

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR Osmar Roberto
Bagnato E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 08/04/2002
Cecília A. de Carvalho Zavaglia
ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

PROPRIEDADES MECÂNICAS DE JUNTAS AISI12 / Al₂O₃ SOLDADAS POR DIFUSÃO

Autor: Osmar Roberto Bagnato
Orientadora: Prof^a Dra. Cecília A. de Carvalho Zavaglia
Co-orientador Prof. Dr. Maurizio Ferrante

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

PROPRIEDADES MECÂNICAS DE JUNTAS AISI12 / Al₂O₃ SOLDADAS POR DIFUSÃO

Autor: Osmar Roberto Bagnato
Orientadora: Prof^a Dra. Cecília A. de Carvalho Zavaglia
Co-orientador Prof. Dr. Maurizio Ferrante

Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Materiais e Processos

Tese de doutorado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

NIDADE 80
CHAMADA T/UNICAMP
B146p
EX
DMSO BC/ 50397
ROC 16-837102
DX
REÇO R\$ 11,00
ATA 16-08-02
CPD

CM00172542-2

IBID 253742

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

B146p Bagnato, Osmar Roberto
Propriedades mecânicas de juntas AlSi12 / Al₂O₃
soldadas por difusão / Osmar Roberto Bagnato. --
Campinas, SP: [s.n.], 2002.

Orientadores: Cecília A. de Carvalho Zavaglia;
Maurizio Ferrante.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Soldagem. 2. Alumina - Propriedades mecânicas. 3.
Ligas de alumínio. 4. Microscopia eletrônica. 5.
Resistência de materiais - Propriedades mecânicas. 6.
Mecânica da fratura. 7. Metais - Fratura. I. Zavaglia,
Cecília A. de Carvalho. II. Ferrante, Maurizio. II.
Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Engenharia Mecânica. III. Título.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

TESE DE DOUTORADO

PROPRIEDADES MECÂNICAS DE JUNTAS AISI12 / Al₂O₃ SOLDADAS POR DIFUSÃO

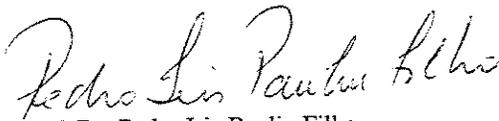
Autor: Osmar Roberto Bagnato
Orientadora: Prof^a Dra. Cecília A. de Carvalho Zavaglia
Co-orientador Prof. Dr. Maurizio Ferrante



Profa. Cecília A. de Carvalho Zavaglia, Presidente
DEMA-FEM-UNICAMP



Prof. Dr. Paulo Roberto Mei
DEMA-FEM-UNICAMP



Prof. Dr. Pedro Iris Paulin Filho
DEMa-UFSCar



Prof. Dr. Adilson Rodrigues da Costa
Escola de Minas – UFOP/MG



Prof. Dr. José Angelo R. Gregolin
DEMa-UFSCar

4687800

Campinas, Fevereiro de 2002.

Dedicatória:

Dedico este trabalho a Maria Helena, Vinye e Gustavo, que sempre me incentivaram, colaboraram e compreenderam o significado deste.

Agradecimentos:

A minha esposa Maria Helena .

Aos meu filhos, Vinye e Gustavo.

A minha orientadora Profa. Dra. Cecília A. C. Zavaglia.

Ao meu coorientador e amigo Prof. Dr. Maurizio Ferrante.

A Fernanda, Edgar e Luiz Carlos, colegas de trabalho do Grupo de Materiais do LNLS.

Aos colegas do LNLS pelo incentivo.

Ao pessoal do LME- LNLS.

Ao pessoal do LCAM USF.

Ao técnicos, colegas e professores do DEMA FEM UNICAMP que colaboraram neste trabalho.

A Diane Pretty pela revisão do inglês.

A Margarida responsável pela biblioteca do LNLS.

E a todas pessoas que colaboraram direta ou indiretamente para a conclusão deste trabalho.

*“Na ilha por vezes habitada do que somos, há noites, manhãs e
madrugadas em que não precisamos de morrer.
Não sabemos tudo do que foi e será.
O mundo aparece explicando definitivamente e entra em nós
numa grande serenidade , e dizem-se as palavras que a significam”*

José Saramago

Índice

CAPÍTULO 1	25
JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS	25
1.1 - INTRODUÇÃO	25
1.2 OBJETIVOS	
32	
CAPÍTULO 2	34
REVISÃO DA LITERATURA	34
2.1 INTRODUÇÃO	34
2.2 - PROCESSOS DE JUNÇÃO DE CERÂMICAS - METAIS	39
2.2.1 - JUNÇÕES MECÂNICAS	40
2.2.2 - JUNÇÕES DIRETAS	41
2.2.3- JUNÇÃO INDIRETA	42
2.3 - MECANISMOS DE LIGAÇÃO NO ESTADO SÓLIDO	49
2.4 - ASPECTOS GERAIS DA LIGAÇÃO POR DIFUSÃO (<i>DIFFUSION – BONDING</i>)	50
2.5 - ESTABELECIMENTO DE INTERFACES DE CERÂMICAS - METAIS	53
2.6 - MODELAMENTO DE UMA JUNÇÃO NO ESTADO SÓLIDO	55
2.6 - INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS EXPERIMENTAIS NAS JUNTAS.	60
2.6.1 - TEMPERATURA	60
2.6.2 - CARGA	61
2.6.3 - RUGOSIDADE SUPERFICIAL	64
2.6.4 – AMBIENTE	64
2.7 – A FORMAÇÃO DA INTERFACE METAL/CERÂMICA	64
2.7.1 - O MECANISMO DE FORMAÇÃO DA LIGAÇÃO NA SOLDAGEM POR PRESSÃO	65
2.8 - O COMPORTAMENTO MECÂNICO DA JUNTAS CERÂMICA-METAL.	67
2.8.1 – RESISTÊNCIA MECÂNICA	67
2.8.2 – TENSÕES RESIDUAIS	74
2.9 – ENSAIOS MECÂNICOS	80

2.9.1 – ENSAIOS DE FLEXÃO	80
2.9.2 - CONSIDERAÇÕES SOBRE O ENSAIO.	81
2.9.3 - PROPRIEDADES MECÂNICAS NA FLEXÃO	82
2.9.4 - MÓDULO DE RUPTURA (σ_{FU})	85
CAPÍTULO 3	88
OS MATERIAIS ENVOLVIDOS	88
3.1 INTRODUÇÃO	88
3.2 - A LIGA DE ALSI12	88
3.3 O SISTEMA AL – SI	91
3.4 - MATERIAIS CERÂMICOS	92
3.4.1 - PRINCIPAIS TIPOS DE MATERIAIS CERÂMICOS	93
3.4.2. - CERÂMICA DE ALTA ALUMINA	94
3.4.3 - ALUMINA	95
3.5 - O SISTEMA AL - O	95
3.6 - O SISTEMA Si – O	96
CAPÍTULO 4	101
TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS	101
4.1 – INTRODUÇÃO	101
4.2 - ESTATÍSTICA DE WEIBULL	102
4.3 - PROCEDIMENTO DE CHAUVENET	104
CAPITULO 5	105
MATERIAIS E MÉTODOS	105
5.1 – INTRODUÇÃO	105
5.2 - MATERIAIS UTILIZADOS	105
5.2.1 – OS CORPOS DE PROVA CERÂMICOS	106
5.2.2 - OS CORPOS DE PROVA METÁLICOS	110
5.3 - FABRICAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	112
5.5 – OS ENSAIOS MECÂNICOS	118
5.6 - MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA	120

CAPÍTULO 6	121
RESULTADOS E DISCUSSÃO	121
6.1 – INTRODUÇÃO	121
6.2 – MICROANÁLISE	121
6.2.1 - MICROANÁLISE DA MATÉRIA PRIMA CERÂMICA	122
6.2.2 - MICROANÁLISE DA LIGA ALSi12	123
6.3 – ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL (ATD)	124
6.4 – MICROESTRUTURA DAS MATÉRIAS PRIMAS	125
6.5 – ENSAIOS DE DUREZA	128
6.6 - RUGOSIDADE SUPERFICIAL	129
6.6.1 - RUGOSIDADE DA MATÉRIA PRIMA CERÂMICA.	130
6.6.2 - RUGOSIDADE DA LIGA ALSi 12	132
6.7 - ENSAIOS MECÂNICOS	133
6.7.1 - CORPOS DE PROVA CERÂMICOS	134
6.7.2 – CORPOS DE PROVA METAL/CERÂMICA – LOTE 2	138
6.7.3 -CORPOS DE PROVA METAL/CERÂMICA – LOTE 3	147
6.8 - RESULTADOS DA ANÁLISE MICROSCÓPICA	165
CAPÍTULO 7	201
CONCLUSÕES E SUGESTÕES	
7.1 CONCLUSÕES	201
7.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	204
CAPÍTULO 8	205
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	205
ANEXOS	215
ANEXO 1 – TABELAS E GRÁFICOS DO MÓDULO DE WEIBULL E DE $\sigma_{50\%}$	215
ANEXO 2 – ESPECTROS DAS MICROANÁLISES NAS INTERFACES DE FRATURA DAS JUNÇÕES METAL/CERÂMICA OBTIDAS POR DIFUSÃO	226

Listas de Figuras

CAPÍTULO 1

Figura 1.1 - Oxidação do SiC e superliga estrutural Ni-Fe a 1250 °	27
Figura 1.2 – Consumo específico de combustível	28
Figura 1.3 – Desempenho comparativo para um motor Toyota	29
Figura 1.4 – Desenho esquemático de um motor aeronáutico	31

CAPÍTULO 2

Figura 2.1 - Coeficiente linear de expansão térmica para diversos materiais.....	36
Figura 2.2 Ângulo de contato	44
Figura 2.3. Ângulo de contato da liga Ag - Cu sobre substrato de Si ₃ N ₄ a 900 °C	44
Figura 2.4 Correlação entre W _{ad} /aderência e γ_{cm} para diversos conjuntos de materiais	54
Figura 2.5 Transporte de massa pelos mecanismos de difusão	56
Figura 2.6 Representação esquemática de fonte e movimento de material	58
Figura 2.7 – Limite de resistência de juntas Al ₂ O ₃ -Nb	60
Figura 2.8 - Fração da interface ligada resistência para junções Al ₂ O ₃	62
Figura 2.9 - Resistência mecânica de Si ₃ N ₄ -Fe-Si ₃ N ₄ em diferentes posições da junta.....	63
Figura 2.10 - Imperfeições nas interfaces metal – cerâmica.....	68

Figura 2.11 - Esquemas dos ensaios mecânicos realizáveis em juntas metal cerâmica	69
Figura 2.12 – Corpo de prova utilizado em ensaio de flexão em 3 pontos.....	70
Figura 2.13 – Mecanismos de fratura de interfaces cerâmica – metal.....	71
Figura 2.14 – Modos de fraturas interfaciais	72
Figura 2.15 – Representação esquemática dos modos de intensidade de tensão.....	73
Figura 2.16 – Estados de tensão dominantes como função do ângulo de fase ψ	74
Figura 2.17 - Tensão residual em juntas retangulares	75
Figura 2.18 – Distribuição de tensões σ_1 e σ_2 em amostras de juntas Si_3Ni_4 – SM50.....	76
Figura 2.19 – Técnica de “gradiente α “.....	77
Figura 2.20 – Efeito da geometria da junta em $\sigma_{1\text{máx}}$	78
Figura 2.21 – Ensaio de flexão em três pontos.	80
Figura 2.22 - Ensaio de flexão em quatro pontos	81
Figura 2.23 - Esboço dos esforços no ensaio de flexão em três pontos.....	83
Figura. 2.24 - Elemento de superfície para o cálculo do momento de inércia.....	84
Figura 2.25 - Corte de um corpo-de-prova de seção retangular.....	87

CAPÍTULO 3

Figura 3.1 – Diagrama de Fases Al – Si	90
Figura 3.2 –Diagrama de fases Al – O.....	97
Figura 3.3 - Diagramas de fase Si – O	99

CAPÍTULO 5

Figura 5.1 – Disco cerâmico original, para corpos de prova difusão.	106
Figura 5.2 – Serra de precisão Meyer Burger TS121.	107
Figura 5.3 – Corpos de prova cerâmicos e intercamada metálica anterior à solda.....	108
Figura 5.4 – Fluxograma da escala produtiva do metal de adição.....	111
Figura 5.5 - Distribuição de temperatura nos fornos de parede quente e parede fria.	115
Figura 5.6 – Forno à vácuo par solda por difusão do LNLS.	115

Figura 5.7 – Dispositivo para alinhamento e suporte dos corpos de prova para soldagem.	117
Figura 5.8 – Dispositivo para Ensaio de Flexão em 4 Pontos.	119

CAPÍTULO 6

Figura 6.1 – Resultado da microanálise da alumina	122
Figura 6.2 – Análise química da liga metálica AlSi12	123
Figura 6.3 – Resultado da Análise ATD da Liga AlSi12 e da alumina	124
Figura 6.4 – Microestrutura do material cerâmico	125
Figura 6.5 – Microestrutura da liga AlSi12 na condição “como recebido.....	126
Figura 6.6 – Microestrutura da liga AlSi12, deformada plasticamente	127
Figura 6.7 – Microestrutura da amostra de AlSi12, após tratamento térmico	127
Figura 6.8 – Rugosidade da cerâmica original.....	130
Figura 6.9 - Rugosidade da cerâmica após corte e retifica	132
Figura 6.10 – Rugosidade da liga AlSi 12 após trabalho mecânico a frio.....	134
Figura 6.11 – Resistência à flexão em 4 pontos para os corpos de prova cerâmicos.	136
Figura 6.12 – Diagrama de Weibull para a alumina	138
Figura 6.13 - Resistência á flexão Amostras do Lote 2	140
Figura 6.14 - Resistência à flexão em função da temperatura	141
Figura 6.15. – Curva de Weibull para as amostras 03 e 04.	143
Figura 6.16 – Probabilidade de sobrevivência para amostras obtidas a 610 °C, 20'	144
Figura 6.17 – Curva de Weibull para as amostras 5 e 6 do lote 2.	145
Figura 6.18-. Probabilidade de sobrevivência de um corpo de prova	146
Figura 6.19. – Resistência a flexão de amostra do lote 3.....	153
Figura 6.20 – Resistência a flexão de amostra do Lote 3	154
Figura 6.21 - Probabilidade de sobrevivência das amostras 13 e 28	161
Figura 6.22- Curva de Weibull para as amostras 13 e 28.....	162
Figura 6.23 –Interface de fratura do corpo de prova 03	166
Figura 6.24 Imagem da superfície de fratura da amostra 03.....	167
Figura 6.25 – Interface de solda por difusão entre alumina e a liga metálica AlSi 12.	168
Figura 6.26 - Imagem MEV da superfície de fratura do corpo de prova 03.....	169

Figura 6.27 - Fases presentes na interface de fratura da amostra 03.	170
Figura 6.28 - Detalhe da interface de fratura da amostra 03.....	171
Figura 6.29 - Detalhe da interface de fratura da amostra 03.....	171
Figura 6.30 - Detalhe da interface de fratura da amostra 03.....	172
Figura 6.31 – Imagem da interface de fratura da amostra 04 obtida por MEV.	173
Figura 6.32 – Microestrutura na interface de fratura da amostra 04.....	173
Figura 6.33- Superfície de fratura da amostra 01.	174
Figura 6.34 – Região de microanálise da amostra 01.	175
Figura 6.35- Região de microanálise da amostra 01.....	176
Figura 6.36 - Amostra 01, imagem do plano perpendicular a fratura.....	176
Figura 6.37 – Detalhe da superfície de fratura da amostra 01	177
Figura 6.38 - Interface de soldagem de amostra obtida a 501°C, 30' a 301 N.....	178
Figura 6.39 - Superfície da cerâmica após ensaio de flexão em 4 pontos	178
Figura 6.40 - Interface de junção alumina-AlSi12, obtida do corpo de prova 11.	179
Figura 6.41 - Interface de junção da amostra 09.....	180
Figura 6.42 – Imagem da interface de soldagem da amostra 20.....	181
Figura 6.43 – Interface de soldagem da amostra 24.	182
Figura 6.44 – Imagem de raioX da amostra 24.....	183
Figura 6.45 – Imagem da interface de fratura com trincas da amostra 26.....	184
Figura 6.46 – Superfície de fratura da amostra 16.....	186
Figura 6.47 – Superfície do material cerâmico da interface de soldagem da amostra 18...	187
Figura 6.48 – Superfície de fratura da amostra 18.....	188
Figura 6.49 – Imagem de RX para a superfície de fratura da amostra 18.	189
Figura 6.50 – Vista lateral da superfície de fratura da amostra 13.	190
Figura 6.51- Imagem de mapeamento de raios X da amostra 13.....	191
Figura 6.52 – Região de microanálise puntual na superfície de fratura da amostra 13.....	192
Figura 6.53 –1-2-3-4 Resultados da microanálise puntual da amostra 13.....	193
Figura 6.54- Interface de soldagem da amostra 29.	194
Figura 6.55 – Imagem de RX da interface da amostra 29.	195
Figura 6.56 – Imagem da interface de ligação metal/cerâmica da amostra 31.....	196
Figura 6.57 – Imagem de Raios X da interface de soldagem da amostra 31.....	197

