de discordâncias

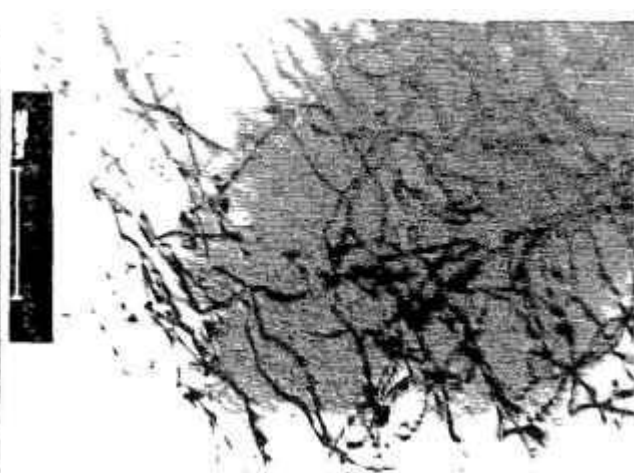


Figura 40 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra solubilizada a 570 °C por 2 horas, mostrando que a amostra está solubilizada e observa-se alta densidade de discordâncias.

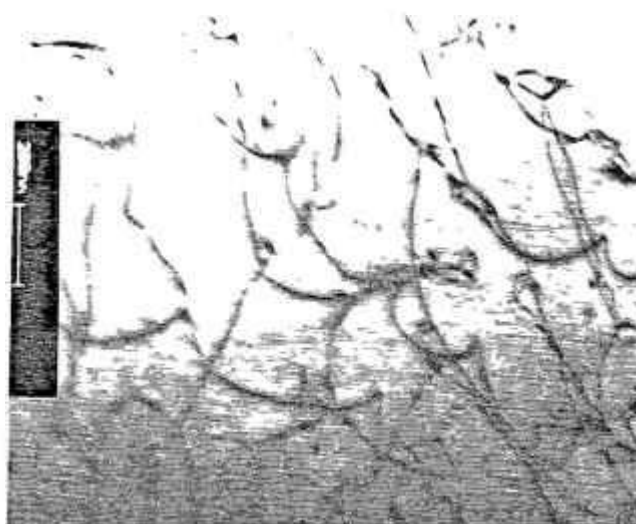


Figura 41 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra solubilizada a 570 °C por 2 horas, mostrando uma região da matriz com muitas discordâncias.

IV.3.4 - Compósito envelhecido

Na figura 42, tem-se um aspecto geral da matriz do compósito na condição envelhecida (120 °C por 24 horas) após solubilização (520 °C por 2 horas), onde pode-se notar claramente a predominância e a distribuição de precipitados finos arredondados.

Nota-se pelas figuras 42 a 45, a presença maciça de precipitados extremamente finos distribuídos uniformemente pela matriz. Sabe-se que esta precipitação inicial na matriz no estágio inicial de envelhecimento consiste em um arranjo de precipitados muito pequenos e de difícil resolução em MET, que aparecem como pontos escuros nas micrografias. Este arranjo de partículas é conhecido como zona de Guinier Preston (ZGP), e possui composição e estruturas que não são as mesmas dos precipitados estáveis finais. São partículas mais fáceis de nuclear do que o precipitado final e assim se formam primeiro. Formam-se usualmente quando o tamanho dos átomos do soluto e do solvente são aproximadamente iguais. São zonas com características metaestáveis, e sendo assim, dissolvem-se na presença de precipitados mais estáveis. Esta dissolução causa regiões livres de precipitados, visivelmente ao redor dos precipitados mais estáveis, como pode ser observado nas figuras 42 a 45. A estrutura final consiste de precipitados estáveis, os quais não contribuem significativamente para a dureza do material, como será visto posteriormente.

Rack⁽⁸³⁾, sugere que a grande concentração de discordâncias na matriz dos compósitos, criada devido a diferença de CET entre matriz de alumínio e partículas de SiC, facilita a formação da fase metaestável η' , pois servem como sítios de nucleação heterogênea de precipitados desta fase. Sendo assim durante os primeiros estágios de envelhecimento, ocorre uma competitiva formação de ZGP e as fases metaestáveis na matriz de alumínio. Conclui-se daí que, em ligas não reforçadas, a ZGP estaria mais pronunciada, isto é, que a fração volumétrica de ZGP formadas nos compósitos é significativamente menor devido provavelmente a menor concentração de lacunas.

Para Papazian e Adler⁽⁶⁹⁾ a alta densidade de discordâncias nos compósitos promove mais aniquilação de sítios para vacâncias, reduzindo assim seu número, e portanto reduzindo a ZGP nos compósitos.

Pode-se notar claramente nas figuras 42 a 45, a alta densidade de discordâncias no interior da matriz. Nas figuras 44 a 45 nota-se grande concentração de discordâncias próxima à interface Al/SiC. Estas discordâncias possuem grande influência no

desenvolvimento microestrutural e no comportamento de envelhecimento como será discutido mais a frente.

O que contribui para a alta densidade de discordância próximo a interface Al/SiC e na matriz é, como já dito anteriormente, a grande diferença de CET entre matriz de Al e partícula de SiC. No resfriamento brusco a partir da temperatura de solubilização e envelhecimento, contração térmica diferencial na matriz e reforço resulta em zona deformada plasticamente na matriz próxima ao reforço, introduzindo discordâncias. Baseado no mecanismo de formação de zona plástica, é de se esperar que a tensão plástica e por isso a densidade de discordância poderia diminuir com o aumento da distância do reforço. Isto pode ser notado nas figuras 42 e 43, cujas regiões mostradas estão a uma certa distância da interface Al/SiC, pode-se notar que as discordâncias têm caráter linear e sua concentração não é tão grande quanto as observadas nas figuras 44 e 45, onde observa-se emaranhados de discordâncias predominantemente helicoidais.

A formação de discordâncias helicoidais no compósito principalmente próximas à interface Al/SiC é facilitada provavelmente pela tensão interna causada por outras discordâncias. A densidade de discordância medida próxima às partículas de SiC foi de $7,2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$. Essa alta densidade de discordâncias próxima as partículas de SiC, indica a condensação de vacâncias durante o resfriamento brusco a partir da temperatura de envelhecimento. Esta explicação está condizente com Hong e Gray⁽⁵¹⁾, que observaram em seu trabalho com compósito Al-Zn-Mg-Cu/SiC-20 % e liga Al-Zn-Mg-Cu não reforçada, que houve um significativo aumento na concentração de discordâncias helicoidais na matriz dos compósitos em relação às ligas não reforçadas, nas mesmas condições de tratamento térmico.

Há dificuldades experimentais em se determinar a densidade de discordâncias por microscopia eletrônica de transmissão, podendo-se citar: a) necessidade de correta orientação cristalográfica e b) o efeito da espessura da amostra onde se observa as discordâncias. Também, deve-se levar em consideração que há uma variação inerente de densidade de discordâncias de lugar para lugar dentro da matriz. No presente trabalho por exemplo, a densidade é maior próximo a interface Al/SiC e diminui à medida que se distancia dela. Esta variação é especialmente crítica em compósitos com partículas largas e com fração volumétrica baixa.

Pelas figuras 42 a 45 pode-se observar além da precipitação extremamente fina (ZGP) a predominância dos precipitados globulares distribuídos pela matriz. Não se observa a presença de precipitados em forma de agulhas ou de plaquetas como visto no

material como recebido, eles foram total ou parcialmente dissolvidos no tratamento de solubilização (520 °C por 2 horas). Pode-se observar nas figuras 42 e 43 a presença de alguns precipitados pouco maiores que a maioria, sendo provavelmente precipitados estáveis presentes na amostra como recebido, que não foram dissolvidos completamente no tratamento de solubilização. Esta não dissolução total durante a solubilização dos precipitados estáveis presentes no material como recebido, pode ser um dos fatores retardadores da precipitação no compósito estudado neste trabalho, como será visto com mais detalhe em discussões posteriores.

Não se pode afirmar se uma fase nova se forma diretamente a partir de fases já existentes ou se nucleia independentemente. A precipitação a partir da solução sólida supersaturada ocorre por um processo de nucleação e crescimento. Uma vez iniciada a precipitação, a solução sólida pode perder seus átomos, tanto pelo crescimento das partículas já formadas, como pela formação de núcleos adicionais. Em outras palavras, a nucleação pode continuar a ocorrer simultaneamente com o crescimento das partículas já formadas⁽³⁸⁾.

Observa-se claramente nas figuras 44 e 45 o grande número de precipitados ao longo das discordâncias próximas as interfaces. As discordâncias auxiliam na precipitação da fase de transição η' , pois nelas, assim como nos contornos de grão, a nucleação tende a ocorrer mais facilmente, isto é, são locais preferenciais de nucleação heterogênea. Neste estágio de envelhecimento, o processo de precipitação se concentra nas regiões com mais sítios de nucleação e/ou maior densidade de discordâncias.

Nas figuras 46 e 47, pode-se observar que além da precipitação extremamente fina (ZGP) a presença de grande precipitação em contorno de grão. Os precipitados em contorno de grão crescem pela difusão de soluto da matriz para os precipitados, levando assim a diminuição contínua de concentração de soluto na matriz. A presença de precipitados finos nos contornos de grãos não foi verificado nas amostras dos compósitos como recebido, deduzindo-se que no tratamento térmico de envelhecimento os contornos de grãos assim como as discordâncias tornaram-se locais preferenciais de nucleação heterogênea. Hill⁽³⁸⁾, afirma que, em alguns materiais o fenômeno de endurecimento por precipitação é mais complicado pelo fato de que a nucleação ocorre tanto homogênea como heterogeneamente. Os locais preferenciais para a nucleação heterogênea como já foi dito anteriormente nestas ligas são os contornos de grão e os planos de escorregamento. Como a nucleação heterogênea é mais fácil, a precipitação tende a ocorrer mais rapidamente nestes locais. Isto introduz um lapso de tempo entre a resposta ao

envelhecimento de áreas sob nucleação homogênea e heterogênea e, assim frequentemente ocorre superenvelhecimento nos contornos de grão, antes que a precipitação da matriz tenha tido chance de se completar. Este aspecto do processo de precipitação pode afetar a maioria das propriedades mecânicas do material principalmente a ductibilidade. Observa-se na figura 46 a presença de uma região clara que, possivelmente era ocupada por uma fase que foi preferencialmente dissolvida no afinamento final eletrolítico.

Assim como na figura 46, observa-se na figura 47 a presença de zonas livres de precipitação nos contornos de grão. Estas zonas livres de precipitados (PFZ) são normalmente encontradas adjacentes aos contornos de grão nos materiais envelhecidos e superenvelhecidos. Estas zonas são menos energéticas que o restante do grão e pode promover a fratura prematura intercristalina no material⁽⁵¹⁾.

Na figura 48, tem-se a presença de um precipitado que se destaca dos demais, tanto em tamanho como em formato, sendo provavelmente um precipitado primário complexo e insolúvel, cuja composição química pode ser visto no espectro obtido por EED no MET, veja figura 49, onde se observa a presença de Cr, Mg, Cu e Zn.



Figura 42 - Micrografia eletrônica de transmissão onde tem-se um aspecto geral da matriz do compósito envelhecido, mostrando grande precipitação e alta concentração de discordâncias lineares.

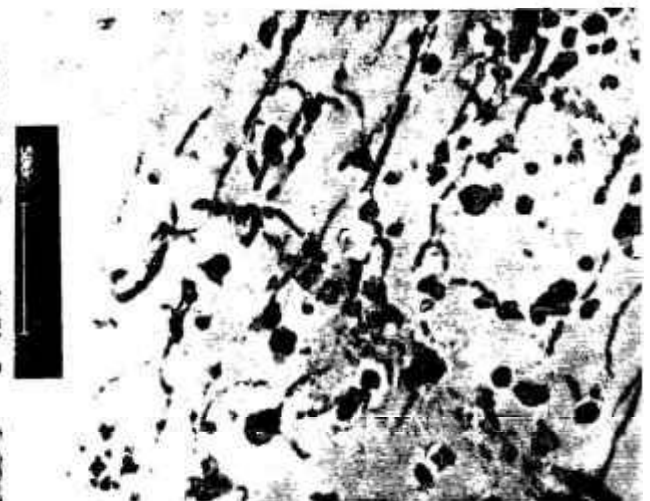


Figura 43 - Micrografia eletrônica de transmissão onde tem-se um aspecto geral da matriz do compósito envelhecido, evidenciando os precipitados esféricos e discordâncias.



Figura 44 - Micrografia eletrônica de transmissão onde tem-se uma região próxima a interface Al SiC do compósito envelhecido, mostrando alta densidade de discordâncias e grande precipitação.

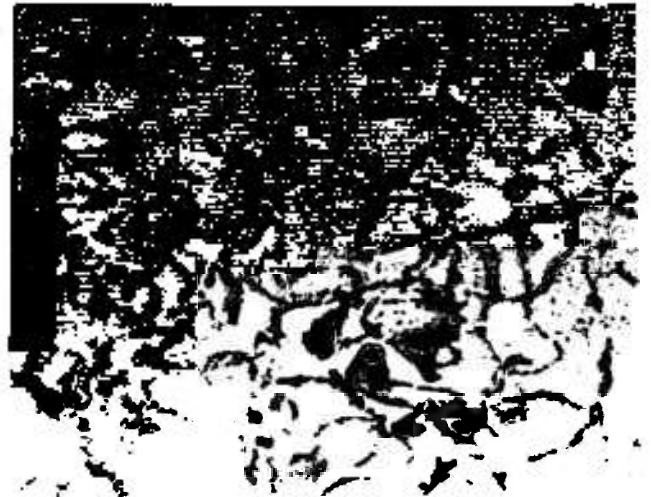


Figura 45 - Micrografia eletrônica de transmissão do compósito envelhecido onde tem-se uma região próxima a interface Al SiC com alta densidade de discordâncias helicoidais e alguns precipitados.

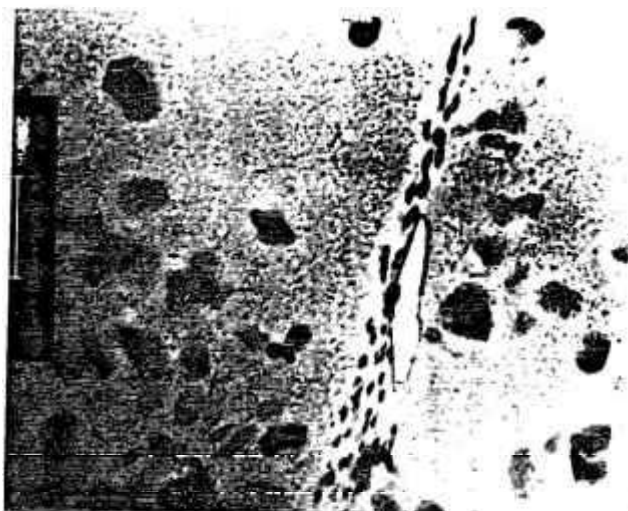


Figura 46 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra do compósito envelhecido onde tem-se uma região da matriz evidenciando precipitação fina em contorno de grão.

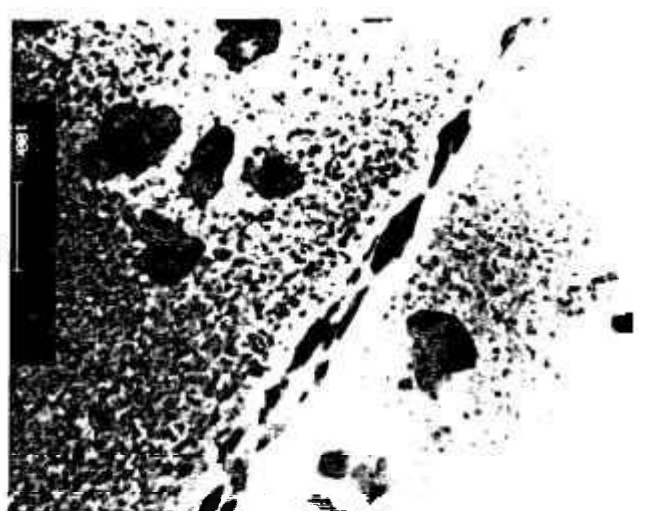


Figura 47 - Micrografia eletrônica de transmissão do compósito envelhecido onde tem-se uma região da matriz, mostrando precipitação em contorno de grão e regiões ao longo dele livres de precipitação.

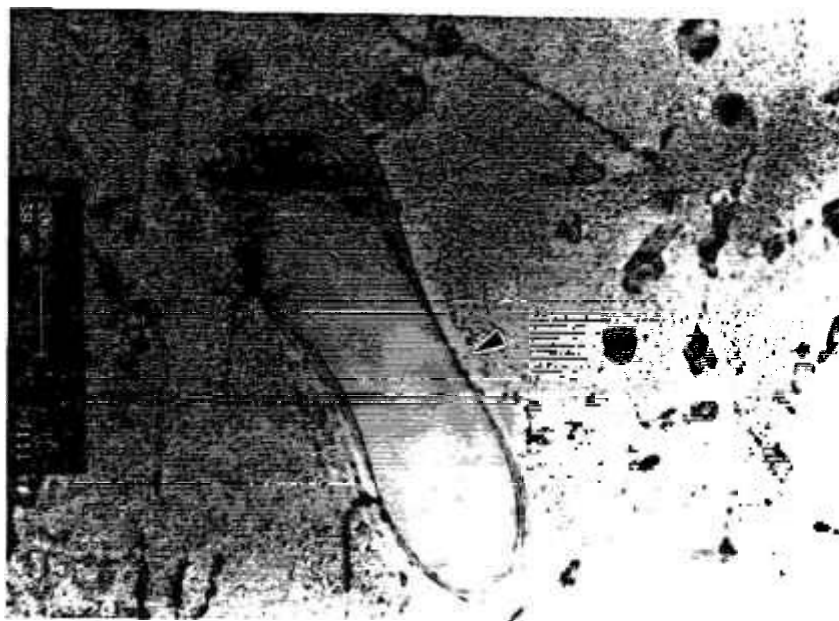


Figura 48 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra do compósito envelhecido onde tem-se uma região da matriz, mostrando a presença de um precipitado diferenciado.

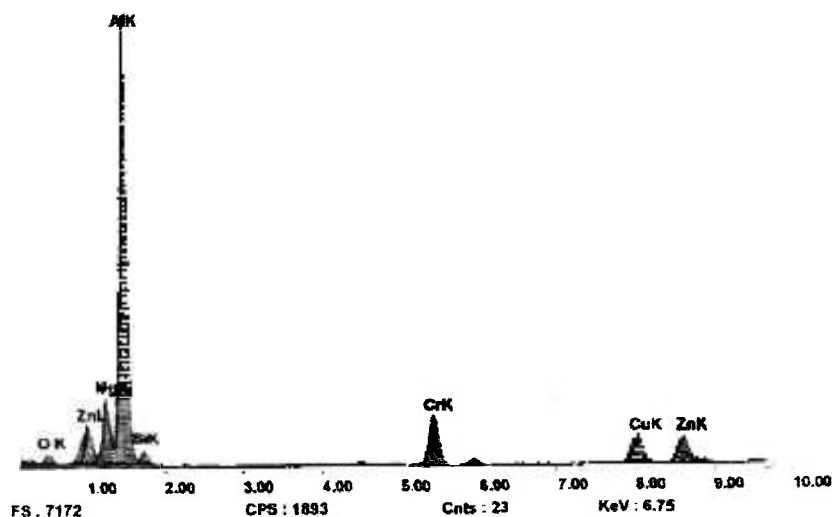


Figura 49 - EED obtido por MET do precipitado da figura 48.

IV.3.5 - Compósito superenvelhecido 1 (150 °C por 10 horas)

Na figura 50, tem-se a microestrutura da amostra do compósito na condição superenvelhecida (150 °C por 10 horas) após envelhecimento (120 °C por 24 horas). Pode-se observar a presença ainda bem pronunciada da precipitação extremamente fina (ZGP) distribuída uniformemente pela matriz como visto na condição envelhecida. Esperava-se que esta precipitação (ZGP) não fosse tão pronunciada nesta condição superenvelhecida, e sim que ela desaparecesse parcialmente e fosse substituída por outras fases mais estáveis.

Flom e Arsenault⁽⁸⁴⁾, verificaram que o processo de produção via M/P acelera a dissolução da ZGP, isto porque a formação e cinética da dissolução destas fases são aceleradas por um aspecto não identificado do processo M/P. Também verificaram que as reações de formação e dissolução de ZGP são menos energéticas nos materiais contendo SiC, isto é, que a fração volumétrica da ZGP é reduzida pela presença de SiC.

É bem claro pela figura 50, que os precipitados cresceram, e que alguns deles tomaram a forma de plaquetas, os quais não estavam presentes nas amostras solubilizadas e envelhecidas. Observa-se também nesta figura, algumas regiões livres de precipitação ao redor dos precipitados maiores, os quais o crescimento foi favorecido pela perda de soluto das regiões da matriz ao seu redor. Na figura 51, pode-se notar além da ZGP, alguns precipitados de forma um tanto irregular na matriz e precipitados alongados em contorno de grão, os quais aparecem também na figura 52, onde pode-se observar também, além da ZGP, precipitados de forma irregular na matriz e regiões claras que provavelmente eram ocupadas por fases que foram dissolvidas preferencialmente no afinamento final eletrolítico.

Tanto na figura 52 quanto na figura 53, pode-se observar claramente as zonas livres de precipitados nos contornos de grão. Este empobrecimento de soluto nas regiões adjacentes aos contornos de grão é, como já discutido, uma consequência da rápida precipitação em contorno de grão e parece ser aparentemente mais pronunciada nestas amostras superenvelhecidas do que nas envelhecidas. Esta grande precipitação em contorno de grão pode ser um dos fatores que contribuíram para a desaceleração de envelhecimento observada no compósito estudado neste trabalho. Isto é, uma parte significativa do soluto pode encontrar-se na segunda fase nos contornos de grão, prejudicando a precipitação na matriz.

Como já dito anteriormente, observa-se pelas figuras 50 e 51, que os precipitados cresceram em relação à condição envelhecida, e que houve a formação de precipitados em

forma de plaquetas, os quais não estavam presentes nas amostras solubilizada e envelhecidas. Entretanto, este aumento em tamanho e diminuição em número de precipitados no compósito aqui estudado não foi tão pronunciado quanto em trabalhos anteriores com ligas de Al e com compósitos, onde se verificou aceleração de precipitação, em condições semelhantes de tratamento térmico. Em outras palavras, esperava-se que a substituição dos precipitados η estáveis presentes na amostra envelhecida pelos precipitados η estáveis fosse mais pronunciada nesta condição superenvelhecida. Mesmo porque, a dureza do compósito aqui estudado aumenta nesta condição de superenvelhecimento, como será visto com mais detalhes em discussões posteriores, levando-nos a concluir que, nesta condição, de tratamento térmico, não só houve pouco crescimento de precipitados como também houve possivelmente nucleação de novos precipitados.

Não se deve esquecer que no tratamento de solubilização (520 °C por 2 horas), não foram dissolvidos completamente os precipitados η estáveis presentes nas amostras do compósito como recebido, podendo ser estes possivelmente alguns dos precipitados maiores observados na condição envelhecida e os precipitados em forma de plaquetas observados na condição superenvelhecida, que cresceram devido a segregação de soluto da matriz.

É muito difícil identificar os mecanismos que controlam a cinética de precipitação em ligas não reforçadas e em compósitos, sendo assim serão discutidos os possíveis fatores que provocaram a baixa cinética de precipitação observada no compósito aqui estudado comparando com trabalhos realizados anteriormente por alguns pesquisadores.

A grande segregação de Mg para a interface Al/SiC para a formação de MgO e Mg_2Si , pode ser um dos fatores significativos que contribuíram para a baixa cinética de aceleração de envelhecimento observada no compósito aqui estudado. Esta segregação de Mg para a interface pode ter promovido o empobrecimento deste elemento na matriz, impossibilitando a nucleação de novos precipitados e até mesmo impossibilitando o crescimento de alguns já existentes, pois não se sabe se os precipitados existentes se formaram diretamente a partir de fases já existentes ou se nuclearam independentemente. Esta grande segregação de Mg para a interface Al/SiC para a formação de Mg_2Si e MgO, foi proposta por Hong e Gray⁽⁵¹⁾, para explicar a baixa cinética de envelhecimento observada no compósito (Al-Zn-Mg-Cu / SiC_p - 20 % - produzidos por M/P), em relação às ligas não reforçadas (Al-Zn-Mg-Cu) que estudaram. Eles também propuseram que a

desaceleração de envelhecimento observada também poderia ter sido influenciada pela pouca interação do Zn com as discordâncias, devido ao pouco desajuste atômico.

Na figura 54, pode-se observar a interface Al/SiC na amostra superenvelhecida. Nela tem-se uma fase cujo EED obtido por MET, veja figura 55, evidencia a presença de Mg, Si e O, além do Al. Podendo ser partículas de MgO e partículas de SiO₂ ou partículas de MgO e Mg₂Si associadas.

Nutt e Carpenter⁽⁶⁰⁾, sugeriram que a presença de partículas de MgO observadas na interface Al/SiC poderia ser atribuída à redução de Al₂O₃. Estas fases óxidas são normalmente incorporadas nos produtos obtidos por M/P devido as superfícies óxidas estarem inevitavelmente presentes nos pós de Al da liga. Em ligas de Al contendo Mg as superfícies dos filmes óxidos geralmente consistem de MgO e Al₂O₃. Mesmo sabendo que existem poucos problemas associados com óxidos nos materiais produzidos por Osprey comparado aos produzidos por outras rotas como M/P, não se deve desconsiderar estes problemas, mesmo porque, nas partículas de SiC existe uma camada de SiO₂, que podem ter sofrido uma redução, favorecendo assim o aumento da quantidade de Si na matriz e promovendo então a formação das fases MgO e Mg₂Si.

Não se pode descartar também a possibilidade da existência de Al₂O₃ na interface Al/SiC e a sua possível dissolução, podendo assim ter contribuído também para a formação de MgO e Mg₂Si.

A fase Mg₂Si pode ser vista claramente na figura 56, onde tem-se os EED obtidos por MET, veja figuras 57, 58 e 59, da fase Mg₂Si, da partícula de SiC e da matriz, respectivamente. Observa-se também, pela figura 59, que mesmo na matriz próxima à interface Al/SiC existe uma quantidade de Mg, indicando que a segregação de Mg para a interface é grande. Esta fase Mg₂Si é um agente endurecedor e está sempre muito presente nas interfaces Al/SiC de compósitos com ligas da série 6xxx, isto porque, a quantidade de Mg na matriz destes materiais é muito grande. Este composto Mg₂Si é cúbico de faces centradas, duro e frágil. É um composto intermetálico típico, com aproximadamente 36 % de Si e 64 % de Mg⁽⁸⁵⁾.

Outro fator que pode ter contribuído para a desaceleração de precipitação verificada no compósito estudado neste trabalho é a incompleta solubilização sofrida pelas amostras no tratamento de solubilização (520 °C por 2 horas). Alguns pesquisadores⁽⁸²⁾ trabalharam com compósitos Al 2014/SiC_p - 15 % e ligas Al 2014 não reforçadas, ambos produzidos por conformação por “spray”, e observaram através de medidas de microdureza que os compósitos após solubilização a 502 °C por 40 minutos, mostraram aceleração de

precipitação, enquanto que, após solubilização a 475 °C por 40 minutos, mostraram desaceleração de precipitação. Eles propuseram que a temperatura de 475 °C, houve uma incompleta solubilização nas amostras do compósito, sendo assim, possivelmente algumas fases já existentes η estáveis no material como recebido não foram totalmente dissolvidas neste tratamento de solubilização. Portanto, após resfriamento a partir da temperatura de solubilização, a quantidade de elementos para formar a fase η' metaestável foi reduzida, levando assim ao retardamento do processo de precipitação, aumentando o pico do tempo de envelhecimento, e ao mesmo tempo, reduzindo o pico de dureza. Nas ligas não reforçadas, embora a não dissolução de algumas fases η estáveis também ocorram, o comportamento de envelhecimento não foi tão significativo, isto porque a fase ZGP mais pronunciadas nestas ligas do que no compósito não foi afetada pela fase η estável residual.

Quanto ao compósito estudado aqui, é perfeitamente plausível que isto tenha ocorrido, pois como já dito, as amostras envelhecidas e superenvelhecidas analisadas sofreram antes o tratamento de solubilização (520 °C por 2 horas), onde pode-se observar que realmente não houve completa solubilização, pois observou-se que havia ainda alguma precipitação das fases η estáveis, as quais podem ter prejudicado a formação da fase η' metaestável no envelhecimento, assim como a formação de precipitados η estáveis no superenvelhecimento.

A influência do tamanho e fração volumétrica das partículas de reforço na cinética de envelhecimento dos CMM não têm sido muito estudados. Há poucos trabalhos sugerindo que o tamanho do reforço não tem grande efeito. Quanto a fração volumétrica de reforço, é de esperar que aumentando a fração volumétrica aumente a cinética de precipitação, pois deve haver mais discordâncias geradas pelas diferenças de CETs entre reforço e matriz, isto é, no envelhecimento artificial seria de esperar que as discordâncias auxiliassem na precipitação das fases de transição. Se levássemos em consideração isto, seria de esperar que se observasse aceleração de precipitação no compósito estudado neste trabalho, pois a fração volumétrica das partículas de SiC como já dito é alta (aproximadamente 20 %), sendo assim, seria grande a cinética de precipitação neste compósito devido à difusão pelos núcleos de discordâncias e pelas interfaces matriz/reforço, como observado por alguns pesquisadores⁽⁸⁶⁾. Yoshimura⁽⁶⁾, por exemplo, observou uma cinética mais lenta para o compósito com menor fração volumétrica (Al - 6063/SiCp- 5 %) do que o compósito com fração volumétrica maior (Al- 6063/SiC- 20 %),

ambos produzidos por metalurgia do pó. Reihani e Merle⁽⁸⁷⁾ afirmaram que as discordâncias influenciaram na taxa de nucleação, mas não influenciaram na cinética de crescimento da fase de transição (pouco efeito na difusão).

Por outro lado, poderia também, se esperar uma cinética mais lenta quando as interfaces e as discordâncias geradas atuassem como sumidouros de lacunas providas do resfriamento brusco a partir da temperatura de solubilização, o que inibiria a nucleação de precipitados.

Frente aos fatos constatados na literatura e aqui neste trabalho, pode-se afirmar que a cinética de precipitação em compósitos e em ligas não reforçadas, ainda não está totalmente elucidado, requerendo mais estudos para se confirmar e esclarecer as contradições que ainda aparecem.

Na figura 60, tem-se a interface Al/SiC, onde nota-se a presença de algumas fases. Por EED obtido por MET, veja figura 61, constata-se além de Si, Al, O e Mg, a presença de Zn e Cu. O Zn é o elemento majoritário após o Al na liga do compósito estudado aqui, é de esperar então que ele seja o elemento mais importante na constituição dos principais precipitados do compósito, e isso foi verificado neste trabalho. Porém, em outros trabalhos, não se verificou a presença de Zn na interface Al/SiC, e a justificativa para isso é que o Zn tem um pequeno desajuste de tamanho atômico na liga de Al, e que por isso também não interagem com as discordâncias, favorecendo assim para a baixa cinética de precipitação observada. O Zn detectado na interface do trabalho aqui estudado deve ser da própria matriz. Quanto ao cobre, tem-se observado sua presença na interface. Park and Ardell, observaram que a ausência de átomos de Zn e Cu nos contornos de grão das ligas Al-Zn-Mg-Cu foi muito grande. Infelizmente não foi possível investigar a composição química dos precipitados nos contornos de grão, no compósito aqui estudado, em parte devido ao tamanho diminuto dos mesmos.

Na figura 62, tem-se a presença de um precipitado na matriz da amostra superenvelhecida, cujo o EED obtido por MET, veja figura 63, evidencia a presença de Zn, Cu e Mg, nos levando a sugerir que são provavelmente as fases η estáveis Mg (Zn, Cu)₂, frequentemente encontradas em amostras superenvelhecidas de ligas Al-Zn-Mg-Cu e em compósitos com estas ligas. Outro trabalho, observou-se que estas fases estão mais pronunciadas em ligas Al-Zn-Mg-Cu do que em compósitos com estas ligas. Foi proposto que a diferença da quantidade de Mg na matriz da liga e do compósito poderia ser a causa da maior quantidade destas fases nas ligas.

Observou-se na matriz das amostras superenvelhecidas, a presença de alguns precipitados grandes, veja figura 64, podendo-se constatar através do EED obtido por MET, veja figura 65, a presença de Fe, Zn, Cr, Cu e Si. O pico maior de Fe, nos leva a sugerir que sejam provavelmente fases insolúveis Al_7Cr_2Fe ou $FeAl_3$ que são frequentemente observadas em ligas Al-Zn-Mg-Cu.