ANEXO 1 – TABELAS E GRÁFICOS DO MÓDULO DE WEIBULL E DE σ_{50} %.	215
FIGURA A1- CURVA DE WEIBULL PARA AS AMOSTRAS 29 E 30.	216
FIGURA A2 – PROBABILIDADE DE SOBREVIVÊNCIA EM FUNÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO PARA AS AMOSTRAS 29 E 30.	216
FIGURA A3- CURVA DE WEIBULL PARA AS AMOSTRAS 18 E 19.	217
FIGURA A4 – PROBABILIDADE DE SOBREVIVÊNCIA EM FUNÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO PARA AS AMOSTRAS 18 E 19.	218
FIGURA A5- CURVA DE WEIBULL PARA AS AMOSTRAS 31 E 32.	219
FIGURA A6 – PROBABILIDADE DE SOBREVIVÊNCIA EM FUNÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO PARA AS AMOSTRAS 31 E 32.	219
FIGURA A7- CURVA DE WEIBULL PARA AS AMOSTRAS 7, 10, 22 E 23.	220
FIGURA A8 – PROBABILIDADE DE SOBREVIVÊNCIA EM FUNÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO PARA AS AMOSTRAS 7, 10, 22 E 23.	221
FIGURA A9- CURVA DE WEIBULL PARA AS AMOSTRAS 11 E 12.	241
FIGURA A10 – PROBABILIDADE DE SOBREVIVÊNCIA EM FUNÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO PARA AS AMOSTRAS 11 E 12.	222
FIGURA A11- CURVA DE WEIBULL PARA A AMOSTRA 20.	222
FIGURA A12 – PROBABILIDADE DE SOBREVIVÊNCIA EM FUNÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO PARA AS AMOSTRAS 20.	223
FIGURA A13- CURVA DE WEIBULL PARA A AMOSTRA 9.	223
FIGURA A14 – PROBABILIDADE DE SOBREVIVÊNCIA EM FUNÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO PARA A AMOSTRA 9.	224
FIGURA A15- CURVA DE WEIBULL PARA A AMOSTRA 24.	224
FIGURA A16 – PROBABILIDADE DE SOBREVIVÊNCIA EM FUNÇÃO DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO PARA A AMOSTRA 24.	225

ANEXO 2 - ESPECTROS DAS MICROANÁLISES NAS INTERFACES DE FRATURA DAS JUNÇÕES METAL-CERÂMICA OBTIDAS POR DIFUSÃO. 226

3A ESPECTROS DA AMOSTRA 01	226
3B ESPECTROS DA AMOSTRA 24	227
3C ESPECTROS DA AMOSTRA 26	228
3D ESPECTROS DA AMOSTRA 16	229
3E ESPECTROS DA AMOSTRA 18	230
3F ESPECTROS DA AMOSTRA 31	231

Lista de Tabelas

CAPÍTULO 2

Tabela 2.1 - Algumas propriedades típicas dos metais e cerâmicas.....	38
Tabela 2.2 - Comparação entre Processo de Soldagem	46
Tabela 2.3 - Parâmetros e Resistência de Juntas Obtidas por Difusão	49
Tabela 2.4 – Energia Interfacial de Sistemas Sólido – Sólido (Al_2O_3 – Metais).....	55

CAPÍTULO 3

Tabela.3.1- Propriedades físicas do alumínio puro e das ligas AlSi.....	89
Tabela 3.2 - Propriedades mecânicas do alumínio puro e das ligas AlSi	91
Tabela 3.3 - Pontos especiais do Diagrama Al-Si	92
Tabela 3.4 – Propriedades da alumina 99 %.....	95
Tabela 3.5 - Pontos especiais do sistema Si – O.....	98

CAPÍTULO 5

Tabela 5.1 - Condições experimentais iniciais, Lote I.....	112
Tabela 5.2 - Condições experimentais previstas para os ensaios de soldagem.....	116

CAPÍTULO 6

Tabela 6.1 – Resultados dos ensaios de dureza nas amostras AlSi12.	128
Tabela 6.2 – Resultados das medidas de rugosidade na matéria prima cerâmica.	129
Tabela 6.3 – Resultado das medidas de rugosidade em blocos cerâmicos retificados.	131
Tabela 6.4 - Resultados da rugosidade das amostras de AlSi12 após trabalho mecânico....	133
Tabela 6.5 – Resistência à Flexão em 4 Pontos dos Corpos de Prova Cerâmicos.....	135
Tabela 6.6 – Valores de Resistência para Cerâmicas ensaiadas em tração e em Flexão	136
Tabela 6.7 - Parâmetros utilizados na elaboração do Diagrama de Weibull.	137
Tabela 6.8 – Condições experimentais e resultados para as junta metal-cerâmica.	139
Tabela 6.9 - Condições experimentais, ensaios mecânicos para as amostras do Lote 2.....	140
Tabela 6.10 – Parâmetros da estatística de Weibull para as amostras 03 e 04.	142
Tabela 6.11 – Parâmetros Weibull para as amostras 5 e 6 do Lote 2.	145
Tabela 6.12- Resultados Obtidos nos Ensaios de Flexão em 4 Pontos Para o Lote 3	148
Tabela 6.13 – Médias e desvios padrões para as amostras do Lote 3.....	152
Tabela 6.14 – Módulo de Weibull m e $\sigma_{50\%}$ para as amostras do Lote 3.....	157
Tabela 6.15 -.Parâmetros de Weibull para as amostras 13 e 28.	160

ANEXOS

E 30	TABELA A1 –DADOS PARA CÁLCULO DO MÓDULO DE WEIBULL E DE $\sigma_{50\%}$ PARA AS AMOSTRAS 29	215
E19.	TABELA A2 –DADOS PARA CÁLCULO DO MÓDULO DE WEIBULL E DE $\sigma_{50\%}$ PARA AS AMOSTRAS 18	217
E 32.	TABELA A3 –DADOS PARA CÁLCULO DO MÓDULO DE WEIBULL E DE $\sigma_{50\%}$ PARA AS AMOSTRAS 31	218
e 23.	Tabela A4 –Dados para cálculo do módulo de Weibull e de $\sigma_{50\%}$ para as amostras 7, 10, 22	220

Nomenclatura

Letras Latinas

x - espessura da camada de reação	[m]
t - tempo	[s]
n - 0,5 constante para sistemas metal/cerâmica (lei de Fick)	[adimensional]
Q - energia de ativação	[J/mol]
R - constante dos gases = 8,315	[kJ/k.mol.K]
E - módulo de elasticidade	[Pa]
M_f - momento fletor	[N.m]
P - carga aplicada	[N]
Q - Força cortante	[N]
dN - elemento de força normal	[Pa]
dS - elemento de área	[m ²]
T - temperatura absoluta	[K]
w - largura do corpo-de-prova	[m]
h - altura do corpo-de-prova	[m]
a - distância entre os suportes e o ponto de carga mais próximo	[m]
V - volume do material	[m ³]
X - número de vezes maior que uma unidade de referência	[adimensional]

m - parâmetro de forma da distribuição ou o módulo de Weibull	[adimensional]
N - conjunto de amostras idênticas	[adimensional]
$f(\sigma)$ - função da resistência	[adimensional]
DR - razão de desvio padrão	[adimensional]
y_i - i -ésima réplica	[adimensional]
\bar{y} - média	[Pa]
S - desvio padrão	[Pa]
DR_0 - razão padrão	[adimensional]
R - resistência elétrica	[ohm]
L - comprimento da resistência	[m]
A - área de seção reta da resistência	[m ²]
V - tensão	[V]
I - corrente elétrica	[A]
P - potência	[W]

Letras Gregas

ΔG - energia trocada por unidade de área	[J/mol.K]
γ_m - energia de superfície do metal	[J/m ²]
γ_c - energia de superfície da cerâmica	[J/m ²]
γ_{cm} - energia interfacial da cerâmica – metal	[J/m ²]
ϕ - ângulo associado às falhas residuais nas interfaces de juntas	[rad]
θ - ângulo de contato	[rad]
ψ - ângulo de fase	[rad]
σ_1 - tensão principal no eixo x	[Pa]
σ_2 - tensão principal no eixo y	[Pa]
$\sigma_{1máx}$ - tensão máxima no eixo x	[Pa]
α - coeficiente de expansão térmico	[1/K]

σ_x - tensão na direção paralela da interface	[Pa]
σ_z - tensão na direção perpendicular a interface	[Pa]
τ_{xz} - tensões de cisalhamento	[Pa]
σ - tensão normal	[Pa]
σ_{fu} - Módulo de Ruptura	[Pa]
Δdx - elemento de deformação	[m]
α - ângulo e giro da flexão	[rad]
$\varepsilon = \Delta l / l =$ alongamento	[adimensional]
σ_{fu} - tensão de flexão	[Pa]
σ_u - tensão abaixo qual o risco de ruptura é nulo	[Pa]
σ_0 - parâmetro normalizador	[adimensional]
ρ - resistividade elétrica	[ohm.m]
σ - constante de Stefan – Boltzmann = $5,67 \times 10^{-8}$	[W/m ² .K ⁴]
ε_1 e ε_2 – emissividades dos materiais 1 e 2	[adimensional]
σ_F – resistência à flexão em 4 pontos	[Pa]
$\sigma_{50\%}$ - - tensão com probabilidade de sobrevivência de 50%	[Pa]

Subscritos

T_m – temperatura de fusão	[K]
K_p .coeficiente de penetração	[m/s]
W_{ad} - trabalho de aderência	[J/m ²]
k_I - fator de intensidade de tensão do modo I	[Pa. \sqrt{m}]
k_{II} - fator de intensidade de tensão do modo II	[Pa. \sqrt{m}]
y_{LN} - distância da linha neutra e a superfície inferior do corpo-de-prova	[m]
P_{max} - carga máxima suportada pelo corpo-de-prova	[kgf]
I_z - momento polar de inércia	[m ⁴]
P_s - probabilidade de sobrevivência	[adimensional]
V_0 - volume de referência	[m ³]

P_R - risco de ruptura	[adimensional]
P_{sj} - probabilidade de sobrevivência da j-ésima amostra	[adimensional]
q_{12} - calor transmitido de 1 para 2	[J]
A_1 e A_2 - áreas das superfícies radiantes 1 e 2	[m ²]
T_1 e T_2 - temperaturas absolutas das superfícies 1 e 2	[K]
F_{12} - fator de forma entre as superfícies 1 e 2	[adimensional]

Abreviações

Al_2O_3 – óxido de alumínio, alumina

SiC – carboneto de silício

GaAs – arseneto de gálio

Si_3N_4 - nitreto de silício

L – fase líquida

L_1 – fase líquida 1

SiO_2 - sílica

Siglas

LNLS - Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

DES –difusão no estado sólido

CET – coeficiente de expansão térmico

CVD - deposição química de vapor

PVD - deposição física de vapor

HP- hot – press - pressão aplicada uniaxialmente

HIP - hot - isostatic press - pressão aplicada isostaticamente

MEF - métodos de elementos finitos

XRD - difração de raios X

MEV - microscópio eletrônica de varredura

EDX - microsonda eletrônica

ATD - análise térmica diferencial

LME - Laboratório de Microscopia Eletrônica do LNLS/ABTLuS

CNC – comando por controle numérico

LCAM - Laboratório de Caracterização de Materiais

HR_F – dureza Rockwell na escala F

Resumo

BAGNATO, Osmar Roberto, *Propriedades Mecânicas de juntas AlSi12 / Al₂O₃ Soldadas por Difusão*, Campinas,: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2002. 250 p. Tese (Doutorado).

Na busca de processos alternativos de união entre metais e cerâmicas, destaca-se o processo de soldagem por difusão (*diffusion bonding*), utilizado em tecnologias de ponta no campo da indústria aeroespacial, eletro-eletrônica, vácuo e de energia. O processo de soldagem por difusão consiste em manter os materiais a serem unidos, num contato íntimo sob carga, numa dada temperatura e num dado tempo, onde se obtém juntas soldadas de elevada resistência mecânica e confiabilidade. O objetivo desse trabalho é promover a união de componentes cerâmicos de alta alumina, utilizando um metal de ligação, no caso uma liga AlSi, de elevada ductilidade através da técnica de junção por difusão, pela otimização dos principais parâmetros de processo como temperatura, tempo e carga aplicada; tais juntas devem apresentar resistência mecânica elevada e repetibilidade de fabricação. Para produzir as juntas, construiu-se um forno a vácuo com os acessórios necessários para a realização das operações sob carga, a vácuo, em alta temperatura; a definição dos ensaios mecânicos para a caracterização da resistência mecânica, das juntas, dos corpos de prova e a caracterização microestrutural das interfaces. Trabalhou-se três níveis para cada variável considerada, sendo que os corpos de prova obtidos foram submetidos a ensaio de flexão em quatro pontos e os resultados discutidos em termos de estatística de Weibull; as interfaces e as superfícies de fratura foram estudadas por técnicas de microscopia eletrônica de varredura e microanálise. Os resultados obtidos nos ensaios mecânicos indicaram grande variação em função das variáveis de processo, sendo que os melhores resultados se equiparam com os valores da cerâmica monolítica, da ordem de 340 MPa, obtidas nas condições de elevada e baixa temperatura, em tempos longos e curtos (90 e 20 minutos) e os piores resultados estão na faixa de 40 MPa, obtidos em tempos e temperaturas intermediários (60 minutos e 550 °C). Observou-se diferentes modos de fratura, sendo que nas temperaturas elevadas foram identificadas características de fratura frágil e em temperaturas baixas e médias, fratura dútil. As técnicas de investigação microestrutural, revelaram a presença de uma fase descontínua na interface metal-cerâmica nas amostras de baixa resistência mecânica, podendo muito provavelmente, estar associadas com as condições de processo, provocando a fragilização da junta. As interfaces de alta resistência se mostraram contínuas e sem defeitos.

Palavras Chave

-Solda por difusão, alumina, liga AlSi

Abstract

BAGNATO, Osmar Roberto, *Mechanical Properties of Al₂O₃ / AlSi12 Joints by Diffusion Bonding*, Campinas,: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2002. 207 p. Tese (Doutorado).

Abstract

Of the alternative processes utilized for joining metals and ceramics, one of the most relevant techniques is diffusion bonding, which is being used in high-technology applications in aerospace, electro-electronics, vacuum and energy industries. Diffusion-bonding processes consist of maintaining the materials to be joined in intimate contact under external pressure and controlled temperature, during a determined period of time. In this situation, it is possible to obtain high mechanical resistance and reliably welded joints. The objective of this work is to promote the joining of ceramic materials of high alumina, using a filler metal, in this case an AlSi12 eutectic alloy with high ductility, using diffusion-bonding techniques, optimizing the main parameters of the process: temperature, time and pressure. The joints obtained by this process have high mechanical resistance and repetibility in fabrication. To make these joints, a vacuum furnace was developed with all the accessories to make joints under external pressure and high vacuum at high temperature, mechanical tests were defined for the complete characterization of the joints and the project of the samples, were designed and the microstructural characterization of the materials and joints realized. Three levels for each variable were considered (temperature, time and pressure), and the joints obtained were submitted to a four-point flexural mechanical test; the results were discussed in terms of Weibull's statistics. The interface and fracture surfaces were studied by scanning electron microscopy and microanalysis techniques. The mechanical results from the four-point flexural test showed great dispersion in function of the process variables. The best mechanical results for the joints were similar to the values of mechanical results for the monolithic ceramics, or 340 MPa, obtained in low and high temperature, at short and long periods of time. The worst results were in the range of 40 MPa, when intermediate times and temperatures were used. The interfaces presented two types of fracture: in the joints made at high temperatures, fragile fractures were observed whereas, in the samples obtained at low and medium temperatures, ductile fractures were identified. The microstructural observations showed the presence of a discontinuous phase in the metal-ceramic interface of low mechanical resistance samples, probability associated with the process conditions, which provoke the fragility of the joints. All the reliable and high mechanical resistance joints were continuous and without defects.

Key words

-Diffusion bonding, alumina, AlSi alloy

CAPÍTULO 1

JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS

Neste capítulo introdutório, apresenta-se os meios motivadores que levaram ao desenvolvimento deste trabalho, bem como os objetivos que se pretende com o desenvolvimento deste.

1.1 - Introdução

O desenvolvimento deste trabalho foi motivado por alguns fatores que se juntaram frente ao desafio de se unir materiais diferentes para aplicações especiais no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS).

Anos atrás, foi desenvolvido e caracterizado com sucesso, o processo de brasagem metal/cerâmica para aplicações em ultra – alto vácuo, utilizando metal ativo. Diversos tipos de componentes foram desenvolvidos e algumas centenas de peças foram produzidas para uso no próprio LNLS e também para outras instituições. O processo se mostra relativamente eficiente e confiável, embora utilize tecnologia à vácuo, ligas especiais de brasagem, importadas, e na maioria das vezes a liga kovar também importado a um custo bastante elevado, apesar disso, o processo é plenamente justificável e realizado rotineiramente no LNLS.

Na busca de processos alternativos de união entre metais e cerâmicas, iniciou-se um estudo de novas possibilidades e dentre elas, destacou-se o processo de soldagem por difusão (*diffusion bonding*), utilizado em tecnologias de ponta nos ramos da automobilística, aeronáutica, aeroespacial, entre outras.