Na figura 66, além de se observar a ZGP e alguns precipitados maiores, tem-se também alguns danos causados pelo feixe de ions (efeito escama de peixe).



Figura 50 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), onde observa-se a ZGP e alguns precipitados em forma de plaquetas na matriz.



Figura 51 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), mostrando além da ZGP precipitados na matriz e nos contornos de grão.

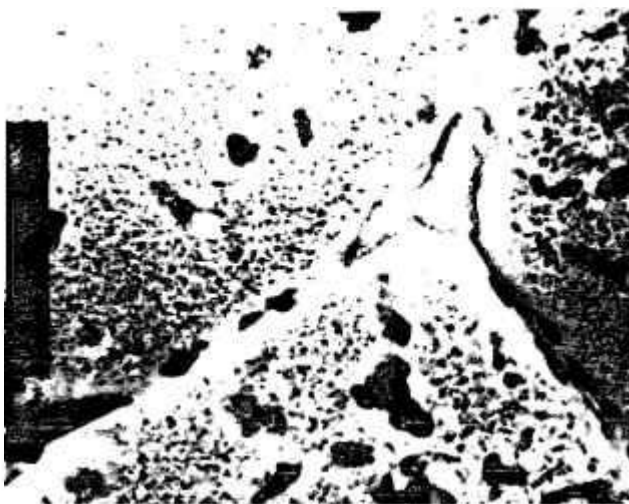


Figura 52 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), mostrando além da ZGP precipitados na matriz e nos contornos de grão.



Figura 53 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), onde nota-se um contorno de grão livre de precipitação.

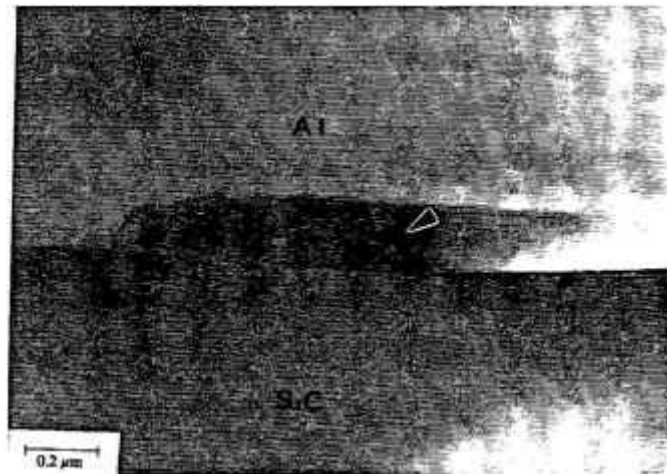


Figura 54 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), mostrando uma fase presente na interface Al SiC.

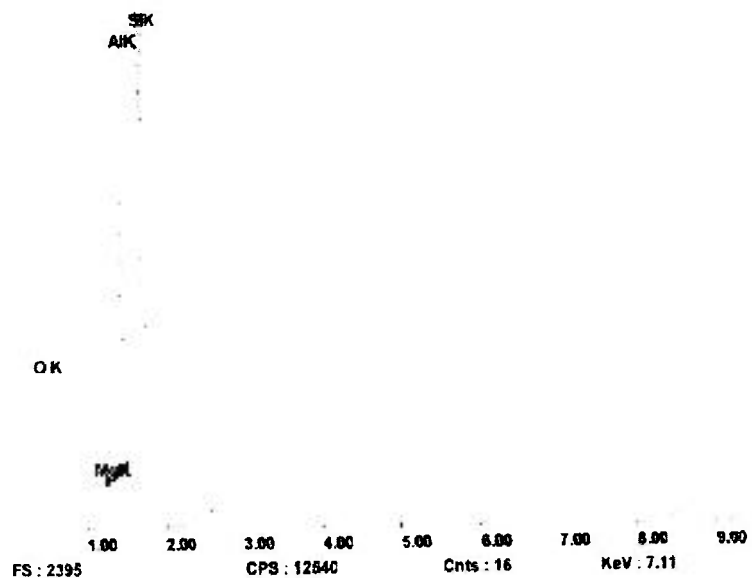


Figura 55 - EED obtido por MET da fase presente na interface Al SiC da figura 54, onde tem-se a presença de Si, O, Mg e Al.



Figura 56 - (a) Microestrutura da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), onde tem-se na interface Al/SiC a presença da fase Mg_2Si .

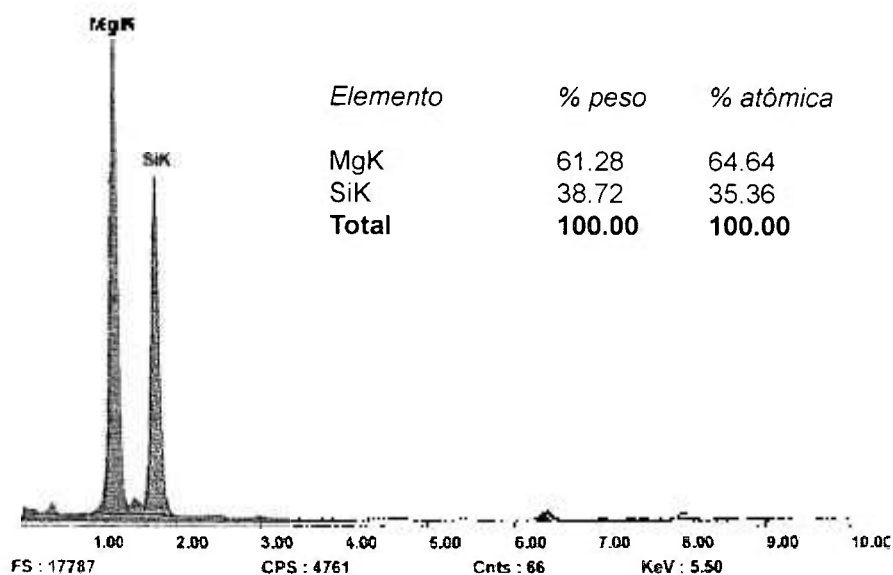


Figura 57 - EED obtido por MET da fase Mg_2Si presente na interface Al/SiC, da figura 56.

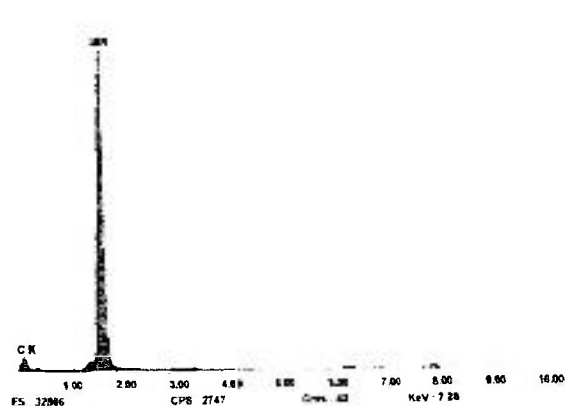


Figura 58 - EED obtido por MET da partícula de SiC da figura 56.

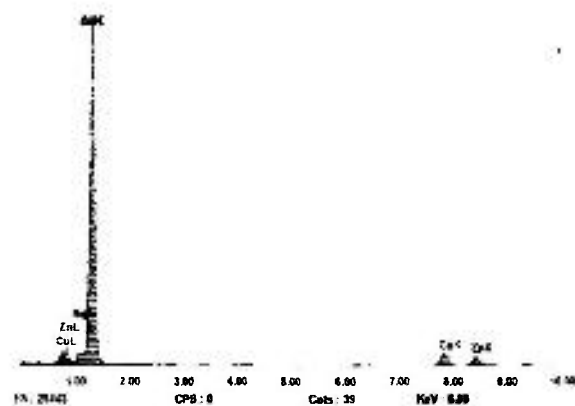


Figura 59 - EED obtido por MET da matriz próxima à interface Al-SiC da figura 56.

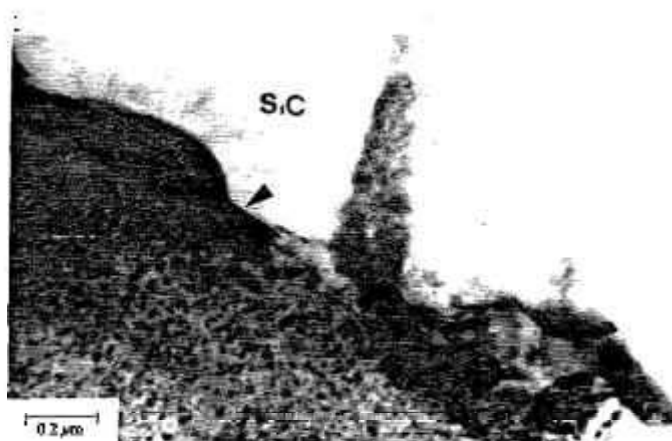


Figura 60 - Microestrutura da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), onde observa-se a presença de algumas fases na interface Al-SiC.

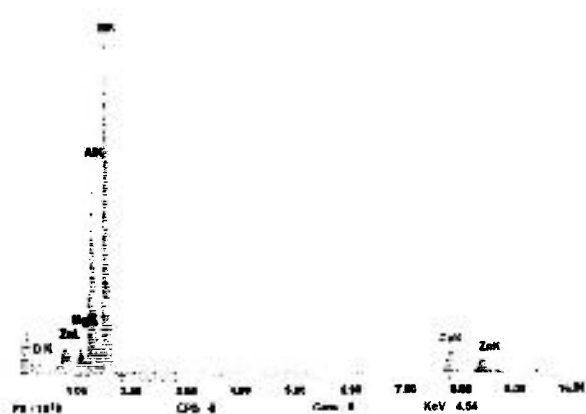


Figura 61 - EED obtido por MET de uma das fases presentes na interface Al-SiC da figura 60.

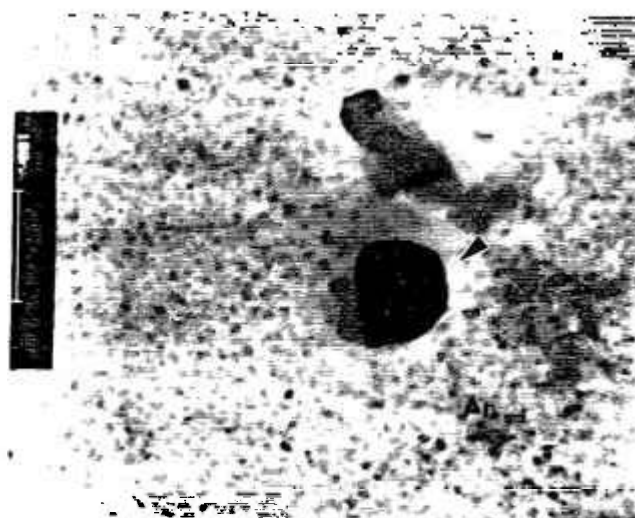


Figura 62 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), onde tem-se na matriz a presença de alguns precipitados.

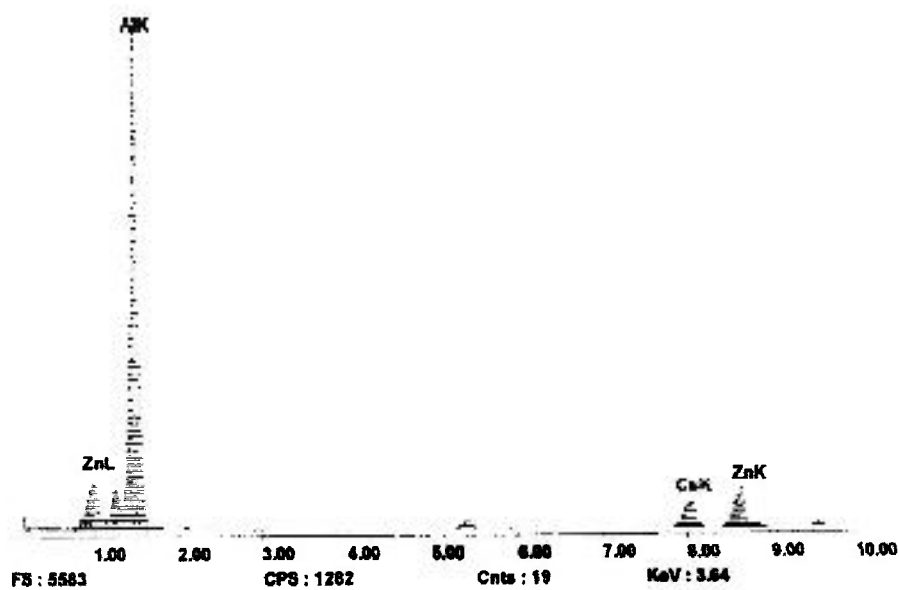


Figura 63 - EED obtido por MET do precipitado da figura 62.



Figura 64 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), mostrando a presença de um grande precipitado na matriz.

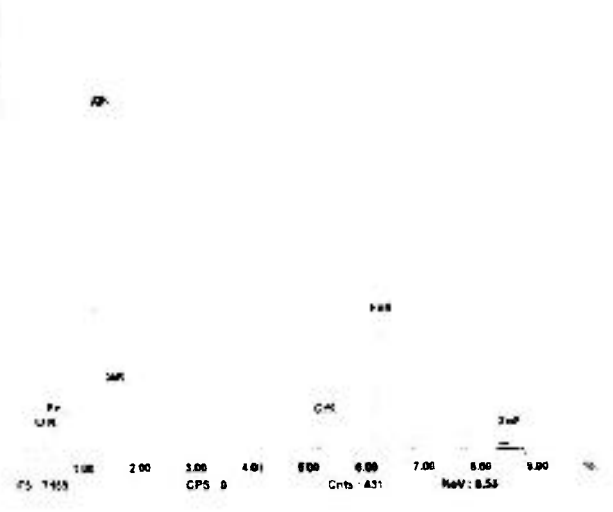


Figura 65 - EED obtido por MET do precipitado grande presente na matriz da figura 64.



Figura 66 - Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (150 °C por 2 horas), mostrando além da ZGP e precipitados maiores na matriz a presença também de danos causados pelo feixe de íons.

IV.3.6 - Compósito superenvelhecido 2 (250 °C por 10 horas)

Foi realizado um segundo superenvelhecimento após envelhecimento, com o intuito de verificar as diferenças na microestrutura em relação ao primeiro estágio (520 °C por 10 horas). Na figura 67, têm-se uma micrografia eletrônica de transmissão em campo escuro de uma região de uma amostra superenvelhecida (570 °C por 10 horas). Pode-se observar que os precipitados tornaram-se maiores, mostrando que o superenvelhecimento propriamente dito ocorreu neste segundo estágio.

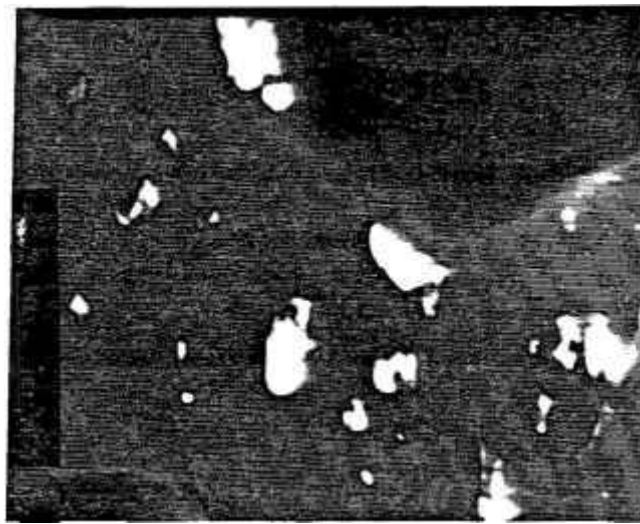


Figura 67 - *Micrografia eletrônica de transmissão da amostra superenvelhecida (250 °C por 10 horas), mostrando a presença de precipitados na matriz.*

IV.4 - Análise por microscopia eletrônica de varredura

IV.4.1 - Compósito como recebido

Na figura 68, tem-se um aspecto geral da microestrutura da secção longitudinal da amostra do material compósito como recebido. Nota-se a presença de muitas partículas de segunda fase na matriz (fase cinza claro) e algumas regiões escuras no interior dos aglomerados de SiC (fase cinza escuro), podendo ser vazios.

A microestrutura da secção transversal da amostra do material como recebido é mostrada na figura 69. Pode-se observar com mais clareza a grande quantidade de partículas de segunda fase em tons cinza claro, distribuídas pela matriz e algumas fases escuras adjacentes às partículas de SiC.