Apesar de não ser um processo trivial, pois em alguns casos há necessidade de operações sob alto vácuo, cargas aplicadas relativamente elevadas, altas temperaturas e em alguns casos tempos longos. Uma vez definido o equipamento e o processo, ele se torna relativamente simples, de fácil controle e principalmente utilizando matérias primas nacionais, de fácil obtenção e de baixo custo, tornando o processo atrativo.

A fim de consolidar o projeto de viabilizar processos alternativos de soldagem entre diferentes materiais, realizou-se várias etapas: desenvolveu-se um forno a vácuo com os acessórios necessários para a realização das operações sob carga a vácuo e alta temperatura, identificou-se de um ensaio mecânico capaz de refletir a resistência mecânica das juntas; definiu-se corpos de prova para este fim, com materiais adequados e compatíveis com as exigências dos projetos utilizados no LNLS; e caracterização das interfaces obtidas sob as diferentes variáveis de processo, identificando o conjunto que melhor atenda, os quesitos de resistência mecânica. Outro ensaio para caracterizações de muitos componentes utilizados no LNLS é o de estanqueidade a vácuo, o qual não será abordado neste trabalho.

Durante os últimos anos o uso de cerâmicas em aplicações estruturais tem aumentado gradualmente. As estruturas convencionais de metais têm sido trocadas por materiais cerâmicos mais leves, capazes de proporcionar alta resistência mecânica como também boa resistência à corrosão e ao desgaste em altas temperaturas. Os materiais cerâmicos tais como: alumina (Al_2O_3) e carboneto de silício (SiC) são também capazes de resistir a esforços mecânicos, na presença de radiação e em ambientes quimicamente agressivos, particularmente em altas temperaturas, ultrapassando estas características presentes nos metais. Dentre as propriedades que fazem destes materiais apropriados para aplicações estruturais, pode-se destacar: baixa densidade, elevada resistência mecânica em altas temperaturas, elevado módulo de ruptura, resistência ao desgaste e resistência à oxidação relativamente boa se comparado a outros materiais estruturais aplicáveis

em alta temperatura, tais como, níquel e ferro, metais básicos nas superligas [1,2], conforme mostrado na Figura 1.1.

Os materiais cerâmicos são aplicados numa quantidade enorme de situações englobando desde indústria eletrônica, tecnologias de fabricação de reatores de fusão nuclear, até aplicações em motores de combustão interna de automóveis e aeronáuticos. No campo da microeletrônica, embora muitos aparelhos utilizem muitos componentes a base de silício, existem certas aplicações em que não são apropriadas, tais como, exposição a radiação e altas temperaturas. Para estas situações tem-se estudado, combinações alternativas de alumina ou semicondutores (GaAs e SiC) e materiais refratários (Mo e W). Além disso, os materiais refratários são importantes em aplicações eletrônicas porque reagem com os cerâmicos, promovendo a formação de contatos ôhmicos de baixa resistência elétrica dentro de uma grande região de trabalho. Os materiais

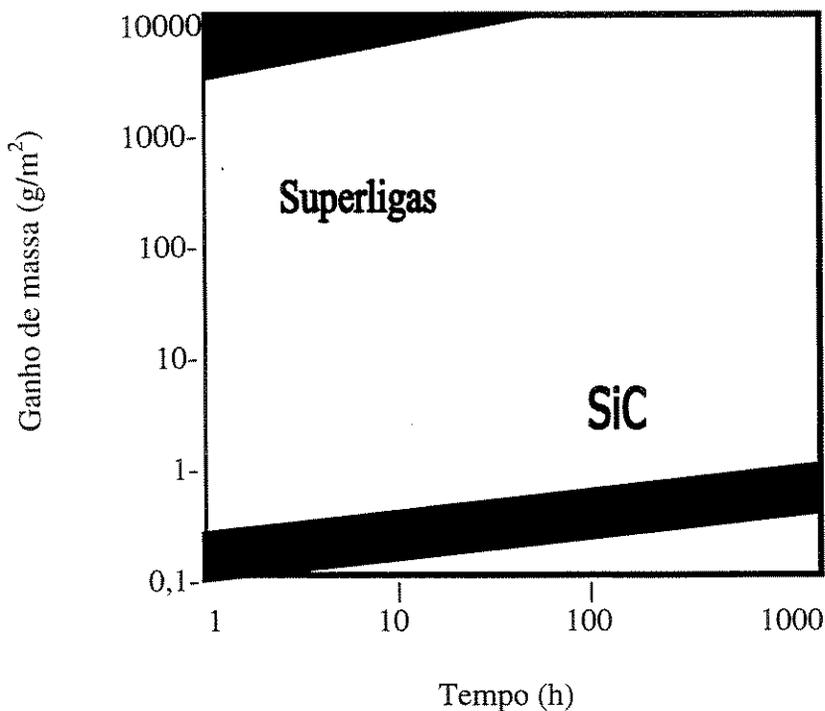


Figura 1.1 Oxidação do SiC e superliga estrutural Ni-Fe a 1250 ° [1].

estruturais para reatores necessitam de resistência química e resistência à oxidação até de propriedades mecânicas em altas temperaturas, adequado para aplicação dos materiais cerâmicos.

Devido a combinação de propriedades dos materiais cerâmicos, os motores e turbinas à gás contendo componentes em Al_2O_3 , Si_3N_4 e SiC podem operar sob altas temperaturas, com melhor eficiência na queima de combustível [3,4]. Em adição, o uso de materiais leves também representa vantagens do ponto de vista econômico. Reduzindo o peso do motor, aumenta-se a economia de combustível (Figura 1.2), a emissão de gases e partículas poluentes na atmosfera é diminuída, gerando um benefício para as empresas do setor automobilístico, que vão se enquadrando gradativamente nas exigentes regulamentações em relação a emissão de poluentes e ao meio ambiente [4].

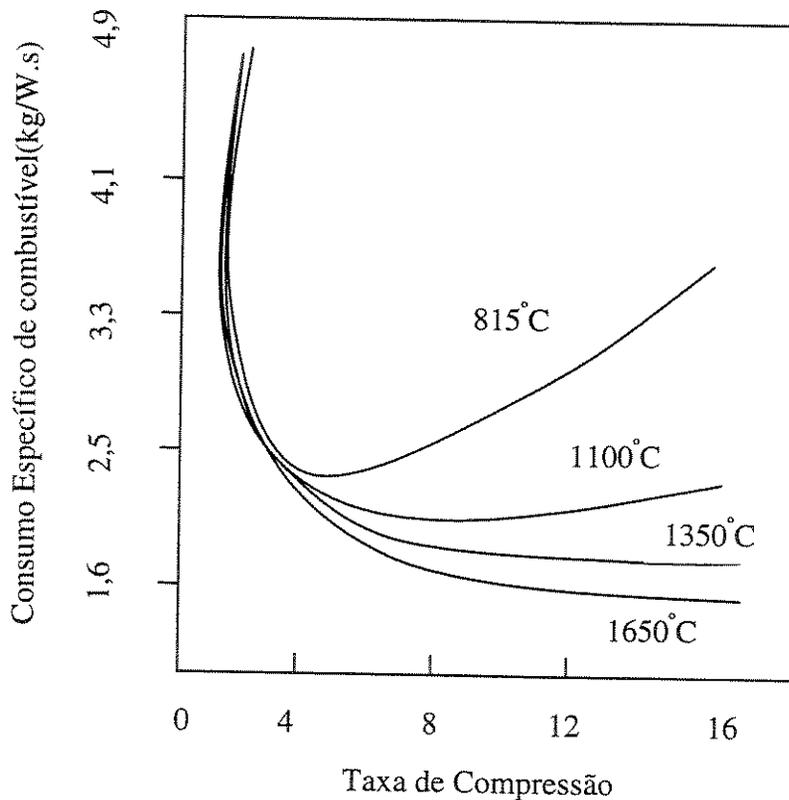


Figura 1.2 – Consumo específico de combustível para diferentes temperaturas na câmara de combustão. Os motores operam na faixa de 7 a 16 [6].

A indústria automotiva tem lucrado com os recentes desenvolvimentos relacionados a materiais cerâmicos, fabricando componentes de motores que trabalham em temperaturas acima de 1000°C [1, 3]. Dentre elas, a Toyota Motor Corporation já introduziu rotores de Si₃N₄ no modelo Ceneca, melhorando todo o desempenho do motor, como representado na Figura 1.3. A Volkswagen AG é outro exemplo de companhia que está desenvolvendo rotores de SiC e Si₃N₄ visando os motores turbo com temperatura de trabalho até 1230°C [7].

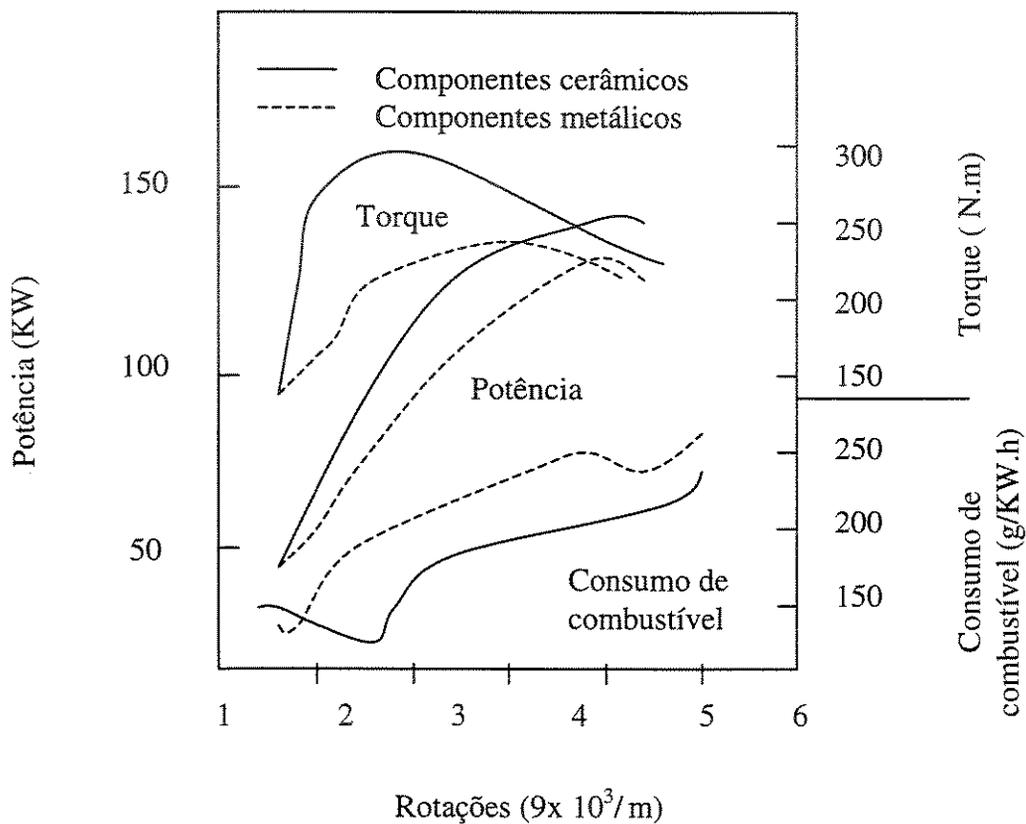


Figura 1.3 – Desempenho comparativo para um motor Toyota equipado com componentes metálicos e cerâmicos [7].

Os materiais cerâmicos também têm sido usado nos motores de aviões (Figura 1.4), permitindo às companhias aeroespaciais melhoria do empuxo numa relação de peso de 50% em aviões militares e 25% em aviões civis [8]. No caso dos motores militares isso resulta numa melhor performance da aeronave, aumentando a capacidade de carregamento de armas, e um prolongamento no tempo das missões. Para motores civis, esses benefícios são traduzidos na redução do consumo de combustível, bem como na diminuição do custo do ciclo de vida do

motor. Atualmente, os motores funcionam num ambiente de 900°C à 1000°C, exigindo um resfriamento intensivo dos componentes metálicos, através de turbinas exaustoras. Com o uso de materiais cerâmicos, a temperatura de operação de tais motores pode ser aumentada para 1200°C ou mais, sem resfriamento. A empresa Rolls - Royce tem pesquisado o processo de manufatura dos materiais cerâmicos, esperando melhorar suas propriedades a fim de resistir a ciclos de 1400°C [6]. Em suma, componentes cerâmicos tem o potencial de durar quatro vezes mais do que similares metálicos, quando expostos a condições de alta temperatura.

Existem, também, algumas desvantagens associadas ao uso dos materiais cerâmicos. Citando como exemplos o comportamento frágil, resulta que nos ensaios mecânicos envolvendo os materiais cerâmicos geralmente apresentam grande dispersão de valores; também devido a este comportamento reside uma dificuldade intrínseca na sua usinagem. Conseqüentemente, os cerâmicos são usados em conjunto com metais para se fabricar compósitos, componentes revestidos com cerâmicas, e estruturas híbrida metal/cerâmica, onde partes cerâmicas, geralmente pequenas, substituem componentes específicos. Contudo, esta situação implica que as partes cerâmicas têm que estar unidas a várias estruturas metálicas, como no caso de um passante elétrico de corrente, onde o eletrodo é isolado eletricamente da carcaça por um componente cerâmico; ou de rotores de turbinas, fabricados com material cerâmico, ligados ao eixo metálico dos motores.

No entanto, o uso prático de cerâmicos em mecanismos de engenharia depende da facilidade de uni-los aos metais. Desta forma, são necessários processos razoáveis de junção para a produção de juntas resistentes, com boas propriedades mecânicas e outras particularidades como estanqueidade a vácuo, para as condições específicas de trabalho (temperatura, ambiente, pressão).

Atualmente, existem diversas técnicas que possibilitam a junção entre materiais dissimilares, dentre elas o processo de união por difusão representa uma alternativa para a obtenção de juntas, particularmente entre metais e cerâmicas. Este processo tem encontrado muitas aplicações no campo da indústria aeroespacial, eletro-eletrônica, vácuo e de energia. Para se alcançar os rigorosos requisitos das aplicações nestas áreas, não é suficiente o

desenvolvimento de novos materiais, mas é igualmente importante, o desenvolvimento de métodos para fabricá-los e aplicá-los nos componentes de engenharia, citados anteriormente. A união por difusão é uma técnica de fabricação de juntas metal/cerâmica, que está sendo desenvolvida para fazer frente aos crescentes desafios provocados pelos avanços tecnológicos.

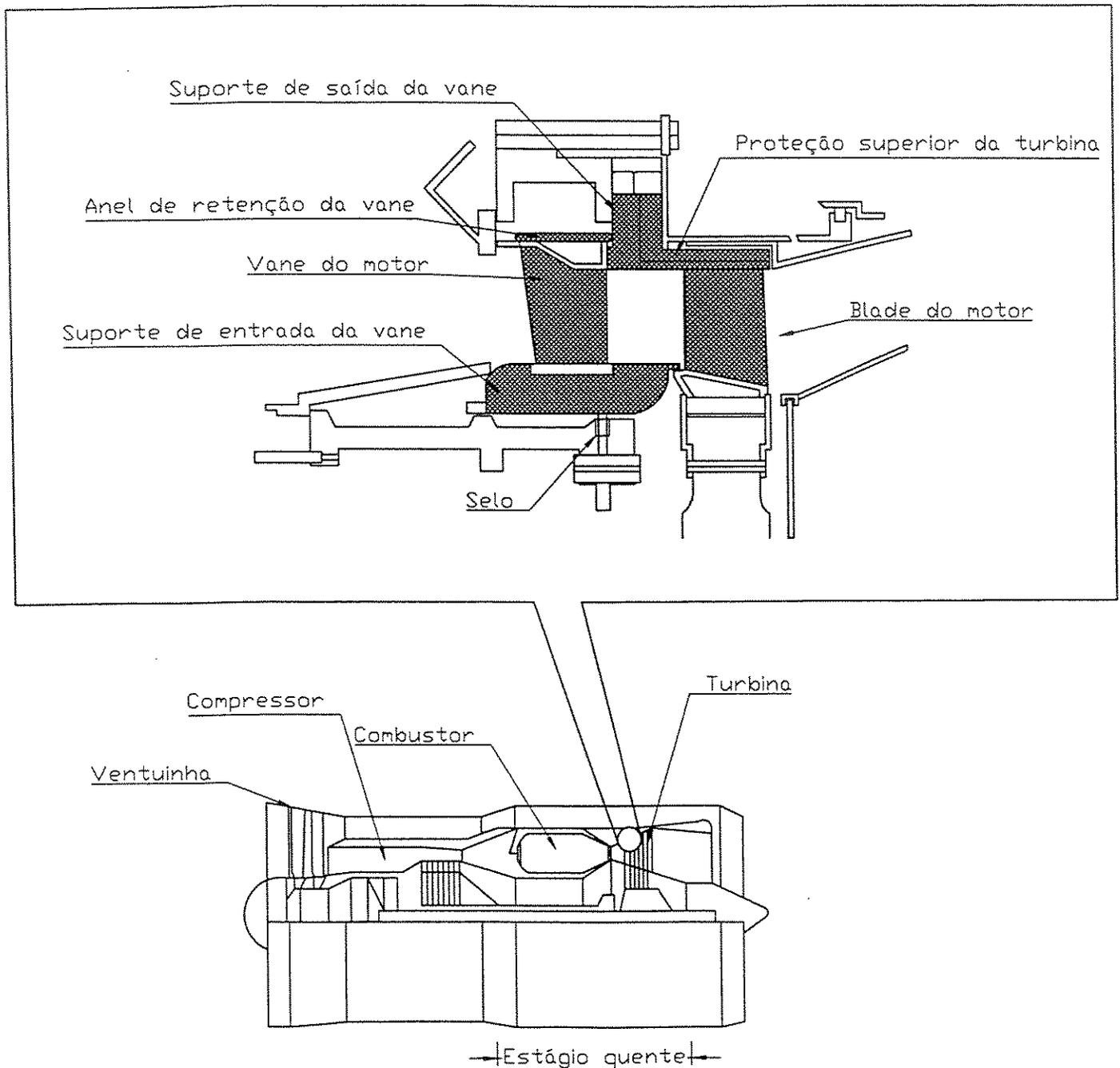


Figura 1.4 – Desenho esquemático de um motor aeronáutico com componentes cerâmicos em destaque [8].

1.2 Objetivos

Apesar da alumina e da liga AlSi12 serem bastante estudadas individualmente e terem aplicações em praticamente todas as áreas das engenharias, tem-se poucas informações sobre o comportamento mecânico das junções $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{AlSi12}$.

Estudos prévios em outros trabalhos relacionados a soldagem por difusão entre alumina e ligas de alumínio [9, 10], não tratam especificamente da variação da temperatura e da carga aplicada com o tempo de tratamento para os dois materiais aqui selecionados.

Outros trabalhos que estudam o comportamento mecânico de junções metal/cerâmica também não utilizam o composto sugerido como tema deste trabalho, nem o processo de caracterização mecânica por meio de ensaios de flexão em quatro pontos [11, 12].

Outra particularidade deste trabalho, diz respeito ao tratamento dos dados com a utilização de métodos estatísticos na análise numérica dos resultados. Este tratamento é plenamente justificado pela presença de materiais cerâmicos na interface $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{AlSi12}$.

Alguns trabalhos que envolvem a junção de pares metal /cerâmica, normalmente utilizam métodos empíricos e computacionais para a estimativa de níveis de tensões residuais e da presença de fases. Tais trabalhos muitas vezes não observam de modo efetivo a presença de fases na interfaces e suas regiões circunvizinhas, nem tampouco detectam ou prevêm a presença de defeitos na região da interface.

A proposta deste trabalho é utilizar o método de união por difusão através da prensagem uniaxial à quente, sob vácuo, para a obtenção de amostras de compósitos formados por $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{AlSi12}$. A partir de tais amostras, propõe-se estudar as propriedades mecânicas das junções obtidas em função da variação da carga aplicada, temperatura e tempo de tratamento, através de ensaios de flexão em quatro pontos. A compreensão da influência destas variáveis de processo na resistência mecânica poderá ser feita pela investigação microestrutural através de microscopia

eletrônica de varredura, microanálise por energia dispersiva e também pela técnica de mapeamento de elementos na interface através da imagem de raios X.

Para o desenvolvimento do projeto, os seguintes trabalhos foram executados:

1 – Fabricação de um forno à vácuo com equipamento para prensagem e sua adequada otimização.

2 – Preparação de corpos de prova utilizando materiais comerciais e equipamentos especiais de corte e polimento.

3 – Produção das juntas, sob variação de temperatura, pressão e carga aplicada, desenvolvendo métodos especiais de limpeza, montagem e obtenção das juntas.

4 – Realização de ensaios mecânicos de flexão em quatro pontos, através do uso de dispositivos adequados. Utilização de métodos envolvendo tratamento estatístico dos resultados.

5 – Análise química e micrográfica das matérias primas para sua qualificação.

6- Análise microestrutural dos diferentes tipos de juntas obtidas por meio de várias técnicas de microscopia eletrônica de varredura.

7 – Correlacionamento entre propriedades mecânicas e microestrutura, sob a influência das variáveis experimentais.

CAPÍTULO 2

REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Introdução

O crescente aumento da utilização das cerâmicas nos projetos avançados de engenharia, freqüentemente dependem do sucesso obtido da união entre cerâmica / cerâmica e cerâmica / metal.

Uma série de técnicas de união pode ser utilizada para se obter as junções entre cerâmicas e metais em aplicações estruturais tais como: junção por difusão utilizando intercamadas, brasagem e *glazing* (processo no qual se utiliza óxidos metálicos para a união entre diferentes materiais, pela formação de compostos vítreos na interface), além de outras que têm sido desenvolvidos ao longo dos anos como a soldagem por difusão. Uma união adequada depende dos materiais a serem unidos, do tipo da junta, e das condições de operação. Dentre os vários métodos de junção correntemente disponíveis, a solda forte de metais (brasagem) é conhecida por proporcionar junções firmes entre cerâmicas e metais, com boas propriedades mecânicas. Contudo, citando um exemplo, as juntas obtidas com latão geralmente não são resistentes à temperaturas que excedem 500°C por causa das temperaturas típicas de solda, limitada temperatura de fusão e resistência à oxidação das ligas de solda disponíveis [13]. A junção no estado sólido “diffusion bonding joints” se apresenta como um método alternativo para se produzir peças resistentes às temperaturas elevadas. As junções obtidas por este processo, são capazes de resistir a

temperaturas de serviços mais elevadas do que componentes obtidos por brasagem, como também apresentam maior resistência a ambientes quimicamente agressivos.

A junção no estado sólido requer a aplicação de pressão (ou carga) em altas temperaturas, com o intuito de promover um contato íntimo entre as partes a serem unidas, que é essencial para a alta qualidade da junção. Este requisito, contudo, é um aspecto que limita a forma dos componentes produzidos pelo processo, não restringindo totalmente as junções aos componentes com geometria tipicamente plana. Contudo, o problema mais relevante entre junções de cerâmicos e metais no estado sólido resulta dos diferentes coeficientes de expansão térmica dos materiais. Os materiais cerâmicos de alta covalência, tais como Al_2O_3 , SiC e Si_3N_4 , geralmente têm menores coeficientes de expansão térmica (CET) que os metais, sendo que Si_3N_4 , SiC e Al_2O_3 têm CETs de $3,5 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, $4,4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ e $7,0 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ respectivamente [14]. Por outro lado, os metais e ligas de interesse tecnológico têm CETs variando de $8 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ a $25 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [14]. Comparando-se o valores de CETs, conclui-se que esses metais e ligas contraem mais do que os cerâmicos durante o resfriamento, a partir de temperaturas de soldagem relativamente altas. Consequentemente, são criadas tensões residuais, que podem afetar a integridade mecânica da junta [15]. Em particular, a presença de tensões nas regiões interfaciais dos materiais, aumenta a probabilidade de uma ruptura frágil nas cerâmicas [16]. Atualmente, algumas soluções podem ser utilizadas para vencer essa dificuldade. As principais alternativas são a otimização dos projetores evitando geometrias com pontos de concentração de altas tensões (como por exemplo, faces retangulares) e o uso de intercamadas metálicas com valor de CET intermediários entre os materiais cerâmicos e metais base.

Normalmente, o uso de intercamadas metálicas é baseado em metais com valor de CET próximo ao dos materiais cerâmico. Como exemplo, algumas ligas de Ni têm baixa característica de expansão térmica, além do que este comportamento está limitado a um pequeno intervalo de temperatura [17]. As ligas de alumínio (Al), apesar de não terem valores de CET próximo ao dos materiais cerâmicos, apresentam algumas vantagens singulares, tais como: elevada ductilidade, facilidade de fabricação e de obtenção e baixo custo. Outras propriedades que fazem das ligas de Al altamente recomendáveis são a elevada condutividade térmica e elétrica, além da elevada

pressão de vapor, sobretudo nas ligas AlSi, compatibilizando seu uso em componentes para ultra-alto vácuo [14].

A Figura 2.1 mostra os coeficientes de expansão térmica para metais de baixa expansão, comparados com Al_2O_3 , SiC e Si_3N_4 . Do ponto de vista da expansão térmica, os metais refratários, como o tungstênio (W) e o molibdênio (Mo) são os mais atrativos para serem utilizados na forma de intercamadas para unir Al_2O_3 , SiC e para serem utilizados na forma de intercamadas para unir Al_2O_3 , SiC e Si_3N_4 a outros metais. Os CETs do W e do Mo são próximos a das cerâmicas, e podem ser usados para reduzir a incompatibilidade térmica entre eles e os metais, ou ligas metálicas com maiores CETs.

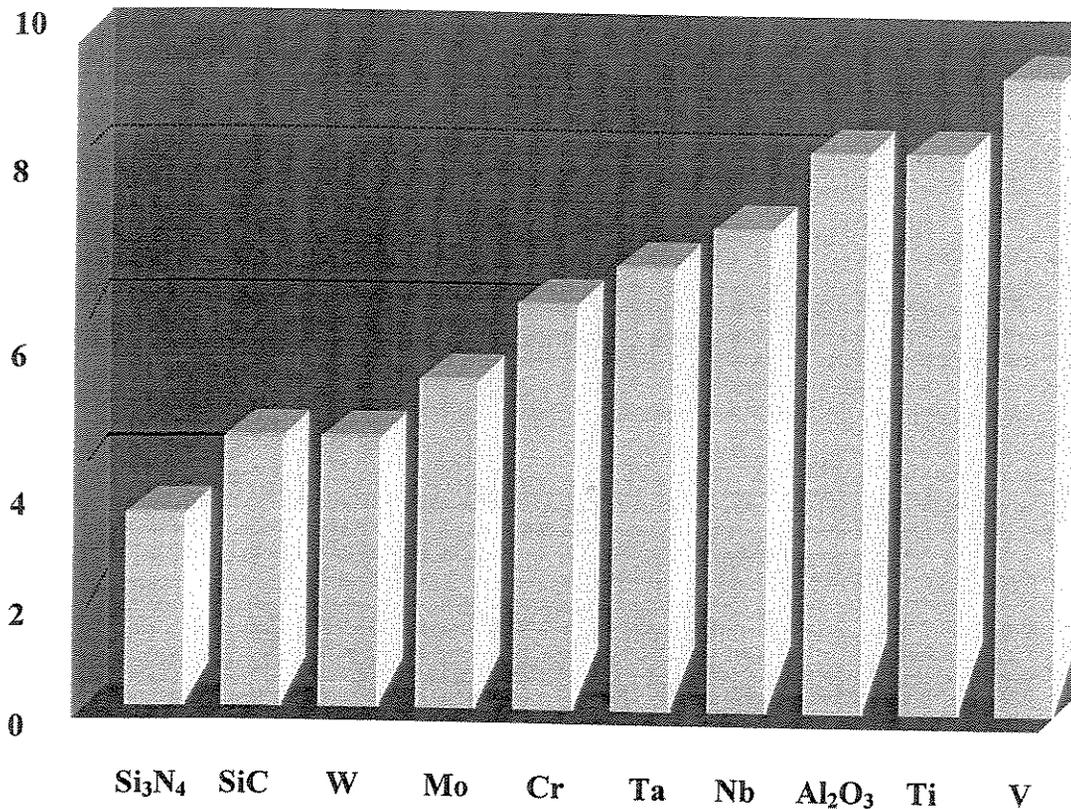


Figura 2.1 - Coeficiente linear de expansão térmica para diversos materiais cerâmicos e metálicos (20 °C até 1600 °C, na unidade 10⁻⁶ °C⁻¹) [14].

Da mesma forma que intercamadas de molibdênio podem ser facilmente utilizadas para unir SiC e Si₃N₄ a metais, ligas de AlSi pode ser utilizada para unir Al₂O₃ a aços inox austeníticos [18, 19]. Um inconveniente para a utilização de Al e suas ligas se deve a baixa temperatura de trabalho (abaixo de 350°C para a liga de AlSi12 forjada) [20].

Entre outros detalhes, a soldagem por difusão pode ocorrer em temperaturas tão baixas quanto 123 K, a zona soldada apresenta dureza elevada; a taxa de deformação não afeta a resistência da ligação obtida pela soldagem a frio. Técnicas de difratometria revelam que não ocorre recristalização na zona soldada a frio em ligas da alumínio, além do que uma ligação resistente é produzida com a formação de compostos intermetálicos na interface.

Contudo, para avaliar o potencial de combinação de um par específico cerâmico - metal para aplicações estruturais, as propriedades físicas e mecânicas dos materiais da junta são aspectos importantes. No entanto, é relevante também entender o mecanismo da formação da interface entre o metal e a cerâmica. A presença de uma reação nas camadas interfaciais pode afetar as propriedades finais da junta, especialmente se intermetálicos quebradiços são formados. Por esta razão, é importante investigar o comportamento da reação na fabricação de juntas, e correlacionar as interfaces das microestruturas das cerâmicas - metais com as propriedades mecânicas das juntas.

A capacidade de produzir componentes confiáveis do ponto de vista mecânico, elétrico, resistente à corrosão, adequado para vácuo, dentre outras exigências, utilizando materiais dissimilares (como diferentes cerâmicas, ou mesmo metal / cerâmica) é um caminho inegável para o avanço dos projetos de engenharia. A crescente demanda atual por projetos com desempenho cada vez maior não está encontrando respostas fáceis às suas exigências nos metais e ligas desenvolvidas comercialmente; sendo assim, considerável atenção está sendo aplicada no potencial de utilização das cerâmicas como materiais estruturais. As cerâmicas são geralmente menos densas e mais refratárias que os metais, como ilustrado pelos dados apresentados na Tabela 2.1. As propriedades das cerâmicas devem ser exploradas para a tecnologia de junções ser viável. Como regra geral, as junções não são fáceis de serem obtidas em formas complexas, mas cada projeto de engenharia apresenta particularidades de componentes, materiais e geometrias o

que deve exigir a flexibilidade dos projetos de obtenção de juntas. De modo geral, a primeira aplicação das cerâmicas é como insertos externos em estruturas metálicas, que devem ser mecanicamente seguras, e algumas vezes em aplicações que requerem hermeticidade.

Tabela 2.1 - Algumas propriedades típicas dos metais e cerâmicas [20, 21 22].

Materiais	Temperatura de Fusão (°C)	Densidade (kg. m ⁻³)	Coeficiente de Expansão Térmico (K ⁻¹ x 10 ⁶)	Resistividade Elétrica (Ω.cm). Condutividade Elétrica (% IACS) *	Condutividade Térmica (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
Al ₂ O ₃	2050	4000	8,0	10 ⁶ a 1100°C	33
SiC	2700 ⁽²⁾	3150	4,5	7420 a 1000°C	90
Si ₃ N ₄	1900	3200	3,1	10 ¹⁰ a 480°C	18
ZrO ₂ ⁽¹⁾	2700	5700	9,5	3,6x10 ² a 1200 °C	2,5
Al (99,6)	660	2700	23,5	62*	238
AlSi12 (4032)	<i>Liquidus</i> 571 eutético 532	2680	19,5	40*	155
Fe	1536	7870	12,1	17,6*	78,2
Nb	2467	8600	7,2	13,2*	54,1
Ni	1455	8900	13,3	25,2*	88,5

⁽¹⁾ Estabilizada com CaO, ⁽²⁾ Sublima nesta temperatura

A princípio, uma grande variedade de técnicas pode ser empregada para se obter juntas metal/cerâmica ou metal/metal, mas na prática, as opções viáveis são restritas por causa das influências das propriedades mecânicas, físicas e químicas dos materiais envolvidos, tornando-se problemas que desafiam os projetistas, engenheiros e cientistas de materiais. Assim, a fragilidade das cerâmicas é importante para os engenheiros, que devem utilizar juntas com configurações adequadas, que acomodem a diferença entre contrações térmicas e utilizando como ferramenta, as características elásticas de cada componente que compõe a junção. Atualmente, os cientistas de materiais, entretanto, estão convencidos que as propriedades químicas são decisivas para o sucesso das ligações, tal como da escolha adequada de tratamentos superficiais dos componentes e cuidadosa seleção dos elementos de ligação.

As dificuldades em unir cerâmicas e metais, utilizando metais, orientando tecnologias, têm sido reconhecidas por longo tempo, e considerável esforço é aplicado no desenvolvimento de tecnologias de junções para um número cada vez maior de cerâmicas, tal como a cobertura de moli-manganês [23], em aluminas silicosas previamente às brasagens. Entretanto, o número de cerâmicas de interesse em engenharia está em crescimento e os trabalhos em desenvolvimento de tecnologias de junção para estes materiais é bastante intenso no presente momento.

2.2 - Processos de junção de cerâmicas - metais

A literatura cita uma grande variedade de processos possíveis para a obtenção da união entre cerâmicas e metais, dentre os quais alguns serão comentados a seguir.

Os materiais cerâmicos e metálicos podem ser combinados para a produção de compósitos ou dispositivos revestidos (tal como matriz metálica reforçada com fibras cerâmicas) [24 e 25]. Os compósitos podem ser fabricados pelos seguintes métodos: como metalurgia do pó (pressão à quente ou pressão isostática à quente), fundição e processos de infiltração (infiltração líquida ou a vapor). Na fabricação de compósitos estruturais, os cerâmicos são usados como “whiskers”, partículas ou fibras, para reforçar a matriz metálica. Os cerâmicos são usados também como revestimentos protetores em substratos metálicos. Neste caso, um filme cerâmico é depositado em um substrato metálico para produzir uma barreira térmica, ou para prevenir o desgaste e a

corrosão do substrato. Os revestimentos cerâmicos são comumente produzidos por métodos como deposição química de vapor (CVD), deposição de vapor químico assistido por plasma, e deposição física de vapor (PVD), ou pelas técnicas de de aspersão térmica, como por exemplo *plasma spray*.