Tanto as fases escuras de tamanho aproximado de $5\text{ }\mu\text{m}$ associadas às partículas de SiC e as partículas de segunda fase distribuídas pela matriz, estão mais evidentes na figura 70, onde tem-se com maior ampliação uma região da microestrutura da secção transversal da amostra. Por espectroscopia de energia dispersiva (EED) obtido por MEV, verificou-se que as fases cinza claro associadas às partículas de SiC são ricas em Fe e Cu, conforme EED da figura 71, podendo ser fases intermetálicas como FeAl_3 , Al_7CuFe_6 , e outras ricas em Zn, Cr e Mg, conforme EED da figura 72, podendo ser as fases intermetálicas $\text{Al}_{12}\text{MgCr}$ e $\text{Al}_7\text{Cr}_2\text{Fe}$.

Em trabalhos com ligas AA7475 e AA7050, verificou-se a presença de compostos intermetálicos (tamanhos de 5 a $20\text{ }\mu\text{m}$) nas ligas AA7475, e constatou-se que essas fases eram Al_7CuFe , Mg_2Si e FeAl_6 , resultado da presença de impurezas de Fe e Si. A fase Al_2CuMg não foi encontrada em ligas AA7475, porém ocorreu precipitação desta fase em ligas AA7050 durante o lento resfriamento à baixa temperatura de deformação de processamento. A não formação de intermetálicos em ligas AA7475, deve-se à baixa quantidade de Cu nesta liga quando comparada à liga AA7050 e ao tratamento de homogeneização usado^(88,89).

Quanto às partículas de segunda fase claras distribuídas pela matriz, distantes das partículas de SiC, o EED revelou que algumas são ricas em Zn, Cr e Mg, semelhantes às aquelas observadas associadas ao SiC, podendo ser a fase $\text{Al}_{12}\text{MgCr}$ e outras ricas em Mg e Zn, podendo ser a fase MgZn_2 .

Outros trabalhos com ligas da série 7XXX obtidos por conformação por “spray”. Verificou-se a presença de intermetálicos finos ($\sim 0,05$ a $0,5 \mu\text{m}$) dispostos na matriz e que continham frequentemente metais de transição como Cr e Mn, exemplos: $\text{Al}_2\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ e $\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$. Estes intermetálicos dispersos podem servir para retardar a recristalização e crescimento de grãos durante o processamento e tratamentos térmicos das ligas de Al da série 7XXX. Esses intermetálicos também podem influenciar as propriedades mecânicas destas ligas devido a sua fragilidade. Verificou-se também nestas ligas, a presença de compostos intermetálicos grosseiros ($\sim 0,5$ a $10 \mu\text{m}$) que são formados principalmente durante a solidificação na conformação por “spray” e também a presença de compostos insolúveis como: $(\text{Mn}, \text{Fe}) \text{Al}_6$, FeAl_3 , $\text{Al}(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Si}$, $\text{Al}_7\text{Cr}_2\text{Fe}$ e intermetálicos solúveis como CuAl_2 , Mg_2Si e Al_2CuMg ⁽⁸⁵⁾.

Foram feitas várias análises por EED ao longo de alguns intermetálicos associados ou não às partículas de SiC. Os dados de várias análises foram utilizados para plotar os gráficos soluto versus solvente, veja figura 73, onde têm-se os gráficos obtidos de alguns intermetálicos associados às partículas de SiC e longe das partículas de SiC, respectivamente. Para os intermetálicos associados às partículas de SiC, observou-se que eram compostos por Fe e Cu, como observado no EED da figura 71. Apesar destes intermetálicos dissolverem a matriz de alumínio, este elemento aparece em grande quantidade nas análises, e o Mg que aparece no espectro é provavelmente da fase Mg_2Si existente na interface Al/SiC. Pelas análises feitas dos intermetálicos distantes das partículas de SiC, notou-se a presença de Mg, Zn e Cr, como observado no EED da figura e não foi verificada a presença de Fe.

Esta técnica de análise de dados por gráfico soluto versus solvente^(90,91), neste caso não serve para determinar a composição química dos intermetálicos, pois como já dito, os intermetálicos dissolvem alumínio da matriz em grande quantidade, entretanto, os dados obtidos puderam ser linearizados e extrapolados para 100 % da matriz, veja figuras 73A e 73B, onde têm-se os gráficos obtidos de alguns precipitados analisados.

Na figura 74, pode-se observar a presença de porosidade na microestrutura da amostra do compósito como recebido. Esta porosidade pode ser devida aos aglomerados de SiC. Uma característica microestrutural frequentemente associada com as microestruturas atomizadas e depositadas por “spray” é a presença de uma quantidade finita de porosidade não “interconectada”. Essa porosidade depende⁽⁸⁶⁾: (a) das propriedades termodinâmicas do material; (b) das propriedades termodinâmicas do gás

atomizado e (c) dos parâmetros do processo. Embora a origem da porosidade não ter sido bem entendida, evidências experimentais sugerem que a porosidade pode ser atribuída a porosidade interpartículas. Como as gotículas podem se sobrepor às previamente depositadas isto pode levar a formação de cavidades de tamanhos micrométricos. A respeito da grande quantidade de turbulência devido ao gás, as gotas menores que se solidificam durante o voo, na deposição podem impedir a presença da fase líquida para o enchimento total das cavidades presentes, levando a formação de poros irregulares.

Além das razões comuns para a formação de porosidade nos materiais compósitos co-depositados por “spray”, a adição de reforço durante a atomização e deposição pode causar alguns efeitos adicionais que favorecem a formação da porosidade: (a) o aumento da viscosidade do metal fundido causado pela adição de partículas de reforço diminui a fluidez e o enchimento do metal fundido provocando facilmente a formação de microporosidades; (b) a diferença de coeficiente de expansão térmica entre reforço e matriz fundida causando contração entre estes componentes durante solidificação podendo introduzir microporosidades interfaciais. Estas porosidades interfaciais poderão interferir na ligação matriz/reforço e portanto, influenciar muito mais nas propriedades do compósito do que porosidade formada dentro da matriz e (c) o gás de atomização absorvido pela superfície áspera das partículas do reforço podem entrar na parte interna das gotículas com as partículas. O gás não é facilmente eliminado e pode aglomerar-se para formar porosidades cheias de gás. Se o gás não interagir com a matriz durante o trabalho a quente ou a frio com a matriz de alumínio, as porosidades não se fecharão facilmente e o compósito nunca chegará a densidade teórica.

VL4.2 - Compósito solubilizado 1 (520 °C por 2 horas)

Na figura 75, tem-se a microestrutura das amostras solubilizada (520 °C por 2 horas), onde pode-se notar que a maioria dos intermetálicos que estavam presentes nas amostras do compósito como recebido, foram dissolvidos. Os intermetálicos ainda observados na microestrutura do material solubilizado, são provavelmente os intermetálicos insolúveis frequentemente observados nas ligas da série 7XXX, ou então intermetálicos que não se dissolveram devido provavelmente a temperatura e tempo de solubilização (520 °C por 2 horas) não ter sido suficiente para a total dissolução destas fases primárias. Pois como já discutido anteriormente, as amostras não foram totalmente solubilizadas a 520 °C por 2 horas. Por análise feita por EED no MEV destes intermetálicos, constatou-se a presença de Zn, Cr e Mg, sendo provavelmente a fase $Al_{12}Mg_2Cr$, semelhante aos observados na amostra como recebida.

IV.4.3 - Compósito envelhecido

Na figura 76, tem a microestrutura da amostra envelhecida (120 °C por 24 horas) após solubilização (520 °C por 2 horas), mostrando que a quantidade de intermetálicos na matriz não aumentou em relação a amostra solubilizada. Pode-se notar também que as fases claras próximas ao SiC observadas tanto nas amostras do compósito como recebido quanto as amostras do compósito solubilizado são semelhantes nestas amostras envelhecidas. Provavelmente estes intermetálicos são fases insolúveis presentes na liga de Al ou intermetálicos que não se dissolveram na solubilização. Estes intermetálicos grandes associados às partículas de SiC foram analisados via EED no MEV, veja figura 77, constatando-se a presença de Fe e Cr, sendo provavelmente a fase Al_7Cr_2Fe .

Observa-se também na figura , o aumento das fases escuras associadas às partículas de SiC, fases estas ricas em Mg e Si, sendo provavelmente a fase Mg_2Si , cujo aumento foi favorecido pela grande segregação de Mg da matriz para a interface Al/SiC.

IV.4.4 - Compósito superenvelhecido (150 °C por 10 horas)

Na figura 78, tem-se a microestrutura da amostra superenvelhecida (150 °C por 10 horas) após solubilização e envelhecimento, onde nota-se a presença de precipitados na matriz, intermetálicos claros associados às partículas de SiC e a presença maior das fase escuras associadas as partículas de SiC. Nesta figura também, pode-se notar a presença de vazios nos aglomerados de SiC.

A figura 79 é uma micrografia de uma região ampliada da figura 78, evidenciando um grande intermetálico claro, cujo o EED obtido por MEV, veja figura 80, mostra a presença de Fe e Cr, além de Si e Mg, sendo que o ferro e o cromo são das possíveis fases como Al_7Cr_2Fe e o Si e o Mg da fase Mg_2Si presente na interface, como confirmado por EED, veja figura 81, da fase escura associada ao SiC, constatando a grande concentração de Mg e Si. Este fato permite concluir, assim como nas análises feitas por MET discutidas anteriormente que, o tratamento de superenvelhecimento proporcionou intensa difusão de Mg para a interface, e que juntamente com o Si proveniente provavelmente da dissolução de SiO_2 presentes na superfície das partículas de SiC, formam a fase Mg_2Si na interface. A grande segregação de Mg para a interface para formar a fase Mg_2Si acarretando o empobrecimento de Mg na matriz, é como já discutido uma das possíveis causas da baixa cinética de precipitação observada aqui neste compósito.

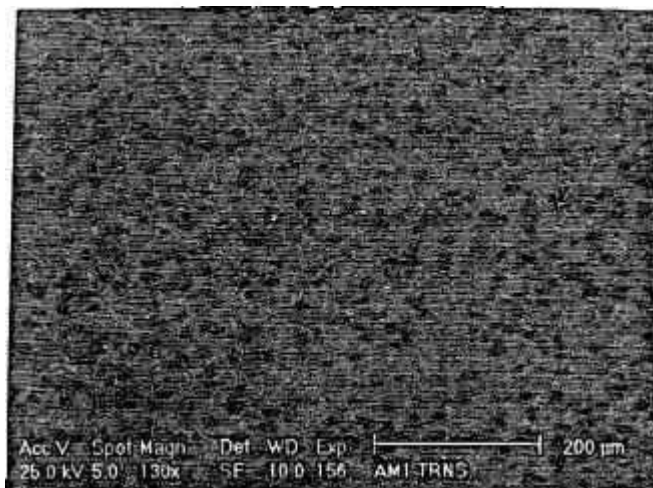


Figura 68 - Micrografia de elétrons secundários da secção longitudinal da amostra do compósito no estado como recebido.

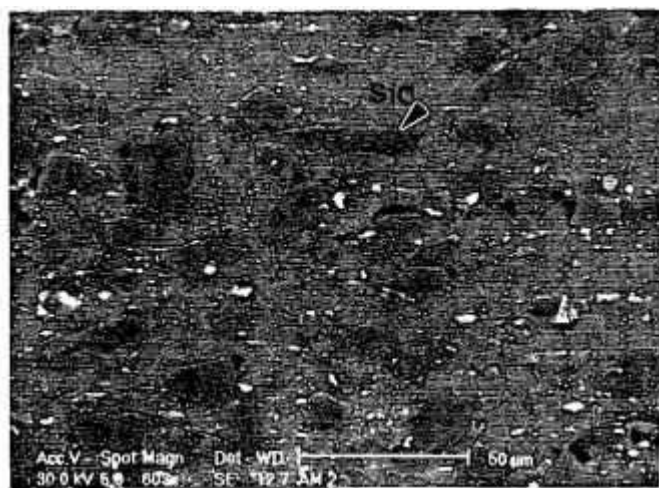


Figura 69 - Micrografia de elétrons secundários da secção transversal da amostra do compósito como recebido



Figura 70 - Micrografia eletrônica de varredura da secção transversal da amostra como recebido, evidenciando as fases escuras associadas às partículas de SiC e os intermetálicos claros na matriz e adjacentes ao SiC.

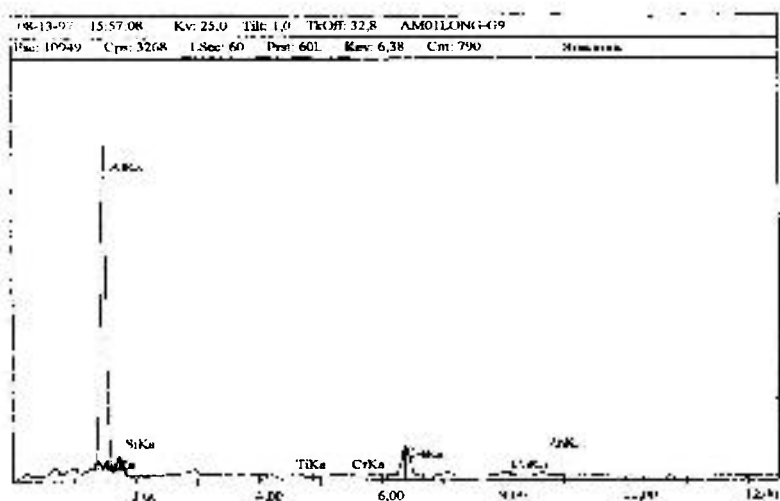


Figura 71 - EED obtido por MEV das fases claras associadas ao SiC observadas na figura 70.

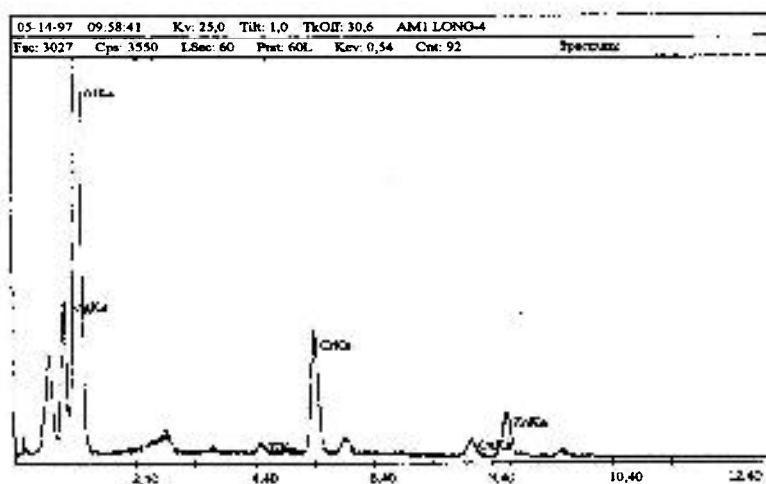
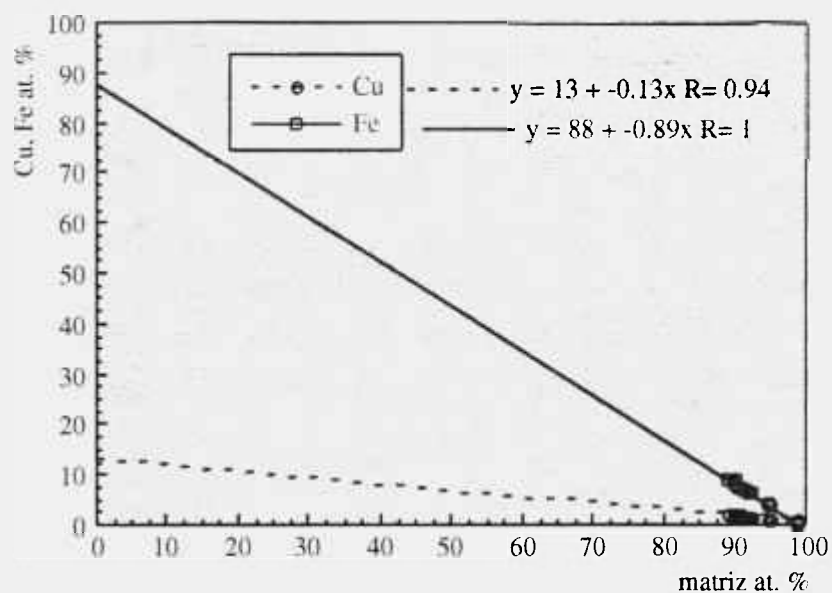
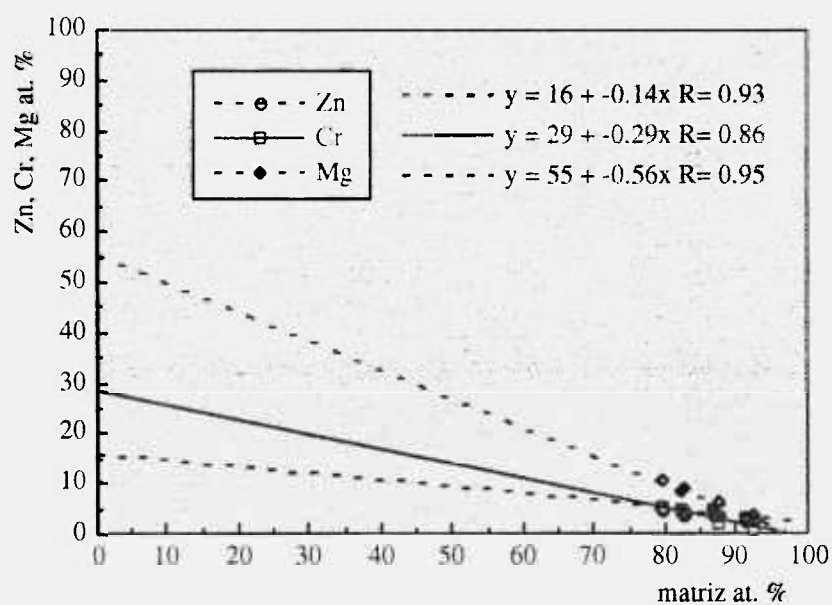


Figura 72 - EED obtido por MEV das partículas de segunda fase distribuídas na matriz.



(a)



(b)

Figura 73 : gráficos de soluto versus solvente. (a) análise de intermetálicos associados às partículas de SiC. (b) análise de intermetálicos distantes das partículas de SiC

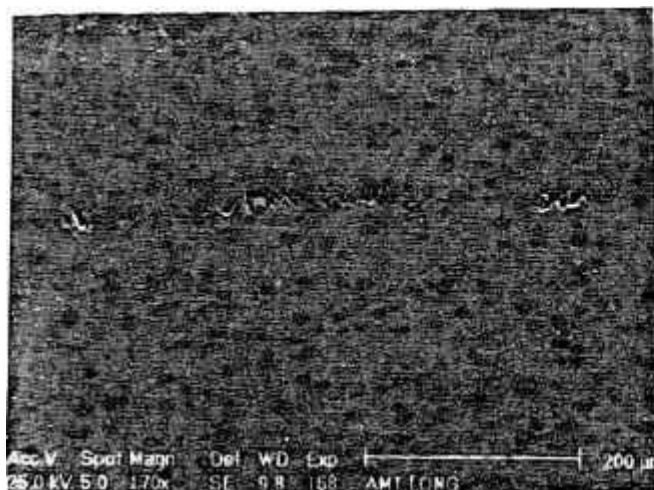


Figura 74 - Micrografia de elétrons secundários da amostra do compósito no estado como recebido, mostrando a presença de porosidade alinhada.

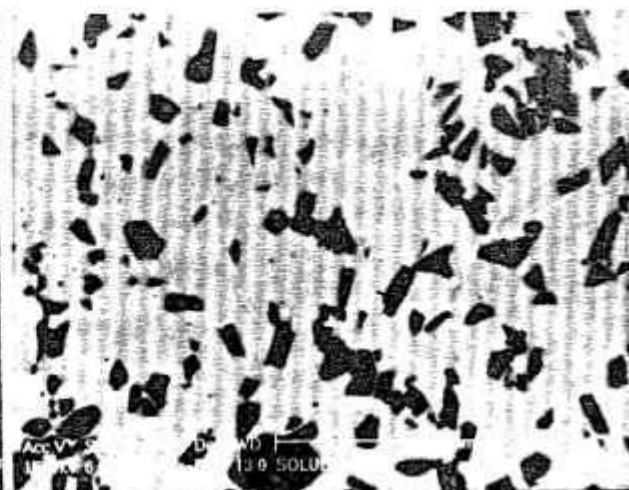


Figura 75 - Micrografia de elétrons secundários da amostra solubilizada (520°C por 2 horas).



Figura 76 - Micrografia eletrônica de varredura da amostra envelhecida, mostrando que a quantidade de intermetálicos na matriz aumentou em relação à amostra solubilizada.

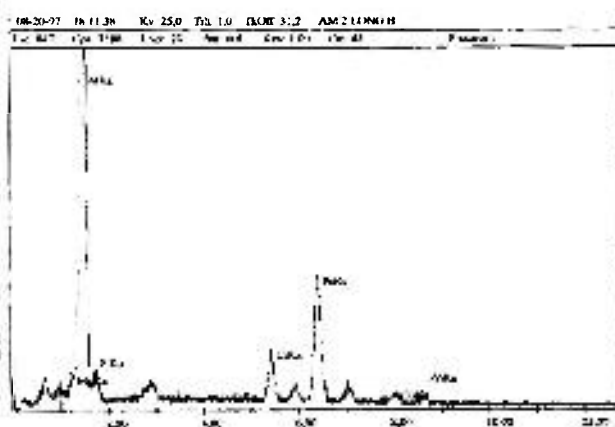


Figura 77 - EED obtido por MEV das partículas de segunda fase próximas à partícula de SiC da figura 70.

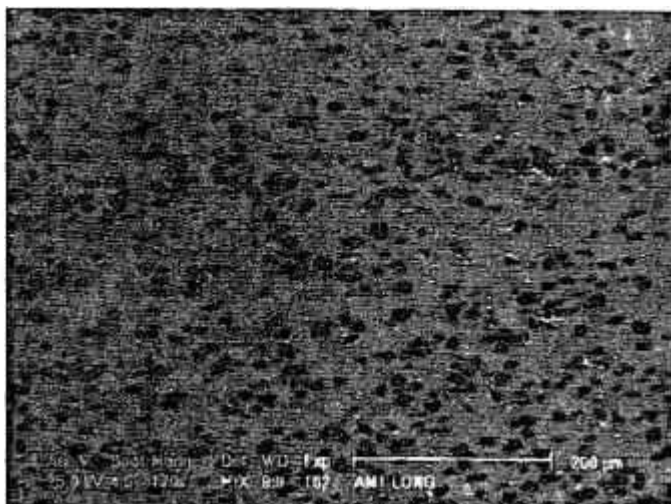


Figura 78 - Micrografia de elétrons secundários da amostra superenvelhecida, onde pode-se ver alguns intermetálicos e alguns vazios nos aglomerados de SiC, além do aumento da fase escura na interface Al/SiC.

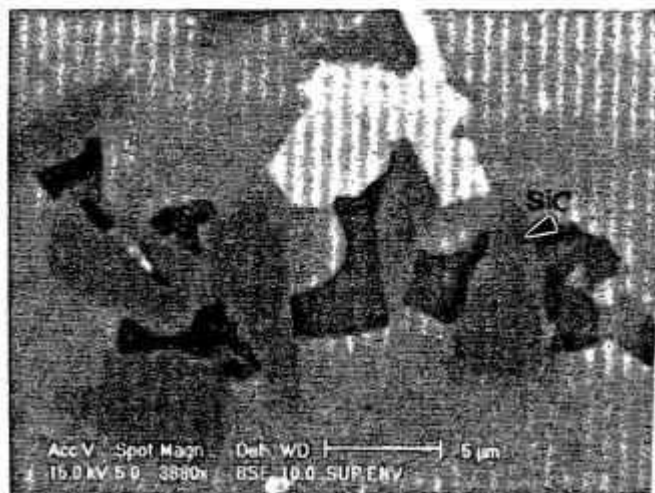


Figura 79 - Micrografia de elétrons secundários de uma região ampliada da figura 78, evidenciando um grande intermetálico claro e fases escuras adjacentes às partículas de SiC.

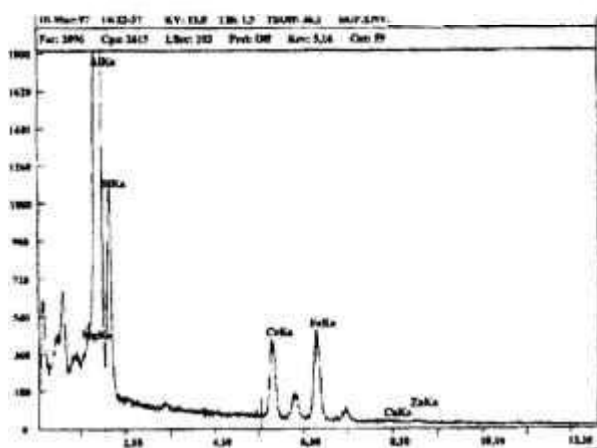


Figura 80 - EED obtido por MEV do intermetálico claro associado às partículas de SiC da figura 79.

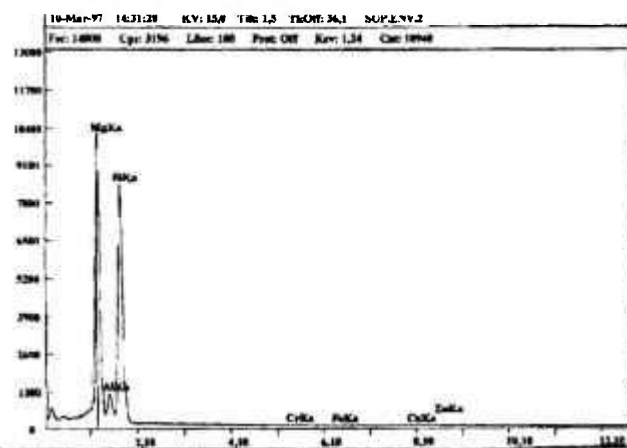


Figura 81 - EED obtido por MEV da fase escura associada às partículas de SiC da figura 79.

IV.5 - Propriedades Mecânicas

Na tabela 4, têm-se os valores das propriedades mecânicas do compósito em todas as condições (como recebido, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido). No caso do compósito na condição solubilizado 2 (570 °C por 2 horas), e superenvelhecido 2 (250 °C por 10 horas), não foram realizados ensaios de tração. O limite de escoamento do compósito superenvelhecido 1 (150 °C por 10 horas) não foi possível obter, devido ao escorregamento do extensômetro durante os ensaios dos corpos de prova do compósito. Quanto ao módulo de elasticidade, foi calculado apenas na condição como recebido.

Tabela 4 - Propriedades mecânicas do compósito.

Condição do compósito	LE (MPa)	LR (MPa)	A (%)	Ψ(%)	DB (HB)	E (Gpa)
como recebido	340	449	5,4	2,0	133	96
solubilizado 1	327	430	6,7	2,0	84	-
solubilizado 2	-	-	-	-	66	-
envelhecido	528	555	1,8	1,0	107	-
superenvelhecido 1	-	520	2,7	1,6	142	-
superenvelhecido 2	-	-	-	-	90	-

LE - Limite de escoamento, LR - Limite de resistência, A - Alongamento, Ψ - Redução em área, DB - Dureza Brinell e E - módulo de elasticidade.

IV.5.1 - Dureza Brinell

Para analisar o comportamento de envelhecimento por precipitação nos materiais utiliza-se comumente o ensaio de dureza. De um modo geral, pode-se dizer que um aumento de dureza no material é sinônimo de uma maior dificuldade de movimentação das discordâncias no mesmo. Em sua trajetória, uma discordância deve passar por precipitados ou se movimentar entre elas. O máximo endurecimento está associado a um pequeno tamanho de precipitado e um grande número de partículas⁽³⁸⁾.

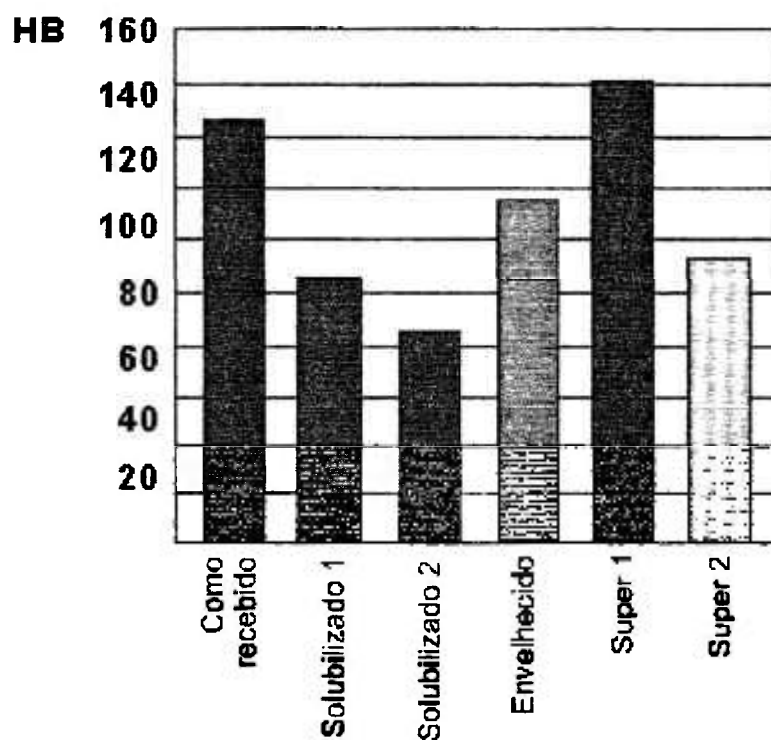


Figura 82 - Variação da dureza Brinell em função dos tratamentos térmicos aplicados.

Quanto ao valor obtido da dureza do compósito solubilizado, veja figura 82, observa-se que é menor do que a do compósito no estado como recebido. Isto já era esperado, pois, no tratamento de solubilização (520 °C por 2 horas) o que ocorreu foi a dissolução parcial dos precipitados η estáveis, colocando átomos de soluto em solução sólida. Portanto, permitindo um maior movimento de discordâncias observadas nas amostras solubilizadas, que foram introduzidas provavelmente devido a diferença de coeficiente de expansão térmica entre matriz e reforço, pois não há tantas partículas presentes na matriz do compósito impedindo sua movimentação. O valor da dureza seria

menor se as amostras tivessem sido completamente solubilizadas, como ocorreu nas amostras solubilizadas a 570 °C por 2 horas.

O valor obtido da dureza no material envelhecido, como se previa foi maior do que na condição solubilizada, isto porque, nesta condição envelhecida iniciou-se a formação de precipitados η' estáveis finos e dispersos pela matriz, que impedem a movimentação das discordâncias. A presença da Zona GP na matriz, também favorece o aumento da dureza, isto porque, é necessário uma tensão extra para forçar o movimento das discordâncias através destas zonas coerentes.

Quanto ao valor obtido da dureza da amostra superenvelhecida encontrou-se um comportamento contrário ao observado em trabalhos anteriores com outros compósitos e ligas não reforçadas, nas mesmas condições de tratamento térmico, solubilização (520 °C por 2 horas) e envelhecimento (120 °C por 24 horas). Esperava-se que no superenvelhecimento (150 °C por 10 horas) houvesse crescimento da fase η estável e consequentemente queda da dureza, pois como já dito o máximo endurecimento está associado a um pequeno tamanho de precipitado e um grande número de partículas, o que a princípio ocorreria na condição envelhecida. Enquanto que na superenvelhecida teria-se poucos precipitados relativamente grandes e consequente queda da dureza.

O aumento da dureza na amostra superenvelhecida é uma evidência circunstancial da baixa cinética de precipitação ocorrida no compósito estudado Isto devido provavelmente como já discutido anteriormente, a fatores como: (a) a grande segregação de Mg para a interface promovendo a formação das fases MgO e Mg₂Si, empobrecendo a matriz de Mg e retardando a precipitação na mesma; (b) a incompleta solubilização sofrida pelas amostras no tratamento de solubilização (520 °C por 2 horas); (c) a grande segregação de soluto para os contornos de grão, favorecendo a grande precipitação nestes locais, prejudicando assim a precipitação na matriz e (d) devido as discordâncias geradas pela diferença de CETs entre matriz e reforço, e pela presença de interfaces matriz/reforço que atuariam como sumidouros de lacunas em excesso provindas do resfriamento brusco da solubilização, o que levaria a um atraso na nucleação de precipitados. Yoshimura⁶ argumenta os mesmos efeitos para explicar o tempo pouco mais longo observado para alcançar a condição de máxima dureza nos compósitos em relação ao material monolítico de controle.