Outra possibilidade de integrar as cerâmicas e metais é através da produção de grandes juntas. Este método é particularmente útil quando componentes de cerâmicas sinterizadas devem ser incorporadas em dispositivos de engenharia composto de partes metálicas. Por exemplo, um anel em alta alumina (96% de Al_2O_3) ligado a um flange metálico, compondo um isolador elétrico. Vários métodos têm sido desenvolvidos ao longo dos anos para produzir juntas confiáveis e seguras entre componentes cerâmicos grandes e metais. A escolha de um método apropriado de junção depende dos materiais a serem unidos, do projeto da junta e das condições de serviço ao que o componente estará sujeito. As principais técnicas usadas para se unir cerâmicas a metais podem ser divididas em 3 grupos: mecânicas, junções diretas e junções indiretas [26].

2.2.1 - Junções Mecânicas

A característica fundamental deste tipo de união, é que estão envolvidos somente esforços mecânicos aplicados por elementos externos que mantêm as partes unidas.

A fixação com parafusos, o ajustamento por contração, e os discos de aperto são alguns dos processos mecanicamente usados para juntar partes cerâmicas a estruturas metálicas. O ajustamento por contração, por exemplo, é usado para juntar componentes de turbina a suportes de alumínio em aeronaves. Já, os discos de aperto têm sido usados para apertar componentes cerâmicos à borda dianteira em estruturas de naves espaciais [27]. Embora as junções mecânicas proporcionem produtos de baixo custo, muitas desvantagens estão associadas a estes processos, incluindo restrições de projeto e a presença de pontos de altos esforços que aumentam a probabilidade de falha do componente cerâmico [28].

2.2.2 - Junções diretas

As junções diretas incluem os processos onde a cerâmica é unida a um metal sem intercamadas. A solda e difusão no estado sólido (*solid - state diffusion bonding*) são os exemplos mais comuns. A solda envolve a fusão de um dos componentes da região interfacial para promover a união. Na difusão do estado sólido, o objetivo do processo é produzir uma união sem fusão ou derretimento de algum dos componentes. A ligação ocorre com ou sem transferência de massa através da interface. No último caso, a ligação é o resultado do transporte de carga através da interface com o estabelecimento de ligações do tipo Van der Waals entre os materiais (ligação física). A transferência de massa ocorre quando espécies atômicas dos materiais originais se difundem através da interface (ligação química). Neste caso, a interface resultante deve ter uma camada difusa (interface difusa) ou uma camada de reação (interface reativa), dependendo da termodinâmica do sistema e das condições da junta [29].

Atualmente, a ligação por difusão de componentes metálicos já é uma prática bem dominada, onde as junções são fabricadas pela aplicação de cargas compressivas insuficientes para provocar uma deformação plástica macroscópica, sob tempos que variam de minutos a horas, e sob temperaturas da ordem de 0,67 a 0,9 da temperatura de fusão do material de menor temperatura de fusão, (T_m , em K).

Devido à quantidade de deformação aplicada e pela fabricação de superfícies muito planas e lisas, é comum se promover um contato eficiente entre os componentes,. Alguns modelos sofisticados (ver Capítulo 3) têm sido desenvolvidos para a explicação quantitativa dos efeitos da temperatura, textura superficial, tempo e outros parâmetros, na extensão da ligação de metais. Os autores destes modelos informam ainda, que eles podem ser aplicados também na ligação por difusão dos sistemas cerâmica/cerâmica e cerâmica/metals. Por outro lado, os dados experimentais para testar sua validade são poucos, mas há alguma evidência da similaridade com o fenômeno metal/metal para ambos os tipos de cerâmicas iônicas e covalentes.

Desta maneira, peças de alumina (Al_2O_3) tem sido unidas entre si por difusão com a aplicação de cargas compressivas baixas a $0,72 T_m$, seguido por um aquecimento sem pressão a

0,92 T_m [30, 31], e carvão de silício tem sido unido a 0,65 e 0,75 da temperatura de sublimação, (3000 K), usando pós finos introduzidos entre as peças. Boa resistência mecânica foi obtida por Scott [30], mas é difícil de se obter uma ligação cerâmica / cerâmica devido à necessidade de se combinar a distribuição espacial de cargas na interface. Por outro lado, é notável que a presença de elementos que auxiliam na sinterização como a magnésia (MgO) na alumina, possa ser benéfica na obtenção de uma ligação cerâmica-cerâmica [30].

Uma prática mais comum que a ligação cerâmica / cerâmica é a ligação cerâmica / metal. A menos que cuidados especiais sejam tomados na seleção dos materiais cerâmicos e metálicos, suas interfaces podem ser degradadas devido às tensões de contração de natureza térmica. Entretanto, um dos sistemas em que este problema pode ser resolvido com sucesso é alumina / nióbio. Um considerável esforço experimental [33 e 34] tem sido dedicado ao desenvolvimento do processo de união por difusão para a fabricação de lâmpadas de sódio de alta pressão. A união por difusão entre alumina / nióbio tem sido utilizada como um sistema modelo, onde estudos de laboratório tem avaliado os efeitos da temperatura da união, pressão, tempo e meio ambiente, além de acabamento superficial, orientação e tamanho de grão. Elsser [34], obteve também excelentes resultados de resistência com energia de fratura da ordem de 60 J.m^{-2} , e Ruhle [35] obteve elevados graus de continuidade no parâmetro de rede na interface Al/Nb.

A união por difusão de outras cerâmicas e componentes metálicos não tem merecido estudos contínuos, sobretudo devido à rara utilização industrial. Até o momento, os sistemas cerâmica/cerâmica e cerâmica/metal têm sido comumente unidos por processos de difusão indireta, através de intercamadas metálicas.

2.2.3- Junção Indireta

Nesta técnica, é normal a utilização de elevadas cargas compressivas, forçando o material dúctil da intercamada escoar macroscopicamente sobre a superfície topográfica da cerâmica ou do metal rígido. Dessa forma, não é necessária uma preparação muito cuidadosa da superfície, a

temperatura aplicada pode ser baixa se a T_m do metal de intercâmara é baixa, evitando a coalescência microestrutural dos componentes e diminuindo as diferenças das deformações por contrações.

As junções obtidas por difusão indireta referem-se ao uso de adesivos, vidros, ou solda forte de ligas metálicas, para juntar uma cerâmica a um metal. Os adesivos proporcionam um método simples e econômico para se juntar os diferentes materiais, contudo, as temperaturas de trabalho são limitadas. Os adesivos orgânicos, como resinas plásticas (epoxies), podem formar ligações fortes adequadas em temperaturas tão altas quanto 175°C . Como exemplo de aplicação, pode-se destacar a utilização de filmes de resinas plásticas aderentes que ligam azulejos cerâmicos no interior de tubos de aço. O papel do cerâmico é proteger o interior do tubo contra a abrasão. As resinas plásticas (epoxies) também são usadas para fixar cerâmicas magnéticas (ou ferrites, como também são chamadas), em motores elétricos [26]. As intercâmaras de vidro, são usadas, por exemplo, para ligar Al_2O_3 a nióbio (Nb) na produção de lâmpadas de vapor de sódio [26]. Contudo, as intercâmaras de vidro somente podem ser empregadas para unir materiais cerâmicos com as quais formem fases vítreas intergranulares.

Um outro processo de junção indireta é a brasagem, que também confere boas propriedades mecânicas ao conjunto [23], comumente usada na manufatura de juntas que requerem elevada resistência mecânica. Os projetos que apresentam geometrias complexas podem também ser produzidos sem maiores complicações através desta técnica. No entanto, a brasagem requer um “molhamento” do cerâmico (ângulos de contato superiores a 90° , como mostrado na Figura 2.2), o qual é difícil de se conseguir por causa da alta estabilidade dos compostos cerâmicos. Uma das alternativas de resolver este problema é metalizar a superfície cerâmica. Num desses métodos, o processo molibdênio - manganês, consiste na aplicação de uma fina camada metálica ao substrato cerâmico, tendo como consequência uma melhoria da capacidade de molhamento do cerâmico para a soldagem [26].

Embora amplamente usados na indústria, os processos de metalização são geralmente restritos aos óxidos cerâmicos [5]. Outra alternativa disponível para materiais cerâmicos óxidos e também não óxidos, é a adição de pequenas porcentagens de metais reativos (como por

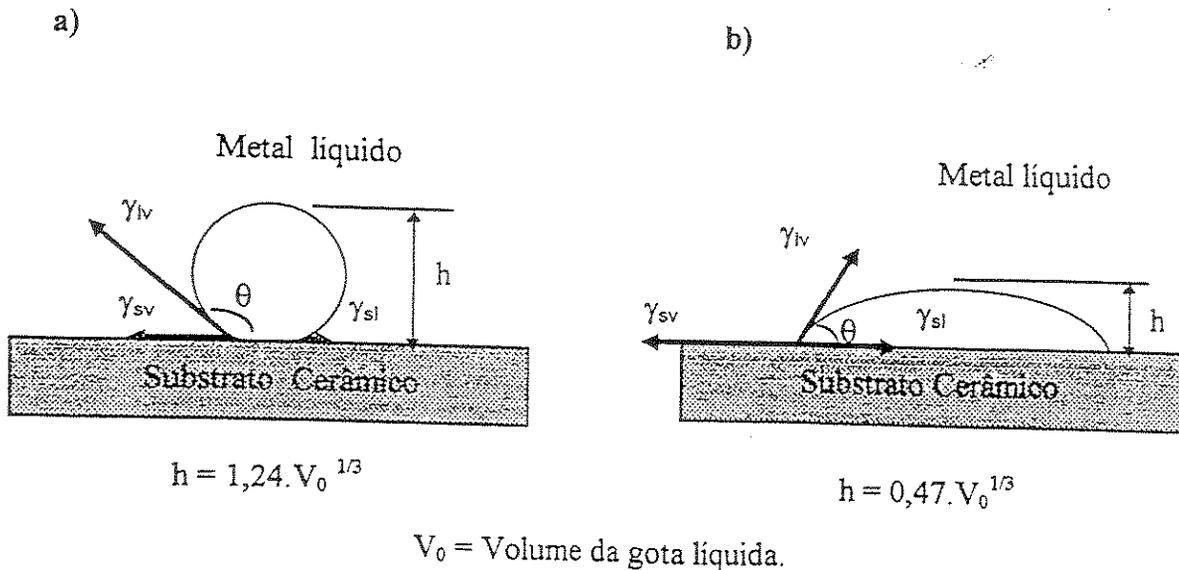


Figura 2.2 Ângulo de contato; a) não ocorre molhamento; b) ocorre molhamento.

exemplo o titânio - Ti), a fim de promover um molhamento das superfícies cerâmica para a facilitar a soldagem. Um exemplo é ilustrado na Figura 2.3 para as ligas “Cusil” (72Ag - 28Cu, em % peso) e a liga Cusil ABA (65Ag - 33,5Cu - 1,5Ti, em % peso). O ângulo de contato da indica claramente uma melhoria nas propriedades de molhamento da liga Cusil ABA [26]. Outras ligas com maior quantidade de Ti [36] (Ticusil – WESGO – Ag 68,8%, Cu 26,7%, Ti 4,5%) foram utilizadas em brasagens alumina / kovar (Fe Ni Co), onde os componentes requerem estanqueidade a ultra-alto vácuo (melhor que 10^{-10} mbar.l.s⁻¹) e resistência mecânica [36, 37 e 38]. Outra aplicação desta liga foi na obtenção com sucesso de brasagem entre filmes de diamantes industriais policristalinos e substrato metálico visando aplicações odontológicas [40].

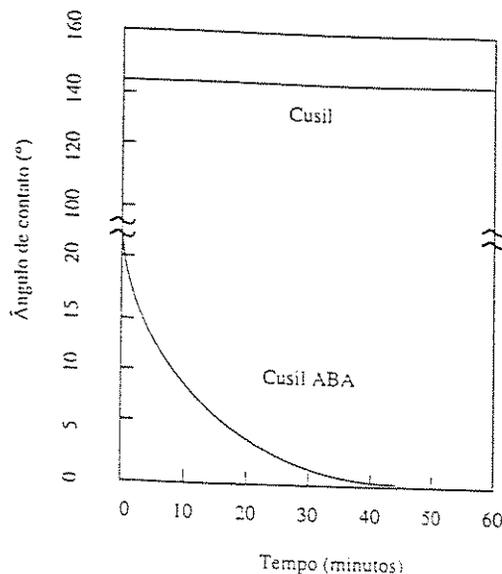


Figura 2.3. Ângulo de contato da liga Ag - Cu sobre substrato de Si₃N₄ a 900 °C [17].

Todavia, juntas brasadas geralmente não são resistentes à altas temperaturas e aos ambientes oxidantes. As soldas típicas apresentam pontos de fusão e resistência à oxidação limitados, e a brasagem é realizada em temperaturas relativamente baixas [13]. Neste ponto é importante esclarecer que as ligas de brasagem mais comuns utilizadas em aplicações de alta tecnologia, como fabricação de componentes para vácuo e para a indústria aeronáutica, utilizam metais de adição, onde a matriz é cobre ou prata (temperatura de brasagem em forno de 650 a 900°C) e níquel (por volta de 1000°C), respectivamente para os casos citados.

Na Tabela 2.2 são apresentados alguns processos de soldagem e seus principais aspectos, notando-se as vantagens da soldagem por difusão sobre os outros processos em situações especiais de projetos.

A técnica de junção por difusão indireta tem encontrado aplicação em componentes de alta tecnologia como a fabricação de baterias eletrolíticas de cerâmica, janelas de observação em experimento de fusão e módulos de aceleradores de alta energia [41, 42]. Em todas estas aplicações, e também nos laboratórios, a alumina é o material cerâmico mais utilizado. Como exemplo, Nicholas [43] utilizou corpos de prova de alumina e lâminas de alumínio para avaliar o efeito da carga aplicada, temperatura e tempo, na resistência de juntas de alumina/alumínio/aço. Neste trabalho, o autor mostrou que todos os parâmetros de processo alteram a resistência mecânica da junta, sendo que o maior efeito é indicado pela temperatura; no caso da pressão aplicada, cargas acima de 50 MPa e tempos acima de 30 min não representaram aumento significativos na resistência; com o aumento da espessura da intercamada de 0,2 para 1,0 mm, o limite de resistência subiu da ordem de 50%.

Muitas combinações cerâmicas-metais são classificadas como sistemas reativos, de modo que a espessura de uma camada interfacial de reação, como função do tempo e da temperatura pode ser escrita da forma [44]:

Tabela 2.2 - Comparação do Processo de Soldagem por Difusão com Outros Processos de Soldagem [45].

Características	Soldagem por Fusão	Soldagem por Difusão	Brasagem
Preparação das superfícies	pouco precisa	cuidadosa	pouco precisa
Encaixe	grosseiro	preciso	com espaço para capilaridade
Materiais	metais e ligas	metais, ligas e não metais	metais, ligas e não metais
Formação da junção	gradual	simultânea	simultânea, gradual
Preparação das arestas	sim	não	sim
Junção de diferentes materiais	limitada	ilimitada	ilimitada
Susceptibilidade à trincas de solidificação	alta	nenhuma	baixa
Porosidade	contração, bolhas	nenhuma	contração, bolhas e difusão
Sobreposição com tratamentos térmicos	não	ilimitado	limitado
Empenamento	elevado	nenhum	pequeno
Principais tipos de juntas	topo, superposição	plano (topo, esférico, superposição, plugues e soquetes cônicos, entre cilindros)	topo, superposição e suas variações
Juntas em difícil acesso	limitada	ilimitada	limitada

Continuação da Tabela 2.2			
Precisão do produto	baixa	excelente	alta
Separação das juntas	não	não	sim
Resistência à vibração	baixa	muito alta	alta
Resistência à corrosão	satisfatória	excelente	boa
Resistência mecânica	próximo a do metal base	igual a do metal base	próximo a do metal base
Poluição do ar e emissão de radiação	sim	não	sim

$$x = K_p t^n \quad (2.1)$$

onde x é a espessura da camada de reação, K_p é o coeficiente de penetração e t o tempo.

A dependência da temperatura tem sido descrita por uma relação do tipo Arrhenius :

$$K_p = B_0 \cdot e^{-Q/RT}, \quad (2.2)$$

onde B_0 é um constante e Q é a energia de ativação e vale $83,3 \text{ kJ.mol}^{-1}$ [46] para o sistema, R é a constante dos gases e T é a temperatura absoluta .

O valor da energia de ativação foi estudado por Derby [46] para um número potencialmente relevante de processos e foi associado com o valor acima para a difusão do contorno de grão do alumínio.

Similar dependência da temperatura também foi observada quando uma lâmina de metal foi utilizada para formar juntas alumina / alumina, onde o valor de Q encontrado para o alumínio foi de $80,4 \text{ kJ.mol}^{-1}$. Trabalhando com Al, Ag, Cu e Ni, Derby [46] mostra através de seus

resultados, que os melhores valores de resistência mecânica, utilizando testes de tração conforme corpos de prova padrão ASTM, foram obtidos utilizando temperaturas entre 0,66 e 0,72 T_m , e que cobre, níquel possivelmente a prata, produzem picos de resistência em temperaturas bem definidas. Um pico similar na energia de fratura e tenacidade foi descrito por Elssner [34] em 1989.