A sequência da precipitação não é alterada tanto nos compósitos quanto nos materiais não reforçados. Porém, a velocidade com que ocorre esta precipitação durante os tratamentos térmicos varia de material para material. No caso do compósito aqui estudado,

como já visto, a cinética de precipitação foi retardada. Entretanto, em algum estágio de tratamento térmico a dureza teria que chegar no seu pico máximo. Para verificar isto, um segundo estágio de superenvelhecimento foi realizado (250 °C por 10 horas) após solubilização e envelhecimento. Observou-se que, neste segundo estágio se iniciou realmente o superenvelhecimento do compósito, pois a dureza diminuiu bem em relação ao primeiro estágio de envelhecimento, sendo assim, o pico de dureza foi alcançado no segundo estágio de superenvelhecimento. No segundo estágio provavelmente iniciou-se um contínuo crescimento dos precipitados e diminuição em número dos mesmos. Não significa que todas as partículas cresceram, o que é impossível quando o soluto atinge a concentração de equilíbrio, mas sim que certas partículas (as maiores) continuaram a crescer, enquanto outras (as menores) desapareceram.

É importante notar que o valor da dureza medida no compósito é um efeito combinado do envelhecimento do sistema matriz/reforço. Para diferenciar os efeitos, o teste de microdureza pode ser empregado, de modo que a contribuição do reforço não seja incluída. Poucos estudos têm sido feitos para medir a variação da dureza somente na matriz, seguindo diferentes tratamentos térmicos.

É importante salientar também que, as partículas de SiC nos compósitos podem também impedir a movimentação das discordâncias aumentando a dureza, é com este fato juntamente com o de que as partículas de SiC possuem uma maior dureza em relação às ligas de alumínio, que Mourisco⁽⁴⁾ justificou a maior dureza observada nos compósitos extrudados com maior fração volumétrica sem tratamento térmico.

IV.5.2 - Resistência Mecânica

A figura 83 apresenta os resultados obtidos do limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) do compósito nos estados como recebido, solubilizado (520 °C por 2 horas), envelhecido e superenvelhecido (150 °C por 10 horas). Os valores mostrados são as médias de dois corpos de prova ensaiados de cada condição do compósito.

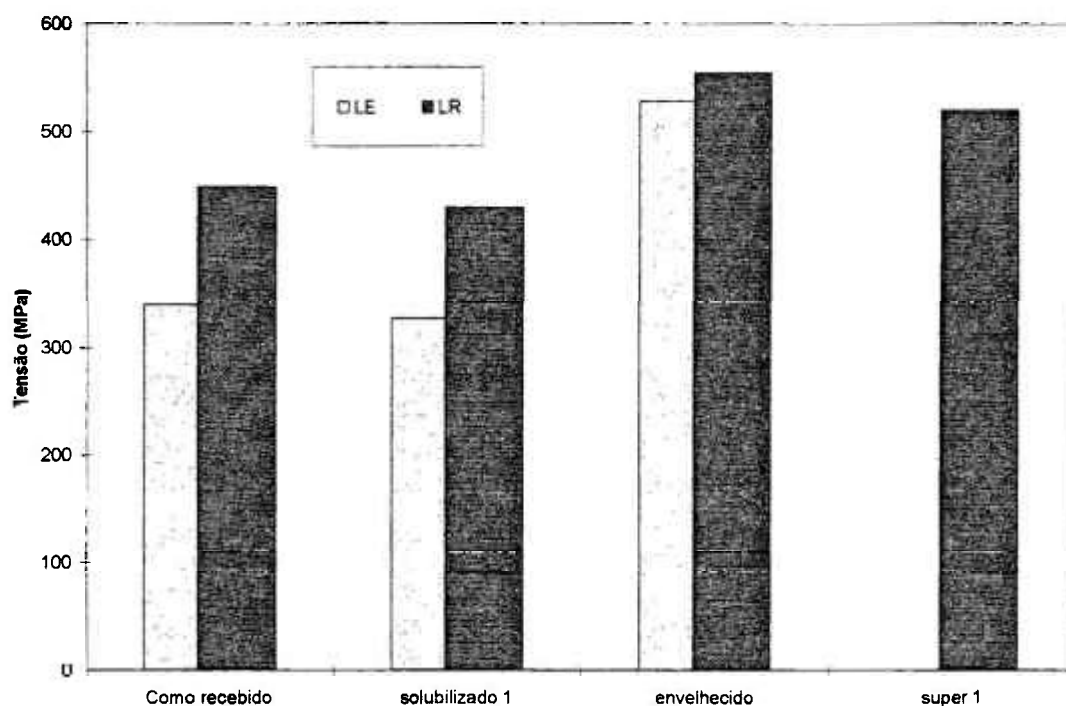


Figura 83 - *Variação do alongamento e da redução em área do compósito em função dos tratamentos térmicos.*

A resistência de compósitos baseados nas ligas endurecidas por envelhecimento depende do processo termomecânico, e também mostra uma dependência similar sobre os parâmetros do reforço, como distribuição pela matriz, fração volumétrica e dimensões⁽⁴⁸⁾. Modelos de resistência baseados nas discordâncias exprimem o LE em função tanto da fração volumétrica quanto das dimensões do reforço⁽⁴⁹⁾. Na prática é muito difícil medir o limite de escoamento de um compósito, isto ocorre principalmente por causa da taxa de encruamento desses materiais ser muito alta. No trabalho aqui apresentado não houve variação nem da fração volumétrica e nem das dimensões do reforço do compósito, portanto, o parâmetro de variação foi o tratamento térmico.

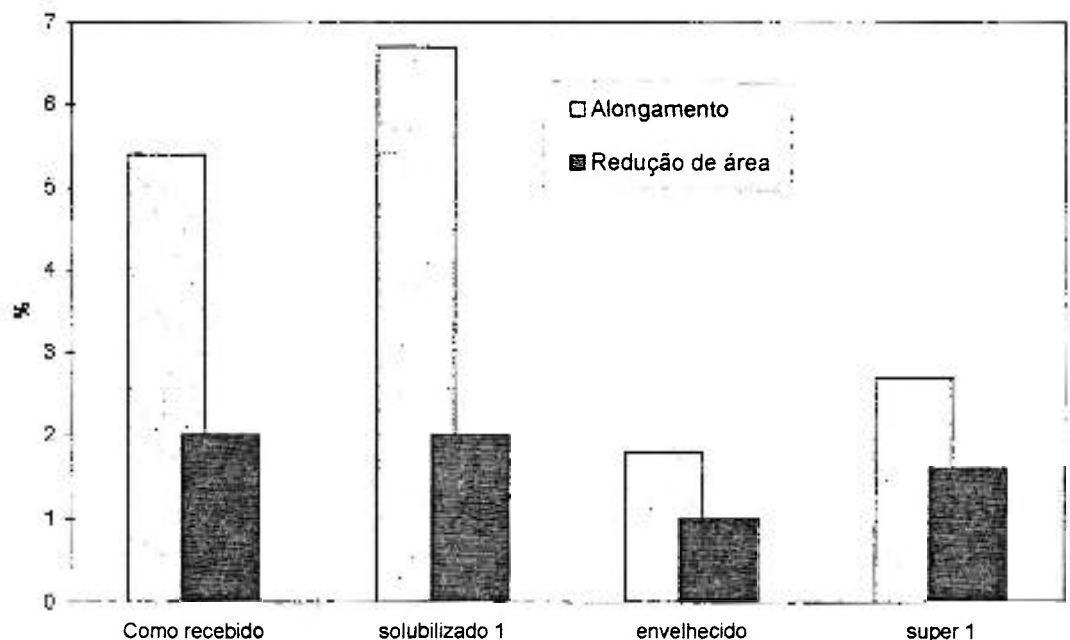


Figura 84 - *Variação do alongamento e da redução em área do compósito em função dos tratamentos térmicos.*

A variação da resistência mecânica do compósito aqui estudado, pode ser explicada com base nas discordâncias geradas principalmente devido à diferença de coeficiente de expansão térmica (CET) entre a liga de alumínio e o reforço, na fina distribuição da zona de Guinier-Preston e nas mudanças no arranjo de precipitados nas diferentes condições de tratamentos térmicos.

Pode-se observar pela figura que os valores do limite LE e LR do compósito solubilizado sofreu uma pequena diminuição em relação ao compósito no estado como recebido. Este resultado já era esperado, pois como já discutido na seção IV.5.1, a dureza do compósito na condição solubilizada foi menor do que no compósito no estado como recebido. A fim de analisar o fenômeno de endurecimento, deve-se considerar o aumento da tensão necessária para mover uma discordância em seu plano de escorregamento quando é difícil movê-la, aumentando assim a resistência do material. No caso do compósito solubilizado, as barreiras como precipitados e intermetálicos existentes no compósito no estado como recebido foram alguns dissolvidos totalmente e outros parcialmente dissolvidos, como já discutido na seção IV.2.2, promovendo assim uma menor tensão para o movimento das discordâncias, o que acarretou uma diminuição na resistência do compósito. Na solubilização o compósito sofreu recuperação, fazendo com que as discordâncias geradas durante o processo termomecânico fossem aniquiladas, isto é, as discordâncias agrupadas nas paredes das células que se formaram durante o processo termomecânico se recompusessem. A diminuição da resistência mecânica do compósito

solubilizado não se deve somente à diminuição da densidade de discordâncias durante a provável recuperação ocorrida. Uma vez que a maioria das discordâncias presentes na amostra solubilizada foram geradas provavelmente no resfriamento rápido a partir da temperatura de solubilização. Portanto, pode-se considerar a recuperação e o resfriamento rápido como mecanismos concorrentes no processo. A ductibilidade aumentou muito pouco, este aumento foi decorrente somente do alongamento uniforme, pois houve pouca variação da redução de área. Também, assim como a recuperação a recristalização ocorrida no compósito na solubilização pode ter promovido a redução da resistência mecânica nesta condição; pois os contornos de grão também oferecem resistência ao movimento de discordâncias, existindo uma dependência entre tamanho de grão, dureza e resistência. No caso do compósito no estado como recebido, os sub-grãos provavelmente contribuíram para um maior valor da resistência mecânica, pois tamanho de grãos menores resulta em um incremento do LE, diferenciando do compósito solubilizado, no qual houve um acentuado crescimento de grãos, como observado na seção III.1, favorecendo assim a diminuição de LE.

Quanto ao valor obtido do compósito envelhecido, observa-se que tanto LE quanto LR aumentaram consideravelmente em relação ao compósito solubilizado. Estes acréscimos tanto de LE quanto de LR são justificados pela presença de um maior número de precipitados e a presença da zona GP na matriz, os quais impedem que as discordâncias geradas devido à relaxação plástica devido a tensões térmicas residuais e às discordâncias resultantes da deformação aplicadas durante o ensaio de tração. Como visto, a dureza neste caso também aumentou. O aumento da resistência mecânica e da dureza causaram uma variação da ductibilidade (alongamento e redução de área) quando comparado ao material solubilizado e no estado como recebido. Alguns pesquisadores sugeriram que a variação do LR dos compósitos seria devido à dificuldade da relaxação plástica na interface entre a matriz e o reforço, e como consequência disto ocorreria a formação de vazios nestas interfaces, o que acarretaria numa diminuição da ductibilidade do material⁽⁴⁸⁾.

No caso do compósito superenvelhecido, o aumento da dureza como visto na seção IV.5.1, não significou uma melhoria no limite de resistência, pois observa-se pela figura que houve um decréscimo do LR em relação ao compósito envelhecido. Quanto à ductibilidade (alongamento e redução em área), observa-se pela figura 84, que houve um aumento em relação ao compósito envelhecido. Provavelmente a grande precipitação de fases e o empobrecimento de soluto nos contornos de grão, como discutido na seção IV.2.4, contribuíram para a diminuição do LR.

IV.5.3 - Fractografia

Nas figuras 85 a 88 tem-se as fractografias obtidas por MEV dos corpos de provas tracionados do compósito nos estados como recebido, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido, respectivamente. A forma geral das superfícies de fratura observadas revelaram ser a mesma por todo o volume. Estas superfícies de fratura indicam uma ruptura dúctil. Aparentemente não se observa influência da condição de tratamento térmico na morfologia da superfície de fratura e o tamanho das cavidades. Talvez, estes efeitos tenham sido ofuscados pela presença de um grande número de partículas de reforço presentes no compósito em todas as condições de tratamentos térmicos.

Muitos fatores influenciam a ductibilidade a fratura dos compósitos de matriz metálica, tais como fração volumétrica, tamanho e distribuição dos reforços, composição da matriz e condições de tratamentos térmicos⁽⁹²⁾. A fratura dos CMM com reforços descontínuos é predominantemente dominado pelo mecanismo de nucleação, crescimento e coalescimento de microvazios. A etapa de nucleação torna-se importante quando se aumenta a fração volumétrica das partículas, isto é, de um ponto de vista microestrutural, o processo de nucleação de vazios pode ser influenciado por uma variedade de fatores, incluindo a fração volumétrica total e a fração volumétrica local das partículas, as características de deformação da matriz e a resistência de ligação da interface partícula/reforço⁽⁹³⁾. Vários autores^(92,93), mostraram que a ductibilidade à fratura aumenta com o aumento de tamanho das partículas de reforço. Já Flom e Arsenault⁽⁸⁴⁾, entretanto, observaram que não houve variação da fratura com o aumento do tamanho das partículas.

Em geral, tem sido observado que a fratura dos compósitos é frequentemente associado com as regiões onde há uma alta concentração de partículas. Dentro destas regiões, iniciação e propagação de trincas podem ocorrer facilmente, levando a valores menores de ductibilidade a fratura.

Há vários indícios de que a fratura se inicia em aglomerados de SiC provenientes do processamento. Nestes aglomerados a matriz entre as partículas está sujeita a uma alta tensão triaxial, devido ao desajuste elástico entre a matriz e o reforço, o que acarreta a fratura da matriz entre as partículas⁽⁹⁵⁾. A fratura da matriz nos aglomerados junto com a fratura das partículas e a decoesão da interface matriz/reforço dentro dos aglomerados, permite o crescimento da trinca nos aglomerados de SiC. A rápida propagação destas trincas através da matriz entre os aglomerados adjacentes resulta na fratura macroscópica.

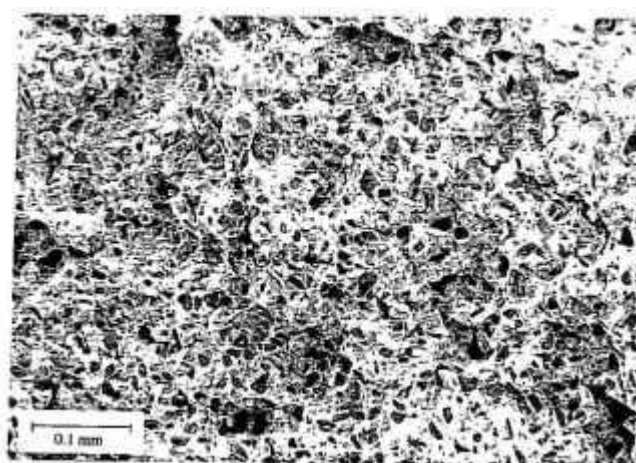


Figura 85 - Micrografia obtida por MEV da superfície de fratura do compósito na condição como recebida.

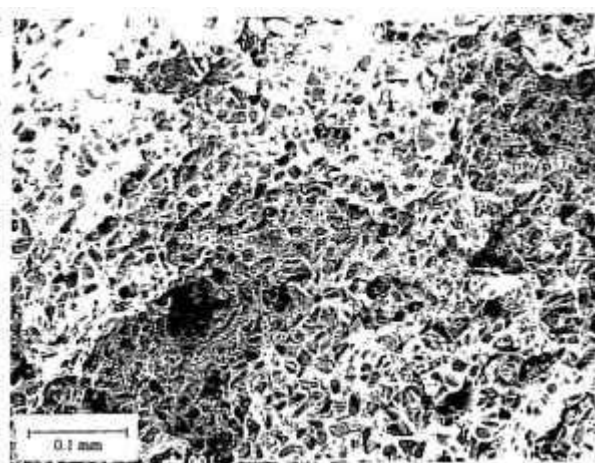


Figura 86 - Micrografia obtida por MEV da superfície de fratura do compósito na condição solubilizada (520°C por 2 horas).

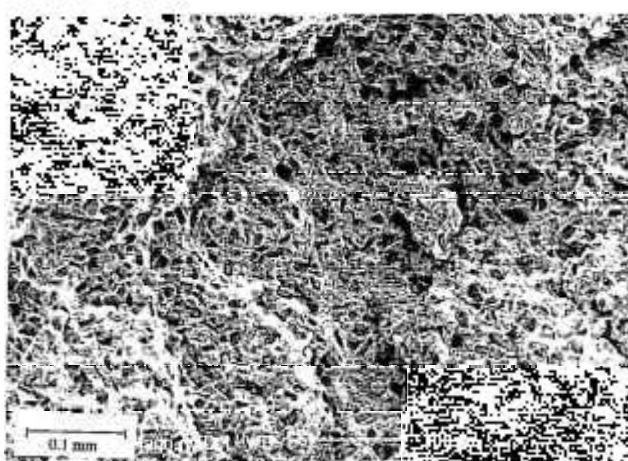


Figura 87 - Micrografia obtida por MEV da superfície de fratura do compósito na condição envelhecida (120 °C por 24 horas).

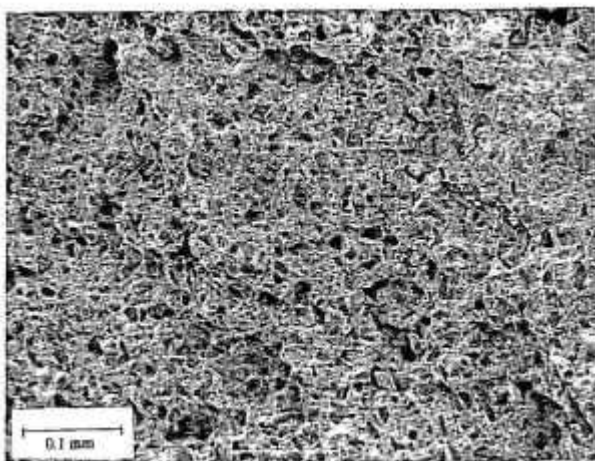


Figura 88 - Micrografia obtida por MEV da superfície de fratura do compósito na condição superenvelhecida (250 °C por 10 horas).

Nas figuras 89 a 92, tem-se as micrografias obtidas por MEV da secção longitudinal das amostras retiradas dos corpos de prova do compósito tracionado como recebido, solubilizado (520 °C por 2 horas), envelhecido e superenvelhecido (150 °C por 10 horas, respectivamente. Em todas as figuras pode-se notar que houve predominantemente ruptura da interface Al/SiC e também muitas partículas de SiC fraturadas. Muitos estudos tem confirmado a decoesão da interface matriz/reforço no ensaio de tração^(93,94,95). Segundo Lloyd⁽⁹⁴⁾ a decoesão da interface ocorre quando a concentração de tensão excede a resistência de ligação das partículas de SiC e matriz durante o ensaio, enquanto a fratura próxima a interface, o que não se observa em nenhuma das micrografias analisadas do compósito aqui estudado, pode ser atribuído a menor resistência da matriz devido a redução da concentração de elementos de liga a medida que se afasta da interface.

Esta decoesão da interface pode ser atribuída também a presença de fases óxidas frágeis na interface como MgO e fases duras e frágeis como Mg₂Si formadas durante o tratamento de envelhecimento e superenvelhecimento do compósito aqui estudado.

Observa-se em todas as micrografias que ocorreu fratura das partículas de reforço, e que esta fratura é bem menos acentuada na condição como recebida e mais pronunciada na condição envelhecida. Segundo Finot e co-autores⁽⁹⁵⁾, esta tendência para ruptura das partículas aumenta com a quantidade de reforço, aumenta também com o aumento da tensão máxima de deformação plástica como um todo. Esta fratura dentro das partículas de reforço geralmente apresentam orientação normal ao eixo de carga (para ensaios uniaxiais), o que se observa no compósito aqui estudado.

Pode-se observar também nas micrografias, principalmente da condição envelhecida, veja figura 91, que as partículas maiores foram preferencialmente fraturadas em relação as partículas menores. Para Lewandowski et al, isto se deve provavelmente a maior probabilidade de se encontrar defeitos com tamanho crítico nas partículas grandes. Segundo Davidson⁽⁹⁶⁾, estes defeitos (trincas) existem antes do carregamento do material devido talvez a cominuição das partículas de SiC durante a sua fabricação para uma dada granulometria ou devido a introdução durante o processamento do compósito.

Como já foi dito o tamanho das partículas de reforço no compósito é também de muita importância no comportamento da fratura do mesmo. Por exemplo Lewandowski e Lui⁽⁹³⁾, estudaram a influência da condição da matriz nos mecanismos de fratura dos compósitos Al 7XXX / 20% SiC_p, e observaram que nos compósitos com partículas pequenas (SiC_p - 5 µm) apresentaram principalmente decoesão da interface e/ou fratura

da matriz próxima ao reforço, independente da condição da matriz (envelhecida e superenvelhecida) e nos compósitos com partículas maiores (13 μm) apresentaram predominantemente trincamento de partículas na condição envelhecida, enquanto que, na condição superenvelhecida ocorreu mecanismo similar ao compósito com partículas de 5 μm .

Assim como Lewandowski e Lui⁽⁹³⁾, pode-se notar que a amostra envelhecida, veja figura 91, apresenta significativamente mais fraturas nas partículas de SiC comparada à amostra superenvelhecida, e o tamanho das partículas de SiC do compósito aqui estudado (15 μm) é próximo do compósito por eles estudado (13 μm).

Pode-se notar também na condição envelhecida, veja figura 91, e superenvelhecida, veja figura 92, a ruptura dos intermetálicos claros, na maioria adjacentes às partículas de SiC. Estas fraturas apresentam orientação normal ao eixo de carga, assim como nas partículas maiores de SiC. Estes intermetálicos frágeis são aqueles que não foram removidos no tratamento de solubilização.

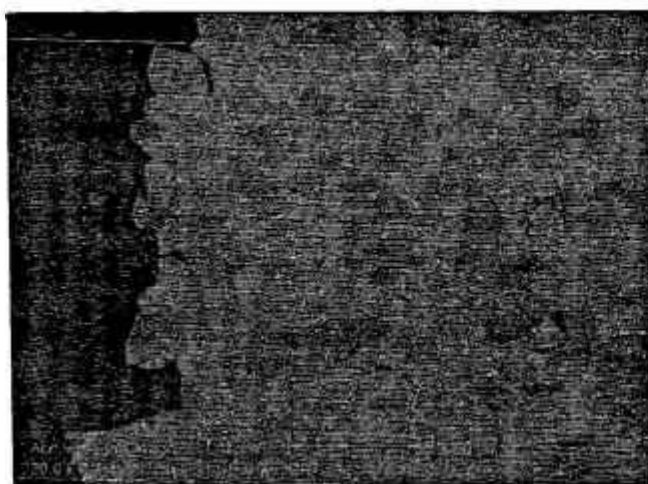


Figura 89 - Micrografia obtida por MEV da secção longitudinal do corpo de prova tracionado do compósito como recebido.



Figura 90 - Micrografia obtida por MEV da secção longitudinal do corpo de prova tracionado do compósito na condição solubilizado (520 °C por 2 horas).

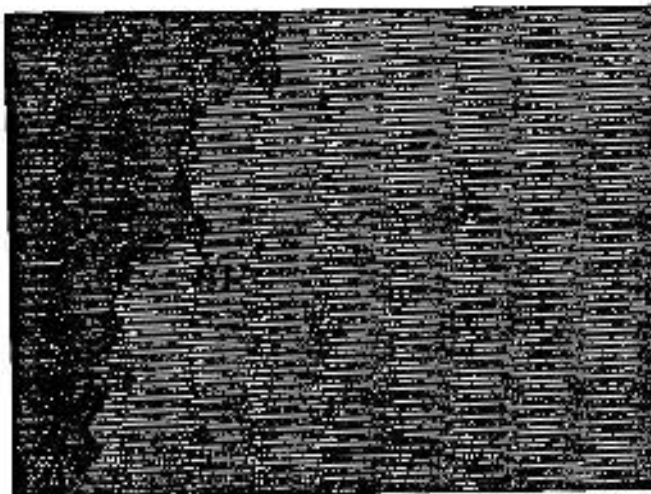


Figura 91 - Micrografia obtido por MEV da secção longitudinal do corpo de prova tracionado do compósito envelhecido (120 °C por 24 horas).

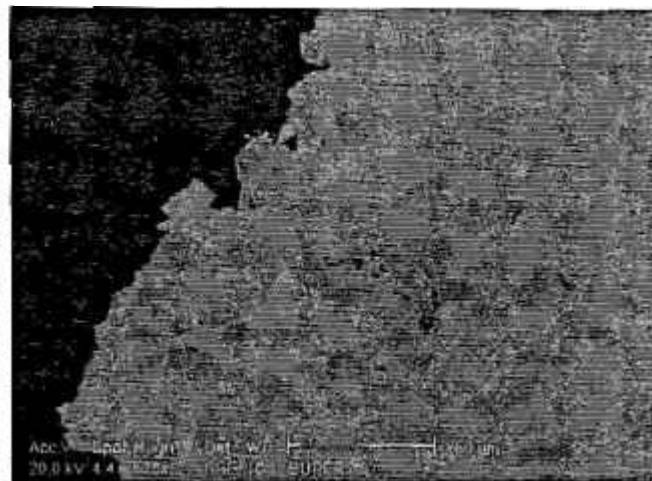


Figura 92 - Micrografia obtido por MEV da secção longitudinal do corpo de prova tracionado do compósito na condição superenvelhecida (150 °C por 10 horas).

V - CONCLUSÕES

1 - O processo de produção por conformação por “spray” permitiu obtenção de material compósito com distribuição das partículas de SiC pela matriz. Entretanto, alguns aglomerados de partículas de SiC foram observados, os quais continham vazios causando uma ligeira diferença entre a densidade encontrada e a densidade teórica.

2 - Foi observado por microscopia óptica, que os grãos do compósito como recebido eram muito finos e que o tratamento de solubilização (520 °C por 2 horas) foi suficiente para recrystalizar o compósito, possibilitando observar os grãos bem delineados. Nas condições de tratamentos térmicos posteriores a solubilização (envelhecimento e superenvelhecimento), não observou-se mudanças significativas no tamanho dos grãos do compósito.

3 - A temperatura de solubilização (520 °C por 2 horas) não foi suficiente para a completa homogeneização da microestrutura da matriz, pois por MET foram observados alguns precipitados na matriz. Uma segunda solubilização (570 °C por 2 horas) foi feita, sendo que nesta condição, houve a dissolução da maioria dos precipitados presentes no compósito no estado como recebido.

4 - Alta densidade de discordâncias foi observada no compósito como recebido e nos tratados termicamente. Nestes últimos, próximo à interface Al/SiC, isto devido à diferença de coeficiente entre matriz de alumínio e reforço de SiC.

5 - Foi observada por MET extensa precipitação em contornos de grão, após tratamento térmico de envelhecimento. Isto foi mais evidenciado na condição superenvelhecida (250 °C por 10 horas), onde os precipitados em contornos de grão retiraram soluto da região ao redor, promovendo zonas livres de precipitação em contornos de grão.

6 - Foi verificada por EED no MEV a presença de alguns intermetálicos insolúveis na matriz ricos em Zn, Cr e Mg, e outros ricos em Cu e Fe, próximos às partículas de SiC, em todas as condições do compósito (como recebido, solubilizado, envelhecido e superenvelhecido).

7 - A presença da fase Mg_2Si na interface Al/SiC foi verificada por MET e por MEV. Isto devido a segregação da Mg da matriz para a interface.

8 - A dureza máxima do compósito foi atingida somente na condição de tratamento térmico de 150 °C por 10 horas. Isto mostrou que a cinética da precipitação foi lenta em comparação aos resultados de outros trabalhos em materiais compósitos produzidos por outras técnicas e também em comparação a ligas monolíticas, e também em condições de tratamentos térmicos semelhantes.

9 - O comportamento da fratura observado foi dúctil tanto no compósito no estado como recebido como nos compósitos tratados termicamente. Observou-se decoesão da interface Al/SiC e fratura das partículas de SiC maiores predominantemente nos compósitos tratados termicamente.

Sugestões para trabalhos futuros

- 1 - Verificar o comportamento da recristalização em compósitos produzidos por conformação por “spray” após o processamento, antes da extrusão a quente.
- 2 - Estudar a cinética de precipitação de um compósito produzido por conformação por “spray”, mudando as condições de solubilização, sem variar as condições posteriores (envelhecimento e superenvelhecimento).
- 3 - Estudar a cinética de precipitação de compósitos produzidos por conformação por “spray” com diferentes frações volumétricas ou/e diferentes ligas de matriz e compará-las com trabalhos semelhantes com compósitos produzidos por outras rotas.
- 4 - Estudar a cinética de precipitação, assim como as propriedades mecânicas de um compósito reforçado com uma determinada fração volumétrica e de uma mesma liga não reforçada nas mesmas condições do tratamento térmico.

VI - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) Chawla, K. K. *Ceramic Matrix Composites* - London, Chapman & Hall, pag. 1, 1993.
- (2) Hull, D. *An Introduction to Composite Materials*. Cambridge, University Press, 1990, cap. 11, p. 1-3: Classification and definition of composites materials (Cambridge Solid States Science Series).
- (3) Chawla, K. K. **Composite Materials: Science and Engineering**, New York, Spring Verlag, 1987, p. 3 (Materials Research and Engineer, ed. B. Ilchner, N. J. Grant).
- (4) Mourisco, A.J. *Preparação e Caracterização de Compósito de Matriz de Alumínio - 1.100 com Partículas de SiC por Metalurgia do Pó*, Dissertação de Mestrado - IPEN, 1.994.
- (5) Taya, M.; Arsenault, R. J. **Metal Matrix Composites** - Thermomechanical Behavior. Pergamon Press, cap. 1, p. 1, 1989.
- (6) Yoshimura, H. N. *Produção e Caracterização de Compósitos de Matriz de Alumínio Reforçado com Partículas de SiC Obtidos por Extrusão de Pós*, Dissertação de Mestrado apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1994.
- (7) Lloyd, D. J. *International Symposium on Advanced Structural Materials*, Canada, p. 1-21, 1988.
- (8) Rack, H. J. *Advances Materials & Manufacturing Process*, 3 (3), pag. 327-58.
- (9) Harrigan, W. C. *Discontinuous Silicon Fiber MMCs*. In: *Composites*. Ohio, ASM International, 1987, p. 889 - 95, (Engineered Materials Handbook, vol. 1)
- (10) Hunt Jr., W. H. *A Perspective on the Development of Metal Matrix Composites*, Meeting of Detroit Section of the Metallurgical Society, March/1988.
- (11) *Advances in Materials Technology*, monitor unido, 2/7/1990.
- (12) Weingaertner, W.L.; Schroeter, R.B. *Tecnologia de Usinagem do Alumínio e suas ligas*. 2ª ed., 1.991, p.10.
- (13) Mckimpson, M. G.; Scott, T. E. Processing and properties of metal matrix composites containing discontinuous reinforcement. **Materials Science and Engineering**, A107, p. 93-106, 1989.
- (14) Nair, S. V.; Tien, J. K.; Bates, K. C. SiC-reinforced aluminium metal matrix composites, **International Metals Reviews**, v. 30, n. 6, p. 275-90, 1985.
- (15) Marsden, K. Commercial Potentials for Composites. **JOM**, p. 59-62, June/1985.
- (16) Tyler, J. R.; Berg, M. R. **Advances in Materials Technology**, monitor metal matrix composites. Unido, n. 17, Fev./1990.
- (17) Kelly, A. *Composite Principles*. In: *Fatigue and Creep of Composite Materials*, (3rd RISO), Roskilde, Denmark, 1982. **Proceedings**. ed. H. Lilholt et al, p. 51-61.