Uma distinção muito importante da soldagem por difusão dos outros processos de soldagem, é a alta qualidade das junções obtidas. Este é o único processo conhecido que preserva as propriedades inerentes ao material monolítico, em junções do tipo metal-metal ou metal-não metal. Selecionando-se as variáveis adequadas de processo (temperatura, pressão e tempo), o material adjacente à junta terá a mesma resistência e plasticidade que aquele presente no centro do material. Quando o processo é desenvolvido sob vácuo, as superfícies conjugadas não são somente protegidas contra contaminações (como a oxidação), mas são limpas, porque os óxidos presentes se dissociam, sublimam, ou se dissolvem e difundem no material. Esta é a razão pela qual a soldagem por difusão está livre de junções incompletas, inclusões de óxidos, trincas a quente e a frio, vazios, empenamentos e perda de elementos de liga.

Desde que as superfícies são mantidas em contato próximo, não há necessidade de fluxos, eletrodos, preparados metálicos e metais de adição. As partes soldadas por difusão normalmente mantém os valores do limite de resistência, ângulo de dobramento e tenacidade ao impacto. Em termos de resistência, ductilidade e resistência à corrosão, as peças produzidas por soldagem por difusão encontram aplicações nas situações críticas como na indústria aeronáutica e aeroespacial [34]. Este processo tem aumentado a vida em serviço, qualidade e confiabilidade por um fator de 10 a 12 num grande número de produtos, e tem tornado possível o desenvolvimento de novas estruturas, simplificando técnicas e procedimentos, e substituindo materiais caros ou escassos.

A principal distinção da soldagem por difusão é a elevada estabilidade das características mecânicas, limitando o controle de qualidade a verificações randômicas, onde poucas peças são examinadas, ao contrário de lotes inteiros ou grandes amostras. Isto é especialmente válido porque as técnicas simples, baratas e confiáveis de ensaios não destrutivos, que podem ser utilizadas em soldagem ou em outros acessórios, são desnecessárias em alguns casos.

O processo de soldagem por difusão permite a fabricação de soldas com geometrias intrincadas, garantindo as mesmas propriedades que o material base, tornando viável a produção de componentes que não eram viáveis tecnicamente, ou financeiramente, pelos processos convencionais. As tolerâncias dimensionais para o produtos deste processo são as mesmas, ou até menores, que aquelas utilizadas para os componentes usinados. Desde que a soldagem por difusão não necessita de muitos dispositivos, há uma menor tendência à corrosão induzida por tensão, que é um fator crucial para os produtos com longa vida em serviço. Os materiais a serem unidos podem variar na espessura de alguns microns a alguns metros.

Recentemente, a teoria da soldagem por difusão tem apresentado avanços, e importantes resultados foram obtidos nos processos de difusão envolvidos na formação de solda monolítica entre sólidos inorgânicos, sem contudo afetar suas propriedades físicas e mecânicas.

2.3 - Mecanismos de ligação no estado sólido

Neste tópico serão abordados os mecanismos estabelecidos como os principais responsáveis pela união de diferentes materiais através da ligação no estado sólido

O processo de difusão no estado sólido (DES) esta definido na British Standard 499 [47] como um processo de união, onde todas as faces a serem unidas são mantidas juntas por uma pressão que não provoque deformação plástica, e abaixo da temperatura de fusão de qualquer um dos materiais envolvidos, resultando numa difusão no estado sólido, com ou sem a formação de fase líquida, promovendo a adesão. A fase líquida pode ocorrer quando a interação entre materiais resultar na formação de uma fase eutética na interface.

O procedimento de aderência envolve a usinagem das superfícies, o desengraxe, a aplicação de carga para manter os componentes unidos e o aquecimento em atmosfera protetora, para evitar oxidação ou outras formas de contaminação. Essa técnica de aderência é utilizada atualmente para a obtenção de junções entre materiais metálicos, não metálicos e entre materiais dissimilares.

O processo DES pode ser classificado basicamente em duas categorias: união no estado sólido e união no estado líquido. No primeiro caso, a união se dá por meio da aplicação de temperatura e pressão sem que haja fusão dos materiais. Eventualmente, utiliza-se uma camada fina de um metal ou uma camada de recobrimento superficial, que atua como elemento facilitador da ligação. No segundo caso, a consolidação da união é obtida pelo aquecimento e obtenção de uma fase líquida entre as interfaces dos substratos, utilizando-se um metal de adição ou um recobrimento superficial. Neste caso, a pressão pode ser utilizada ou não. A fim de ilustrar tal processo, são apresentadas na Tabela 2.3 algumas variações técnicas de processo, alguns materiais normalmente utilizados, parâmetros e valores típicos de resistência de junta.

Uma vez que as cerâmicas possuem elevado limite de resistência, assim como excelente resistência à corrosão e desgaste em temperaturas elevadas, quando comparadas com muitos metais e ligas, coloca-se grande expectativa na capacidade de desempenho destes materiais em condições de serviço severas, que excedem a capacidade dos metais nas mesmas condições de operação. Entretanto, as cerâmicas são frágeis e sua resistência pode variar muito, por isso não é aconselhável a fabricação de componentes cerâmicos de dimensões grandes constituídos exclusivamente por cerâmicas. Atualmente, diversas técnicas estão sendo estudadas para o desenvolvimento dos compósitos metal / cerâmica. Dentre eles, o processo de junção metal / cerâmica por difusão no estado sólido aparece como o mais promissor, para aplicações sob alta temperatura ou sujeitas à corrosão.

2.4 - Aspectos gerais da ligação por difusão (*diffusion – bonding*)

A primeira condição para a difusão do estado sólido é o estabelecimento de um contato interatômico entre os materiais a serem unidos. Por isso, as superfícies de ligação têm que estar livre de impurezas e devem ter o mínimo de rugosidade [28]. Em adição, afim de se obter um bom contato, o processo deve garantir difusão suficiente entre os materiais em um tempo razoável. Para cumprir este requisito, a junção no estado sólido é um processo assistido por pressão e realizado em altas temperaturas. A pressão pode ser aplicada uniaxialmente (*hot-press*,

Tabela 2.3 - Parâmetros e Resistência de Juntas Obtidas por Difusão [5].

Material	Processo	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	Tempo (h)	Resistência (MPa)
Metais Similares					
Ti-6Al-4V	Est. Sólido	930	2-3	1,5	575 [cisalhamento]
Ti-6Al-4V (Cu/Ni interc.)	Fase Líquida	950	-	1-4	950 [tração]
7475-T6	Est. Sólido	516	0,7	4	331 [cisalhamento]
8090 (Al-Li)T6	Est. Sólido	560	1,5	4	190 [cisalhamento]
Metais Dissimilares					
Ti-6Al-4V/Aço Inox (V/Cu int)	Estado Sólido	850	10	1	450 [em tração]
Metal / Cerâmica					
Si ₃ N ₄ / Nimonic 80A (Ni/W/Cu intercamada)	Estado Sólido	> 950	54	2	95 – 122 [em tração]
Cerâmica/ Cerâmica					
Al ₂ O ₃ /Al- Cu/Al ₂ O ₃	Fase Líquida	1100	-	0,5	157 [cisalhamento]
SiC/Ag-Cu- Ti/SiC	Fase Líquida	950	-	0,5	370 [cisalhamento]
80%TZP- 20%Al ₂ O ₃ / 80%TZP- 20%Al ₂ O ₃	Estado Sólido	1475	125	0,5	1337 [flexão em 4 pontos]

HP) ou isostaticamente (*hot – isostatic press*, HIP). No processo HIP, podem ser produzidas juntas com geometrias complexas, mas por outro lado, no processo de pressão de prensagem uniaxial à quente (*hot - press*) uniaxial, a geometria está limitada a componentes planos. A principal desvantagem do processo HIP é o custo extremamente alto dos produtos obtidos.

Existem várias vantagens relacionadas à junção no estado sólido. A junção direta torna possível a junção de materiais com diferentes propriedades refratárias. Mais do que isto, este tipo de junções são geralmente capazes de resistir às altas temperaturas em serviço em comparação com juntas soldadas. As interfaces também oferecem boa resistência à corrosão, oxidação, e resistência à radiação em altas temperaturas. Outra característica das junções obtidas por difusão é que ocorre uma distorção ou deformação mínimas, resultando em um controle dimensional preciso. Este fator é particularmente importante na fabricação de componentes mecânicos onde a planicidade e as tolerâncias dimensionais são aspectos decisivos para o desempenho do conjunto [48].

A junção no estado sólido pode também ser usada para avaliar o mecanismo de formação de interfaces em sistemas cerâmicas/metals, antes da fabricação de compostos ou revestimentos. Para se produzir com sucesso um compósito cerâmica - metal, ou revestir um substrato de metal com um filme cerâmico, é importante entender como a cerâmica interage com o metal, especialmente no aspecto de formação de interfaces.

Dentre as desvantagens, a junção direta é um processo de produção limitada. Em adição, o não ajustamento dos CETs dos materiais a serem unidos pode resultar em áreas de elevada concentração de tensões mecânicas. Para minimizar este problema, geometrias que favorecem o desenvolvimento de concentrações de altos esforços, como as que apresentam cantos vivos ou pequenos raios de concordância, têm que ser evitadas, ou emprega-se intercadas que reduzem as diferenças entre CETs dos materiais a serem unidos.

2.5 - Estabelecimento de interfaces de cerâmicas - metais

A força motriz para a formação das interfaces nas junções obtidas no estado sólido, é a redução da energia da superfície, que ocorre quando um contato íntimo entre o metal e a cerâmica é alcançado. Esta energia trocada por unidade de área (ΔG) é expressa pela equação de Young - Dupré [49]:

$$\Delta G = \gamma_m + \gamma_c - \gamma_{cm} \quad (2.3)$$

onde γ_m e γ_c são as energias da superfície do metal e da cerâmica respectivamente, e γ_{cm} é a energia interfacial da cerâmica - metal. Se uma ligação física ocorre, isto é, nenhuma reação química acontece, ΔG é igual ao trabalho de aderência (W_{ad}), que corresponde à energia necessária para separar uma unidade de área da interface em duas superfícies originais [50]. Substituindo W_{ad} por ΔG na equação (2.3) e rearranjando os termos, tem-se:

$$\gamma_{cm} = \gamma_m + \gamma_c - W_{ad} \quad (2.4)$$

A equação (2.4) mostra que a energia interfacial da cerâmica - metal, γ_{cm} , diminui conforme W_{ad} aumenta, o que facilita a ligação. No entanto, em sistemas com alto W_{ad} , forma-se interfaces resistentes entre o metal e a cerâmica. Esta tendência está ilustrada na Figura 2.4 para diferentes sistemas cerâmica - metal [50].

Existem duas formas de se calcular o W_{ad} , dependendo do sistema cerâmica-metal. Se existir fusão na interface cerâmica-metal, o W_{ad} é através da equação:

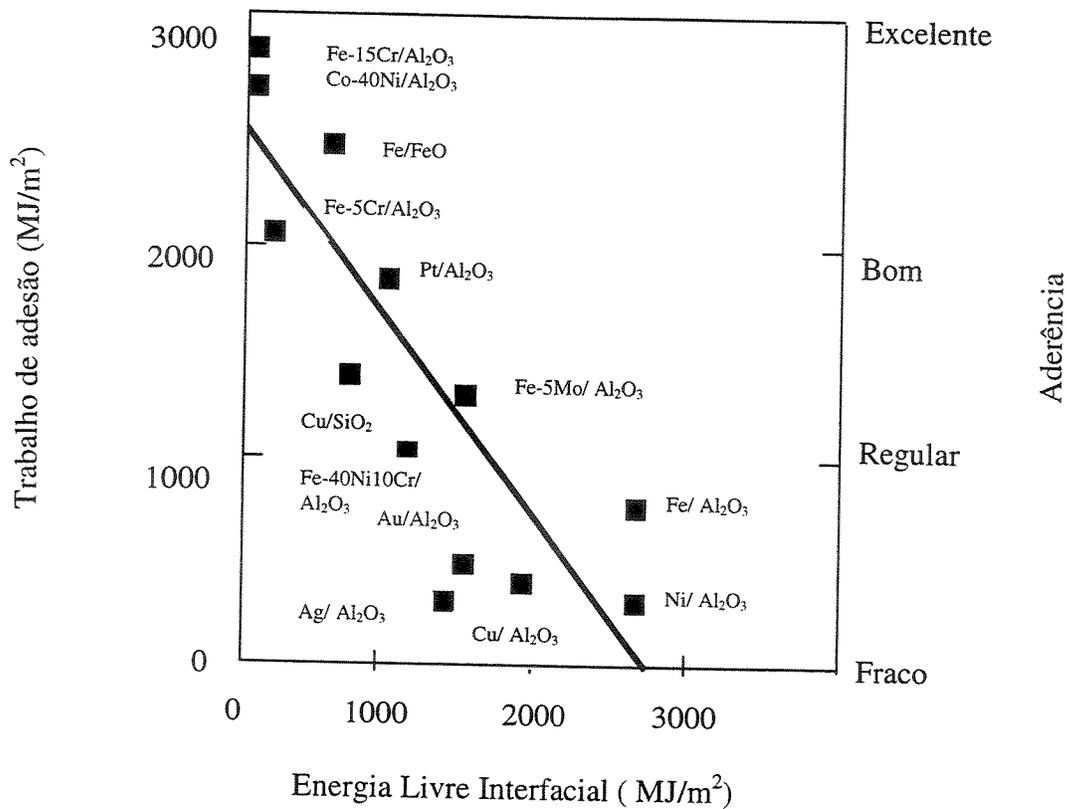


Figura 2.4 Correlação entre W_{ad} /aderência e γ_{cm} para diversos conjuntos de materiais [50].

$$W_{ad} = \gamma_m (1 + \cos \theta) \quad (2.5)$$

onde θ é o ângulo de contato entre o metal e a cerâmica, que pode ser medido por experimentos de ângulo de molhamento [26], e os valores de γ_m para a maioria dos metais podem ser encontrados na literatura. Por outro lado, se o sistema cerâmica-metal é um sistema sólido-sólido, o valor de W_{ad} pode ser estimado pela medida do ângulo ϕ , que está associado às falhas residuais nas interfaces de juntas [51]. Se a interface rompe de forma quebradiça, ϕ pode ser medido usando um microscópio de força atômica e W_{ad} é então obtido através de:

$$W_{ad} = \gamma_m (1 - \cos \theta) \quad 2.6$$

Outra importante consequência da equação (2.3) é que uma interface estável requer um ΔG positivo (ou W_{ad}). Para um certo número de sistemas de cerâmicas - metais, W_{ad} varia com a temperatura, determinando assim uma temperatura mínima para se alcançar a ligação [49]. As reações químicas, quando presentes, diminuem a energia livre do sistema, melhorando a resistência da ligação [52]. Os valores de γ_{cm} são difíceis de calcular e estão disponíveis na literatura somente para alguns poucos sistemas sólido - sólido, a maioria deles envolvendo Al_2O_3 . Na tabela 4 pode-se ver que, em geral, os valores de γ_{cm} para sistemas alumina - metal tendem a aumentar com a energia coesiva do metal, que está diretamente relacionada com sua temperatura de fusão. Em outras palavras, quanto mais alto o ponto de fusão do metal (T_M), mais alta é a energia necessária para se estabelecer uma interface com o substrato cerâmico.

Tabela 2.4 – Energia Interfacial de Sistemas Sólido – Sólido (Al_2O_3 – Metais) [50].

Sistema	γ_{cm} (MJ/m ²) / temperatura da junção (°C)	T_M (°C)
Al_2O_3 - Ag	1570 / 700	962
Al_2O_3 - Au	1800 / 1000	1064
Al_2O_3 - Cu	2210 / 850	1085
Al_2O_3 - Ni	1730 / 1002	1455
Al_2O_3 - Fe	2200 / 1000	1538

2.6 - Modelamento de uma Junção no Estado Sólido

Uma junção por difusão no estado sólido ocorre quando mecanismos de transferência de massa agem para fechar as fendas ou vazios, formados sobre a superfície de contato entre a cerâmica e o metal, como mostrado na Figura 2.5.