- (18) Flom, Y.; Arsenault, R. J. Deformation of SiC/Al composites. **JOM**, v. 7, p. 31-34, 1986.
- (19) Nardone, V. C.; Prevo, K. M. On the Strength of Discontinuous Silicon Carbide Reinforced Aluminum Composites. **Scripta Metallurgica**, v. 20, p. 43-48, 1986.
- (20) Metals Handbook, 9th edition; vol. 7, Metals Park, Ohio, p. 744-48.
- (21) Liu, Y. L.; Hansen, N.; Jensen, D. J. 12th RISO, International Symposium on Material Science, p. 67-80
- (22) Humphreys, F. J.; Miller, W. S.; Djazeb, M. R. **Materials Science and Technology**, vol. 6, p. 1157-66, 1990.
- (23) Niskanen, P.; Mohn, W. R. Advanced Materials and Process, vol. 3, p. 39-41, 1988.
- (24) Taya, M.; Arsenault, R. J. **Ibid** 5, p. 210.
- (25) Arimond, J.; Ayles, W. R. Phenolics Creep up on Engine Applications, **Advanced Materials & Process**, n. 6, p. 34-7, 1993.
- (26) Serra, J. C. V. Caracterização Mecânico-Metalúrgica de Compósitos Al-NbC, produzidos por metalurgia do pó, dissertação de mestrado, Unicamp, 1998.
- (27) Humphreys, F. J.; Basu, A.; Dejzab, M. R. The Microstructure and Strength of Particulate Metal - Matrix Composites. In: Metal Matrix Composites, Proceedings, Microstructure and Properties (12th RISO) Roskild, Denmark, p. 51-66, 1991.
- (28) Sarabanda, J.V.L.; Rosas, E; Crvalho, A.D.; Humbert, C. the application of rapidly solidified aluminium alloy to automotive piston. Downder Metallurgy. World Congress: Paris 6-9 July 1.994, Peak information leaflet.
- (29) Leatham, A.G.; Lawley, A. The Osprey Process: principles and applications. **The International Journal of Powder Metallurgy**. American Powder Metallurgy Institute, 1.993, Vl. 29, nº 4, kp.321 -29.
- (30) Leathan, A.G.; Elias, L. The Osprey process current status and future possibilities. P/M in Aerospace Defense And Demanding Applictions, 1.993. Metal Powder Industries Federation, Princeton, LN.J. p.165-75.
- (31) Lubanska, H. Correlation of Spray Ring for gas Atomization of Liquid Metals. **JOM**, 22, p. 45, 1970.
- (32) Mathur, P.; Apelian, D. Spray Casting: A Review of Technological and Scientific Aspects. In: Powder Metallurgy: An Overview, the Institute of Metals, ed. by I. Jenkins, J. V. Wood, 1991, p. 22-44.
- (33) Estrada, J. L.; Duszczuk, J.; Leatham, A. G. Characteristics of Al-20 Si-X preform processed by the Osprey route. Powder Metallurgy World Congress. Paris 6-9 Jul/94, vol. III, pag. 1945-48.

- (34) Hermann, P.; Morris, D.G. Relationship between microstructure and prepared by spray deposition. *Powder Metallurgy. World Congress. Paris 6-9 Jul/94*, vol. III, p.1851-54.
- (35) Grant, P. S. Spray Forming, **Progress in Materials Science**, vol. 39, p. 497-545, 1995.
- (36) Weingaertner, W.L.; Schroeter, R.B. **Ibid** 12, p. 12.
- (37) Moffatt, W.G.; Pearsall, G.W.; Wulff, J. *Ciência dos materiais*. Vol.1, p. 139, 1.972.
- (38) Hill, R.E.R. *Physical Metallurgy Principles*, Second Edition, D.Van Nostrand Company, 1.973.
- (39) Deschamps, A.; Brechet, Y.; Livet, F.; Gomero, P. Effect of Process Parameters on the Ageing of Al.6% Zn-2,3% Mg. Alloy, **Materials Science Forum**, Vols 217-222, p. 1281-1286, 1.996.
- (40) Kolosowski, J.; Ambrósio, F.; Couto, A.A. Curso de Metalografia do Alumínio e suas ligas, IPEN-CNEN - SP - 26-29 agosto, 1.996, p.20.
- (41) Chinh, N.Q.; Kovács, Zs.; Reich, L.; Székely, F.; Illy J.; Lendvai, J. Precipitation and Work hardening in high Al-Zn-Mg (Cu, Zr) Alloys, **Materials Science Forum**, Vols. 217-222, p.1293-1298, 1.996.
- (42) Bigot, A.; Danoix, F.; Auger, p.; Blasvete, D. Tomographic Atom Probe Study of Age Hardening Precipitation in Industrial Al-Zn-Mg-Cu (7050) Alloy. **Materials Science Forum**. Vols 217-222, p.695-701, 1.996.
- (43) Dutta, I.; Bowell, D. L. Influence of Dislocation Density and Distribution on the Aging Behavior of 6061-Al/SiC_w Composites. **Acta Metallurgica et Materialia**, vol. 38, n. 11, p. 2041-49, 1990.
- (44) Davies, C.H.J.; Raghunathan, N.; Sheppard T. Structure - property relationships of SiC reinforced advanced Al-Zn-Mg-cu Alloy. **Materials Science and Technology**. Vol.8, p.977-84. Nov.1.992.
- (45) Muñoz, A.; Goñi.; Liceaga, J. F. Age-hardening of the matrix in alumina fibre reinforced A356 alloy composites, **Ibid** 27, p. 543-50.
- (46) Reihani, S.M.S.; Dafir, O; Merle, P. Experimental Analysis of the acceleration of B' precipitation in a 6061/ SiCp composite. **Scripta Metall. Mater.**, V.28, N.5, p.639-44, 1.993.
- (47) Zhang, D.L. Precipitation of Excess Silicon During Heat Treatment of Cast Al-7wt% Si-0,4wt% Mg Alloy. **Materials Science Forum**. Vols. 217-229, p.772-776, 1.996.
- (48) Gupta, A.K.; Marois, P.H.; Lloyd, D.J. Study of the Precipitation Kinetics in A6000 Series Automotive Sheet Material, **Materials Science Forum**. Vols217-222, p.801-806, 1.996.
- (49) Wu, Y.; Lavernia, E.J. Spray-Atomized and Codeposited 6061 Al/SiCp Composites, **JOM**, p.16-23, Agosto-1.991.

- (50) Kovács, I.; Lendvai, J.; Voros, G. Effect of Precipitation structure on the work Hardening Process in a Medium Strength Al-Zn-Mg Alloy, **Materials Science Forum**, Vols 217-222, 1.996, p.1275-1280.
- (51) Hong, S.I.; Gray III, G.T. Microstructure and microchemistry of an Al-Zn-Mg-Cu Alloy matrix-20 vol.% SiC composite, **Acta Metall Mater.**, V.40, n.12, p.3299-315, 1.992.
- (52) Taya, M.; Arsenault, R. J. **Ibid** 5, p. 101.
- (53) Shi, N.; Arsenault, R.J. Influence of thermally induced plasticity on the deformation of Al/SiC composites under tensile on compressive loading, **Scripta Metallurgica et Materialia**, V.28, p.623-8, 1.993.
- (54) Varma, S.K.; Ponce, J.; Andrews, S.; Corral, E.; Salas, D. Microstructures During Solutionizing and Aging in A 6061 Aluminium Alloy Matrix Reinforced With Alumina Particles. **Materials Science Forum**, Vols.217-222, p.931-36, 1.996.
- (55) Vogelsang, M.; Arsenault, R.J.; Fisher, R.M. An In Siter HVEM Study of Dislocation Generation At Al/SiC Interfaces in Metal Matrix Composites, **Metallurgical Transaction**, V.17.A, p.379-89, 1.986.
- (56) Lewis, C.F. The exciting promise of metal-matrix composites, **Materials Engineering**, p.33-7, maio 1.986.
- (57) Lloyd, D. J. Factors Influence the properties of particulate reinforced composites produced by molten metal mixing, **Ibid** 27, p. 81-9.
- (58) McDanel, D. J. Analysis of stress-strain, fracture, and ductility behavior of aluminum matrix composites containing discontinuous silicon carbide reinforcement, **Metalurgical Transactions A.**, vol. 16A, p. 1105-15, Jun/1985.
- (59) Legoux, J. G.; L'Espérance, G.; Suéry, M. Characterization of the Interface Reactions of the Composites and their Effect on the Composition of the Composites and of their Effect on the Composition of Al-Mg Matrix. In: Ceramic and Matrix Composites. Proceedings, Modeling & Mechanical Behavior, Anaheim, California, 1990. Proceedings. TMS, Warrendale, 1990, ed. By R. B. Bhagat et al, p. 13-22.
- (60) Nutt, S.R.; Carpenter, R.W. Non. Equilibrium Phase Distribution in an Al-SiC Composite, **Materials Science and Engineering**. V.75, p.169-77, 1.985.
- (61) Arsenault, R. J.; Pand, C. S. Interfaces in Metal Matrix Composites. **Scripta Metallurgica**, v. 18, n. 10, p. 103-4, 1984.
- (62) Fu, L. J.; Schmerling, M.; Marcus, H. L. Interfaces Studies of Aluminum Metal Matrix Composites, Composite Materials: Fatigue and Fracture, ASTM-STP 907, ed. By H. T. Hahn, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, p. 51-62, 1986.
- (63) Carvalhinhos, H. E.; Carvalho, M. H.; Marcelo, T. Comparative Properties of Al6061/SiC and Al6061/Al2A3, composites produced by sintering and forging route. In: Advances in Powder Metallurgy. Particulate Materials, San Francisco, 1992. Proceedings, New Jersey, MPIF/APMI, ed. By Campos, J. M., Capus, R. M. German, v. 9, p. 159-69.

- (64) Legoux, J. G.; Sabo, L.; Ribes, H.; L'Espérance, G.; Suéry, M. microstructural characterization of the interfacial region in SiC reinforced Al-Mg alloys, In: Interfaces in metal-ceramics composites, Anaheim, California, 1990. Proceedings, TMS, ed. By R. Y. Lin, R. J. Arsenault, G. P. Martins, S. G. Fishman, p. 187-96.
- (65) Henriksen, B. R.; Johnsen, T. E. Influence of microstructural of fibre/matrix interface on mechanical properties of Al/SiC composites, **Material Science and Technology**, v. 6, p. 857-62, Set/1990.
- (66) Humphreys, F. J.; Miller, W. S.; Dejaze, M. R. Microstructural development during thermomechanical processing of particulate metal-matrix composites, **Material Science and Technology**, v. 6, p. 1157-166, Nov/1990.
- (67) Van Vlack, L. Princípios de Ciências dos Materiais, 4ª edição, p. 3, 1977.
- (68) Arsenault, R. J.; Wang, L.; Feng, C. R. Strengthening of composites due to microstructural changes in the matrix, **Acta Metall. Materialia**, v. 39, n. 1, p. 47-57, 1991.
- (69) Papazian, J. M.; Adler, P. N. Tensile Properties of Short Fiber-Reinforced SiC/Al Composites: Part I. Effects of Matrix Precipitates, **Metallurgical Transactions**, v. 21A, p. 401-10, fev/1990.
- (70) Hunt, M. Aluminum composites come of age. **Materials Engineering**, p. 37-70, jan/1989.
- (71) Alisson, J. E.; Cole, G. S. Metal-matrix composites in the automotive industry: opportunities and challenges, **JOM**, p. 19-24, jan/1993.
- (72) Geiger, A. S.; Jackson, M. Low-expansion MMCs boost avionics: metal-matrix composites (MMCs) offer attractive properties for electronic packaging in aerospace applications, **Advanced Materials & Process**, jul/1989.
- (73) Geiger, A. S.; Walker, J. A. The processing and properties of discontinuously reinforced aluminum composites, **JOM**, p. 8-15, agosto/1991.
- (74) Kelly, P. M.; Jostons, A.; Blake, R. G.; Napier, J. G. The determination of foil thickness by scanning transmission electron microscopy. *Phys. Stat. Sol.*, 1975, 31 (a): p. 771.
- (75) Allen, S. L. Foil thickness measurements from convergent-beam diffraction patterns. *Phil. Mag. A*, 1981, 43 (2): p. 325-35.
- (76) Norma DIN-5125 - Ensaios de materiais metálicos-corpos de prova de tração-Diretrizes para execução - versão traduzida para o português, 1976.
- (77) Srivatsan, T. S.; Lavernia, E. J. Synthesis of Discontinuously Reinforced Metal-Ceramic Composites Using Spray Atomization and Deposition Process. *Processing and Fabrication of Advanced Materials for High Temperature Applications II*, 1992, ed. by V. A. Ravi, T. S. Srivatsan.

- (78) Gupta, M.; Mohamed, F.; Lavernia, E. The Effect of Ceramic Reinforcement During Spray Atomization and Co-deposition of metal matrix composites: Part II. Solid State Cooling Effects. *Metallurgical Transaction*, v. 23A, p. 845-50, mar/1992.
- (79) Hadianfardi, M. J.; Mai, Y. W.; Healy, J. C. Effect of ceramic reinforcement on the ageing behavior of an aluminum alloy, *Journal of Materials Science*, v. 28, p. 3665-69, 1993.
- (80) Bar, H. J.; Gudladt, L. F.; Lendvai, J. Influence of Fibre Reinforcement on the Aging Behavior of an AlSi12 Cu-Mg-Ni alloy, *Materials Science Forum*, v. 217-222, p. 1145-50, 1996.
- (81) Gupta, M.; Mohamed, F.; Lavernia, E. Microstructure and Mechanical Properties of Al-Cu Based Metal Matrix Composites Processed using Spray Atomization and Co-Deposition, *Materials Science and Engineering*, p. 339-69, 1991.
- (82) Zhang, J. S.; Lui, X. J.; Cui, H.; Duan, X. J.; Sun, Z. Q.; Chen, G. L. Microstructure and Properties of Spray Deposited 2014+15 Vol Pct SiC Particulate-Reinforced Metal Matrix Composites, *Metallurgical and Materials Transaction*, v. 28A, p. 1261-69, 1997.
- (83) Rack, H. J. P/M aluminum metal matrix composite. In: Dispersion Strengthened Aluminum Alloys. Proceedings, TMS. p. 649-79, 1988, ed. by Y. M. Kim, W. M. Griffith.
- (84) Flom, Y.; Arsenault, R. J. Deformation of SiC/Aluminum Composites, *JOM*, p. 31-4, jul/1986.
- (85) Kolosowski, J.; Ambrósio, F.; Couto, A. A. Ibid 40, p. 9.
- (86) Christman, T.; Needleman, A.; Suresh, S. An Experimental and numerical study of deformation in metal-ceramic composite. *Acta Metall.*, v. 37, n. 11, p. 3029-50, nov/1989.
- (87) Reihani, S. M. S.; Dafir, D.; Merle, P. Experimental analysis of the acceleration of β' precipitation in a 6061/SiCp composite. *Scripta Metall. Mater.*, v. 28, n. 5, p. 639-44, 1993.
- (88) Tsai, T. C.; Chuang, T. H. Relationship Between Electrical Conductivity and Stress Corrosion Cracking Susceptibility of Al 7075 and Al 7475 alloys, *Corrosion Science*, p. 414-16, jun/1996.
- (89) Wert, J. A.; Paton, N. E.; Hamilton, C. H.; Mahoney, M. W. Grain Refinement in 7075 Aluminum by Thermo-Mechanical Processing. *Metallurgical Transactions A*, v. 12A, p. 1267-76, jul/1981.
- (90) Cliff, G.; Powell, D. J.; Pilkington, R.; Champness, P. E.; Lorimer, G. W. X-Ray Microanalysis of second phase particles in thin foils. *Inst. Phys. Conf. Ser. N. 68* (Guildford UK: EMAG) p. 63-6.
- (91) Rossi, J. L.; Pilkington, R.; Tromper, R. L. Graphical Manipulation of EDS data obtained by SEM. XIII IXCOM- Manchester UK p. 2758, 1992.
- (92) Sun, L.; Li, S.; Zhu, Z.; Wang, Z. G. Dependence of Fracture Behavior on SiCp Science of Al Matrix Composites. In: Metal Matrix Composites. Proceedings ICCM-10, ed. by Whistler, B. C., Canada, August/1995.

- (93) Lewandowski, J. J.; Lui, C. Microstructural effects on the Fracture Micromechanics in 7XXX Al P/M-SiC Particulate Metal Matrix Composites. In: International Symposium on Advanced Structural Materials, Montreal, 1988, ed. by D. S. Wilkinson. Proceedings, Pergamon Press, p. 23-31, 1989.
- (94) Lloyd, D. J. Factors influencing the properties of particulate reinforced composite produced by molten metal mixing, Ibid 27, p. 81-89.
- (95) Finoti, M.; Sheng, Y. L.; Needeman, A.; Suresh, S. Micromechanical Modeling of Reinforcement Fracture in Particle-Reinforced Metal Matrix Composite, Metallurgical Materials Transaction A, v. 25A, p. 2403-20, 1994.
- (96) Davidson, D. L. Tensile deformation and fracture toughness of 2014+15 vol Pct. SiC particulate composite, metallurgical transactions A, v. 22A, p. 113-23, jan/1991.