Vários modelos têm sido propostos para se explicar como ocorre a junção por difusão. Cada modelo está baseado em uma representação distinta da rugosidade da superfície e dos diferentes estágios e mecanismos de junção. No modelo atualmente aceito [53], o contato entre as

superfícies do metal e da cerâmica formam uma interface com uma rede de vazios (*void network*), aproximando-se de uma seção transversal elíptica. O fechamento dos vazios ocorre pela ação simultânea de diferentes mecanismos de difusão de massa. O perfil elíptico é uma representação simples e aceitável do complexo das geometrias das fendas ou vazios observados em sistemas reais. A geometria da fenda é um aspecto importante do modelamento teórico, porque determina a contribuição de diferentes mecanismos de difusão para a junção. Ao se

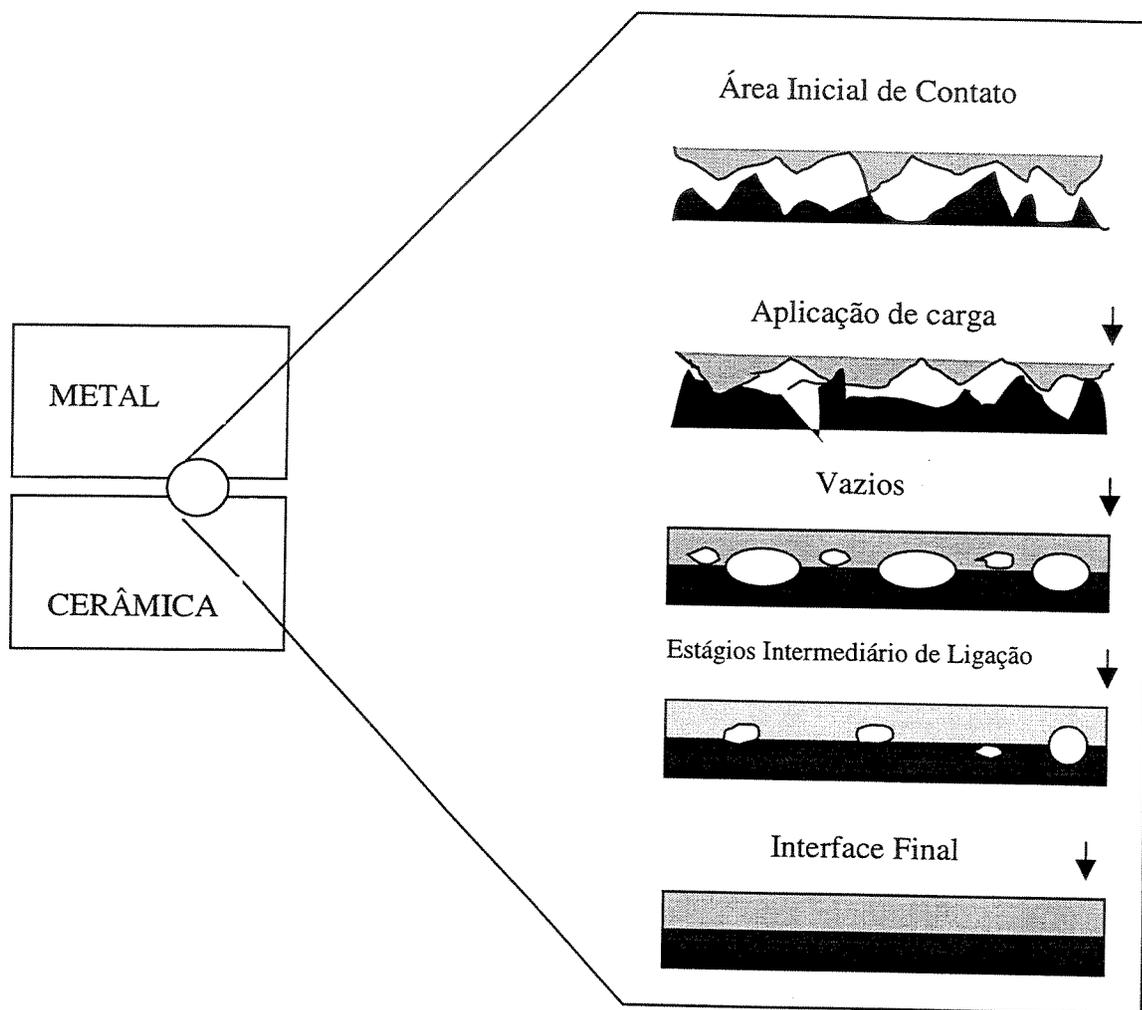


Figura 2.5 Transporte de massa pelos mecanismos de difusão fecham os vazios da interface cerâmica - metal resultando em ligação.

assumir uma geometria de fenda elíptica, por exemplo, está implícito que o mecanismo dominante de difusão muda dependendo do aspecto instantâneo da fenda: de fontes superficiais à fontes interfaciais, este aspecto se aproxima de uma unidade e vice - versa. Os mecanismos responsáveis pela junção incluem deformação plástica, deslizamento e processos de transporte de massa. O modelo atualmente aceito é o de Hill e Wallach [53], cujo princípio está ilustrado na Figura 2.6 [44]. Segundo os autores, o modelo calcula a taxa de diminuição do volume de um vazio referente a cada um dos mecanismos. Esta taxa é expressa em termos do crescimento da área de ligação e das dimensões do vazio. Os mecanismos 1, 2 e 3 tendem a alterar a geometria de elíptica para cilíndrica e cessam quando este formato for atingido. Os demais mecanismos tendem a manter o formato elíptico. Uma descrição detalhada desses mecanismos é dada a seguir.

Esses mecanismos podem ser geralmente classificados em a) deformação plástica, b) difusão de fontes superficiais, c) interfaces às regiões de estrição, e d) Lei potencial da fluência.

a) Mecanismo 1 - Deformação plástica inicial

O contato inicial entre metal e a cerâmica ocorre dentro de uma área com rugosidade típica (Figura 2.6a). A carga aplicada sobre as juntas causa deformação plástica aumentando a área inicial de contato dos entalhes naturais da rugosidade superficial. A deformação plástica ocorre principalmente no metal, como uma consequência da rápida perda de resistência em elevadas temperaturas. A área inicial de contato cresce até que a carga aplicada possa ser suportada, isto é, a tensão local cai abaixo da resistência à flexão do metal [44]. A ligação ocorre quando o esforço cortante (cisalhamento) local no metal, alcança o valor máximo requerido para ocorrer escoamento. Seguindo essa deformação plástica, a difusão e a fluência também acontecem. Estes são estágios que dependem do tempo, e um ou mais de seis mecanismos de difusão e fluência podem contribuir com a ligação [53].

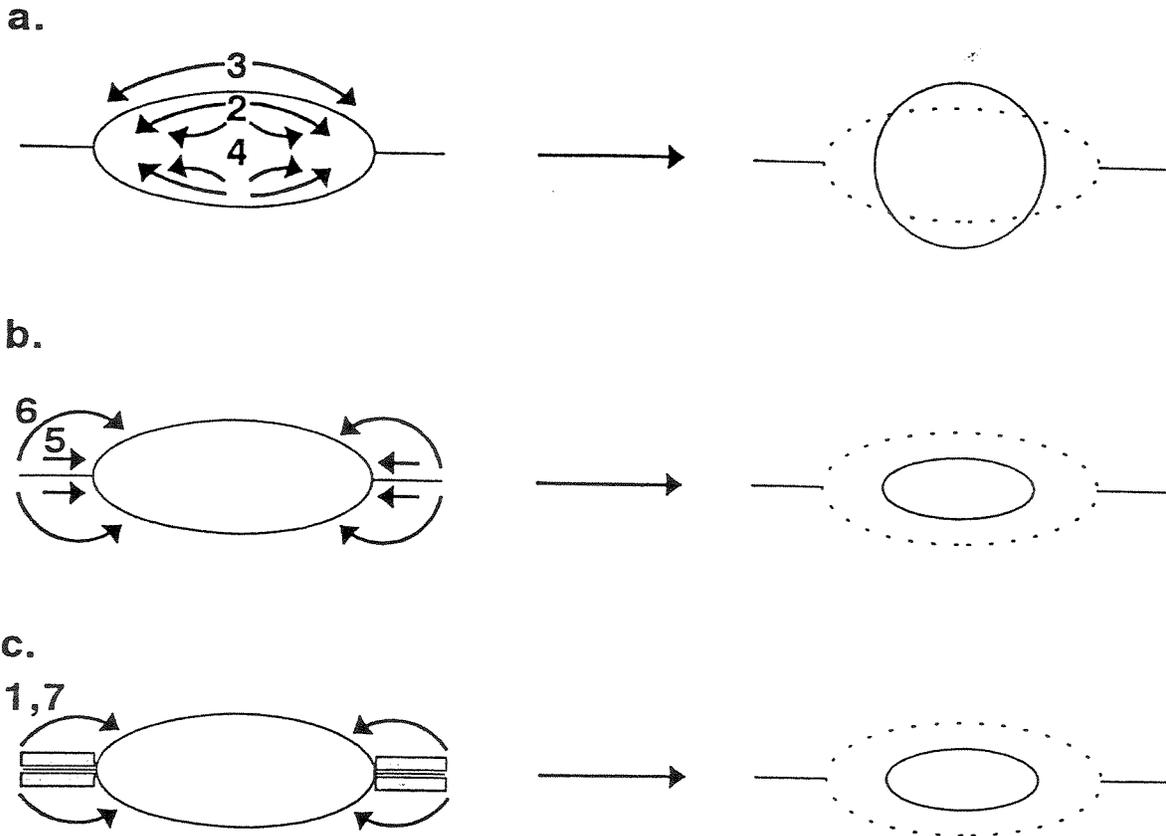


Figura 2.6 Representação esquemática da fonte e do movimento de material durante a união por difusão [44].

b) Mecanismos 2 a 4 - Difusão de uma superfície à regiões de estrição

Os mecanismos de 2 a 4 são ativados pela mudança no potencial químico que acompanha qualquer mudança na curvatura de uma fenda ou vazio.

A matéria difunde na direção da curvatura aumentada, isto é, para a estrição da fenda (Figura 2.6a). Como resultado, seções transversais elípticas mudam para circulares. Quando o aspecto proporcional das fendas se aproxima de 1 (seção transversal circular), as taxas de difusão dos mecanismos 2 a 4 tendem a zero. Cada mecanismo é governado por um coeficiente de difusão adequado: para a difusão superficial (mecanismo 2), a geometria assumida é uma camada fina de superfície, e o coeficiente de difusão relevante é o da difusão superficial; para a difusão de volume (mecanismo 3), a matéria é transportada através da área da estrição, e portanto, o coeficiente de difusão é o mesmo do volume de difusão. Para os modos de evaporação e

condensação (mecanismo 4), a taxa de transferência de massa é governada pela pressão de vapor [4].

c) Mecanismos 5 e 6 - Difusão das interfaces para as regiões de estrição

A taxa de difusão de fontes interfaciais é determinada pelo gradiente de potencial químico ao longo da interface de ligação, que depende do campo de ação da estrição da fenda e da pressão aplicada [53]. Embora os mecanismos 5 e 6 tenham a mesma fonte interfacial, as rotas de transferência de material são diferentes (Figura 2.6b). Considerando a interface como sendo um ângulo elevado na fronteira dos grãos, o mecanismo 5 transfere matéria ao longo de uma fina camada na fronteira. O coeficiente para difusão de fronteira seria, contudo, aplicável. Na região central, que está associada ao mecanismo 6, deve-se aplicar o coeficiente de difusão considerando o volume da difusão.

d) Mecanismo 7- Lei Potencial de Fluência.

A junção por difusão é geralmente realizada em altas temperaturas por um período relativamente curto. Embora o grande deslizamento seja indesejável por causar distorções na amostra, um pequeno deslizamento com rugosidades pode contribuir para o fechamento das fendas [53]. O mecanismo Lei potencial de fluência é modelado como um processo de dois estágios. No primeiro estágio ocorre uma mudança na altura da fenda, isto é, um vazio elíptico cresce em condições de deformação plana sob o Lei potencial de fluência. O segundo estágio consiste em preencher a fenda com o material deslocado da área de contato vizinha (figura 2.6c) [4].

A área total de ligação é calculada baseando-se na suposição de que a contribuição de cada mecanismo de difusão pode ser adicionado linearmente. O maior problema nos cálculos provém da falta de valores representativos de coeficientes de difusão, de energias de ativação e constantes de deslizamentos. Tais dados não estão prontamente disponíveis particularmente para cerâmicas, limitando a aplicação prática do modelo para alguns sistemas.

2.6 - Influência de parâmetros experimentais nas juntas.

Os parâmetros experimentais que afetam junções no estado sólido são temperatura, tempo, pressão e, em alguns casos, o ambiente [54]. Suas influências nas propriedades finais da interface estão discutidas a seguir.

2.6.1 - Temperatura

A temperatura é o parâmetro mais importante de uma junção no estado sólido, por controlar a cinética dos processos termicamente ativados envolvidos em junções difusas. Nas junções que ocorrem em altas temperaturas, a mobilidade atômica aumenta e auxilia os movimentos de deslocamento dos átomos através da interface [50]. Na verdade, todos mecanismos de difusão são sensíveis à temperatura. A temperatura requerida para se obter uma resistência suficiente da junta está geralmente entre $0,5T_M$ e $0,9T_M$, onde T_M é o ponto de fusão absoluto do metal base [44].

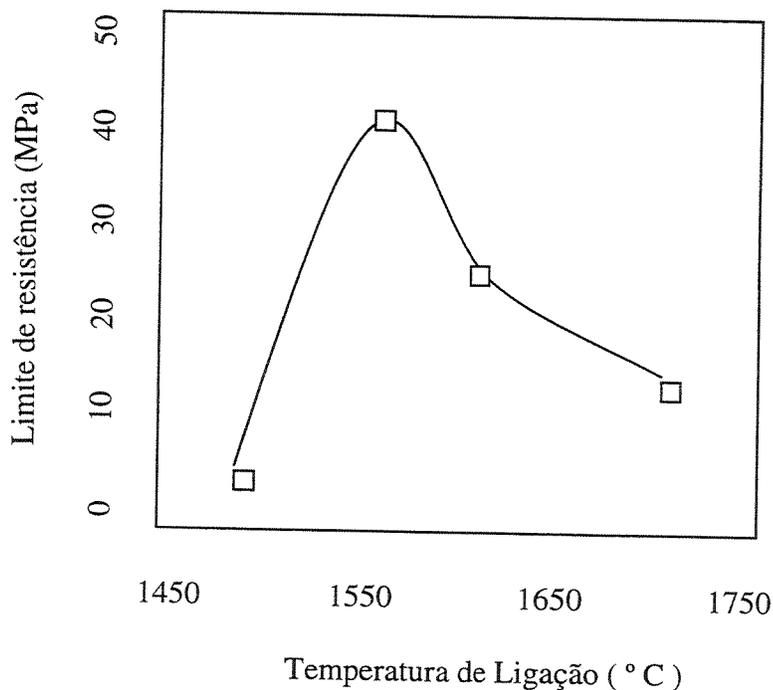


Figura 2.7 – Limite de resistência de juntas Al_2O_3-Nb como função da temperatura de ligação [50].

Um compromisso tem que ser estabelecido para assegurar a formação de uma interface confiável com um esforço residual mínimo. A concentração de esforços aumenta com o aumento da temperatura de ligação, para cada sistema cerâmica - metal existe um valor ótimo de temperatura que maximiza a resistência da interface. De certa forma, aumentando-se a temperatura de ligação, controla-se o tempo para prevenir o desenvolvimento de produtos de reações danosos em sistemas reativos. Um exemplo da dependência da resistência de ligações em função da temperatura é dado por juntas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Nb}$ como pode ser visto na Figura 2.7. Juntamente com o aumento da resistência para juntas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Nb}$, em temperaturas de até 1550 °C, foi constatado um aumento do fracionamento das superfícies ligadas. A perda de resistência acima de 1550 °C foi resultado da formação de uma zona de reação espessa ($\geq 20 \mu\text{m}$), danosa para a resistência das juntas [50]. Para um dado valor de pressão e tempo, uma temperatura mínima é normalmente necessária para se alcançar uma ligação completa, como pode ser visto para o sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Pt}$ (Figura 2.8a). Essa temperatura mínima aumenta com o ponto de fusão T_M do metal base e com o ponto de fusão do metal de intercamada da junta, como mostrado na Figura 2.8 b [50].

2.6.2 - Carga

As pressões uniaxiais representativas usadas em prensagem para a consolidação dos materiais cerâmicos com os metais variam de 1 à 100 MPa. Esses valores são tipicamente uma fração da resistência à flexão a temperatura ambiente, evitando assim, uma deformação macroscópica do componente [44]. A função da pressão na ligação não está limitada somente ao estabelecimento do contato entre os materiais, mas também, promover um “pequeno deslizamento”. A pressão é também responsável por quebrar o filme óxido estável presente na superfície da maioria das cerâmicas, expondo o material à interação com o componente da junta.

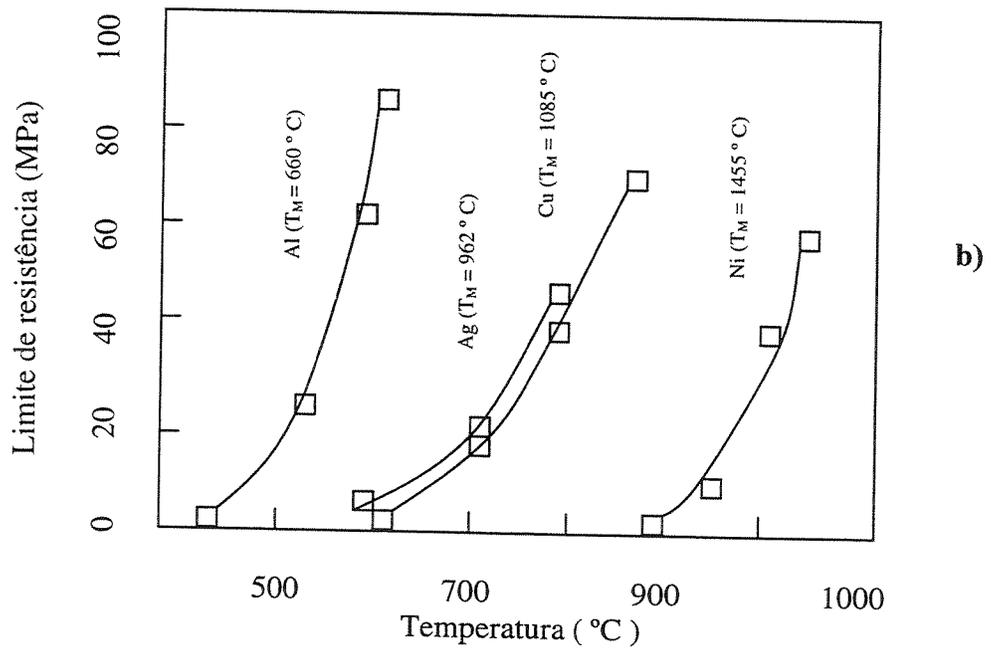
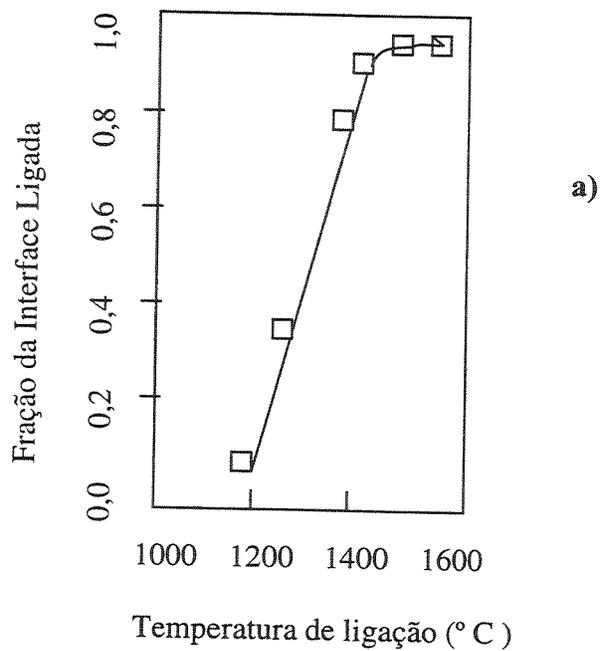


Figura 2.8 - (a) Fração da interface ligada como função da temperatura para junções Al₂O₃; (b) resistência da junta como função da temperatura para diversas combinações Al₂O₃ – metais [50].

2.6.3 - Rugosidade superficial

A presença da rugosidade nas superfícies de ligação, limita a área total de contato entre o metal e a cerâmica dos óxido livre existentes, provocando o não caldeamento de fendas largas [50]. As fendas interfaciais são danosas à resistência da junta, pois elas agem como locais de iniciação de uma fratura. Contudo, é necessário polir as superfícies de ligação antes de uni-las, melhorando a área inicial de contato entre o metal e o cerâmico, e prevenindo a formação de grandes fendas. No entanto, algumas regiões não consolidadas, ainda são prováveis de permanecerem na interface, especialmente perto das superfícies [3]. As regiões não unidas vêm a ser um fator enfraquecedor ao ponto de criar entalhes na interface. Não somente a resistência média da junta diminui, mas também a resistência local torna-se dependente da posição do defeito.

Grandes variações de resistência mecânica têm sido observadas comparando diferentes posições de interfaces, como pode ser visto na Figura 2.9 para junções de $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Fe-Si}_3\text{N}_4$.

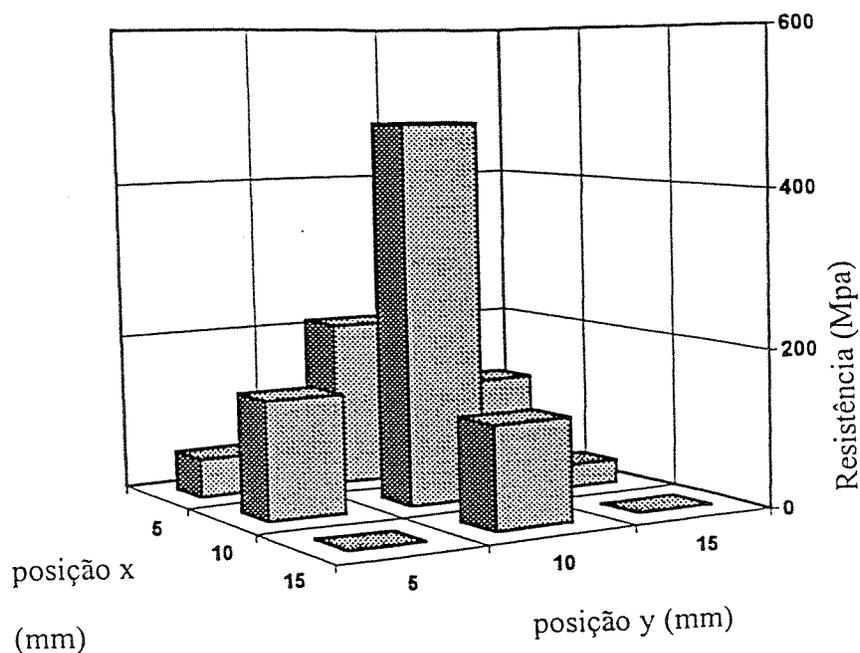


Figura 2.9 - Resistência mecânica de $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Fe-Si}_3\text{N}_4$ em diferentes posições da junta [3].

A resistência das juntas $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Fe-Si}_3\text{N}_4$ alcançou 500 MPa no centro da junta. Próximo as interfaces, a resistência diminui drasticamente para 10% daquele valor. As ligações limitadas nas fronteiras das juntas ocorrem por várias razões. Uma delas é a curvatura da interface. O fechamento mecânico das superfícies de ligação inevitavelmente remove um volume extra de material da região da fronteira, provocando a curvatura. Outra causa é a heterogeneidade na deformação da camada do metal abaixo da carga aplicada [3]. A Figura 2.9 mostra a distribuição da carga numa amostra do tipo sanduíche, representando a perda da tensão de contato perto das bordas do corpo de prova [50]. Outra possibilidade ocorre em sistemas reativos onde gás é liberado: a reação na parte externa da junta pode ser promovida por uma evacuação contínua de gases, causando um desgaste excessivo na fronteira do material cerâmico.

2.6.4 – Ambiente

A junção por difusão é geralmente realizada a vácuo ou na presença de um gás com baixa concentração de oxigênio, como por exemplo, argônio (Ar) ou nitrogênio (N_2). Embora a pressão de ligação seja geralmente suficiente para quebrar a camada de óxido protetora do material cerâmico, a recuperação dessa camada de óxido protetora pode ocorrer rapidamente se a pressão parcial de oxigênio for suficientemente alta [44]. Se um dos produtos da reação for um gás, como o N_2 em sistemas Si_3N_4 - metal, a atmosfera pode afetar o equilíbrio termodinâmico do sistema e a cinética da reação. Em alguns casos, aumentando-se a pressão parcial de N_2 no ambiente, pode se promover a formação de nitretos metálicos, uma situação não observada quando a ligação é realizada sob vácuo.

2.7 – A Formação da Interface Metal/Cerâmica

Neste item, sobre a formação da interface metal/cerâmica, são apresentadas as teorias mais recentes citadas na literatura e os mecanismos envolvidos no processo de ligação que se desenvolvem durante o processo de soldagem por difusão no estado sólido.

2.7.1 - O Mecanismo de Formação da Ligação na Soldagem por Pressão

Atualmente, várias hipóteses tentam explicar como a ligação ocorre no estado sólido, mas ainda hoje não há consenso sobre os resultados dessas diversas teorias. Uma delas é a *hipótese do filme* [54]. De acordo com esta hipótese, todos os metais e ligas possuem uma propriedade natural de “agarramento”, quando superfícies limpas estão mantidas próximas, dentro da faixa das forças interatômicas. As diferenças de molhabilidade observadas entre vários metais e ligas são explicadas pela presença de filmes superficiais, sendo que os filmes formados pelos óxidos dificultam a união entre as superfícies, cujas características costumam ser: elevada dureza, fragilidade, mas alguns se apresentam viscosos ou plásticos. Quando os metais a serem unidos são submetidos à deformação plástica a frio, os filmes duros e frágeis são quebrados e expõem as camadas de metal livres de óxidos que, mantidas juntas dentro da faixa das interações atômicas, formam ligações bastante resistentes. Se pelo menos um dos componentes apresentar um filme de óxido plástico em sua superfície, a deformação plástica provocará o espalhamento deste filme na interface e não ocorrerá ligação entre as partes. Em alguns padrões de deformação, entretanto, o filme de óxidos tem uma prioridade menor.

A *hipótese de recristalização* [55] enfatiza a recristalização como o principal fator na formação da ligação. De acordo com esta hipótese, a deformação e o endurecimento por deformação que acompanha, em conjunto com a exposição às temperaturas relativamente altas na interface, provoca o movimento dos átomos do retículo cristalino e de seus contornos para outros sítios, em grãos comuns a ambas as peças que se juntarão, resultando na formação da ligação entre os materiais. Entretanto, os autores desta teoria não apresentam provas convincentes destas afirmações.

De acordo com a *hipótese da energia*, [56], para que ocorra a soldagem por difusão, os átomos do metal a serem soldados devem apresentar, uma energia limite de aderência ou agarramento. Nesta energia, a orientação da ligação atômica não é maior que um fator atômico, começando assim, a ocorrer ligações metálicas entre os átomos superficiais e a interface entre as duas partes desaparecem. A combinação da deformação plástica necessária para iniciar o agarramento diminui na proporção do aumento da energia dos átomos dos metais. Em outras

palavras, o aquecimento ou a deformação plástica que aumenta a energia dos átomos, pode trazer os átomos próximos à condição necessária para iniciar a adesão. Na opinião de A.P. Semenov [57], o processo de agarramento entre os metais não é um processo de difusão. Em temperaturas elevadas, entretanto, o processo de difusão é facilitado pelo agarramento mecânico das interfaces dentro da zona de contato. A hipótese de energia falha em explicar que propriedades dos metais em soldagem são as responsáveis pelo grau de agarramento.

Na *hipótese das discordâncias*, proposta por J. Friedel, E. I. Astrov e outros autores [58], a junção por deformação plástica causa discordâncias que se movem na interface. Deste modo, elas quebram os filmes de óxidos presentes e produzem desníveis entre as distâncias interatômicas. Na opinião de alguns autores, [58 e 59], a emergência das discordâncias nas superfícies de contato, diminui a resistência à deformação plástica e auxilia na união entre os metais. Outros autores [60 e 61] acreditam que a emergência das discordâncias aumenta o número de pontos altos e baixos na superfície, promovendo uma maior deformação plástica nas superfícies de contato do que no centro do material. Desta maneira, o agarramento ou a formação da ligação é um resultado de escoamento plástico do metal dentro da zona de contato. Os autores desta teoria argumentam que o agarramento também pode ser acompanhado por processos de difusão.

Na *hipótese dos elétrons*, estudada por G. V. Samsonov *et al.* [62], o agarramento superficial resulta da formação de uma configuração estável dos elétrons dos átomos dos metais que estão em contato. Se a configuração eletrônica dos metais que estão sendo ligados apresenta um elevado peso estatístico, sua aderência é consideravelmente pobre. O autor demonstra que o conhecimento da configuração eletrônica dos metais e átomos elementares nos compostos químicos, favorece o discernimento sobre sua soldabilidade, molhabilidade, processos de difusão, etc.

De acordo com a *hipótese da difusão* [63], a formação de ligações efetivas entre as superfícies em contato, depende da interdifusão dos átomos do interior dos materiais envolvidos. A nível atômico, as superfícies dos materiais apresentam vacâncias que podem capturar átomos que se movem nas suas vizinhanças atômicas. Um átomo livre apresenta um

excesso de energia se comparado com átomos de um sistema homogêneo, e ocorrendo o movimento átomo/vacância, ocorre uma liberação de energia. Estas uniões espontâneas podem ser observadas, por exemplo, no interior de um líquido homogêneo. Mas nos sólidos, este quadro é diferente, e neste caso, uma quantidade substancial de energia adicional deve ser fornecida ao sistema, além da utilização de técnicas adequadas para manter os átomos das superfícies que se ligarão, muito próximos.

Existem muitas outras hipóteses que não serão apresentadas neste trabalho porque são pouco comuns e não foram identificados muitos trabalhos sobre estes outros temas.

2.8 - O Comportamento Mecânico da Juntas Cerâmica-Metal.

Uma descrição detalhada do comportamento mecânico de uma junta cerâmica-metal, requer a determinação de sua resistência com a distribuição dos esforços térmicos residuais. Este ítem revisa os aspectos básicos envolvidos na avaliação da resistência mecânica e dos esforços residuais, especialmente para o caso de juntas obtidas por prensagem a quente.

2.8.1 – Resistência Mecânica

As propriedades mecânicas das juntas obtidas sob pressão a quente, dependem das propriedades dos materiais ligantes (CET, módulo de elasticidade), geometria da junta e das condições de ligação. Uma junta mecânica confiável não é somente uma junta forte, mas também uma junta caracterizada por pequena dispersão de forças. A dispersão de forças é causada principalmente pela presença de imperfeições interfaciais e a ocorrência de uma ligação quebradiça. A Figura 2.10 mostra esquematicamente alguns dos defeitos interfaciais comuns resultantes da ligação por difusão. Dentro das deformidades interfaciais mais comuns, partes não ligadas ou fracamente ligadas resultam em uma dispersão substancial e na redução da resistência média da junta. Além disso, se uma camada de reação é excessivamente espessa, é muito provável que possa ocorrer trincas, enfraquecendo a junta [3].

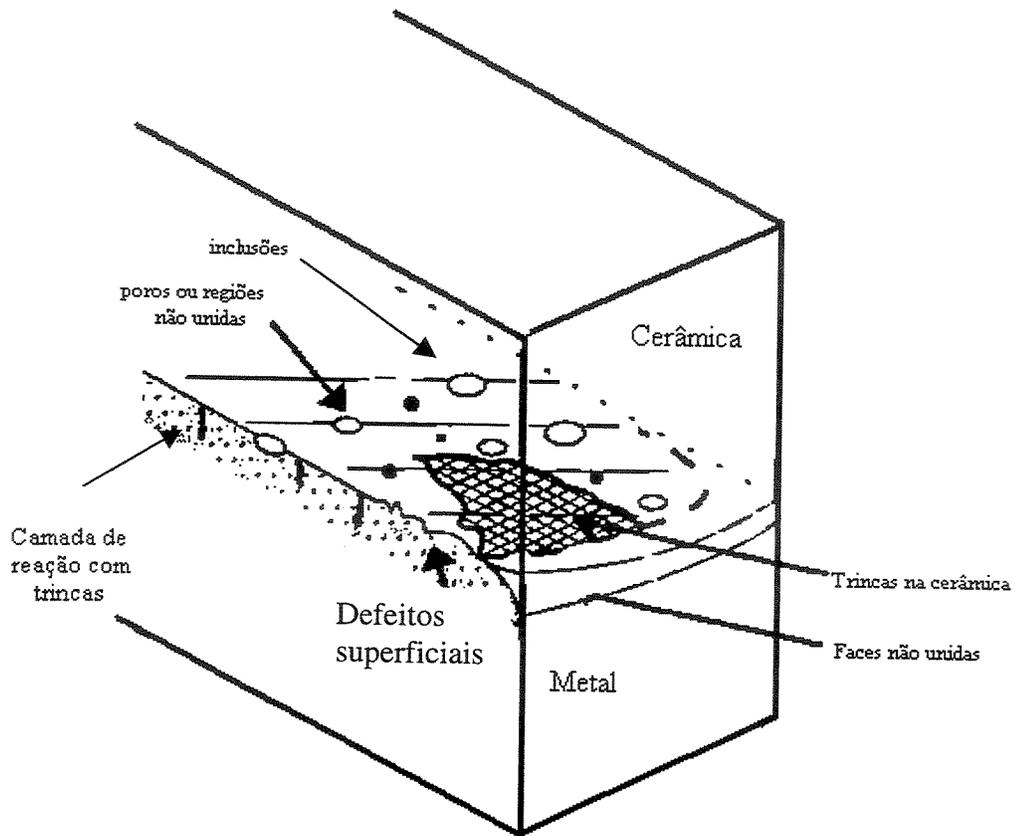


Figura 2.10 - Representação esquemática das imperfeições normalmente encontradas nas interfaces metal – cerâmica, obtidas por difusão [3]

Muitas aproximações tem sido utilizadas para medir a resistência das juntas. Os métodos mais comuns são os ensaios de tração, flexão e de cisalhamento. O esquema destes ensaios estão ilustrados na Figura 2.11. Os ensaios de tração, Figura 2.11.a, são geralmente realizados em corpos de prova de junção dupla, ou seja cerâmica – metal - cerâmica, ao passo que flexão em 3 pontos pode ser utilizada em junções simples ou duplas, como mostram as Figuras 2.11.c e 2.11.d. Outra possibilidade, são os ensaios de cisalhamento, Figura 2.11.b, podendo ser realizados em junções simples como consequência de sua geometria própria.

A caracterização da resistência interfacial por ensaios de tração ou de cisalhamento, apresenta uma série de limitações. A primeira está relacionada com a variedade de técnicas utilizadas por diferentes grupos de pesquisa, tornando assim difícil de se estabelecer uma comparação mútua de resultados. Várias tentativas de se calcular fatores de transferibilidade de um tipo de ensaio para outro tem sido testadas, mas não apresentaram o sucesso esperado. Numa destas tentativa, ensaio de flexão em 3 pontos e de tração, foram comparados , utilizando juntas

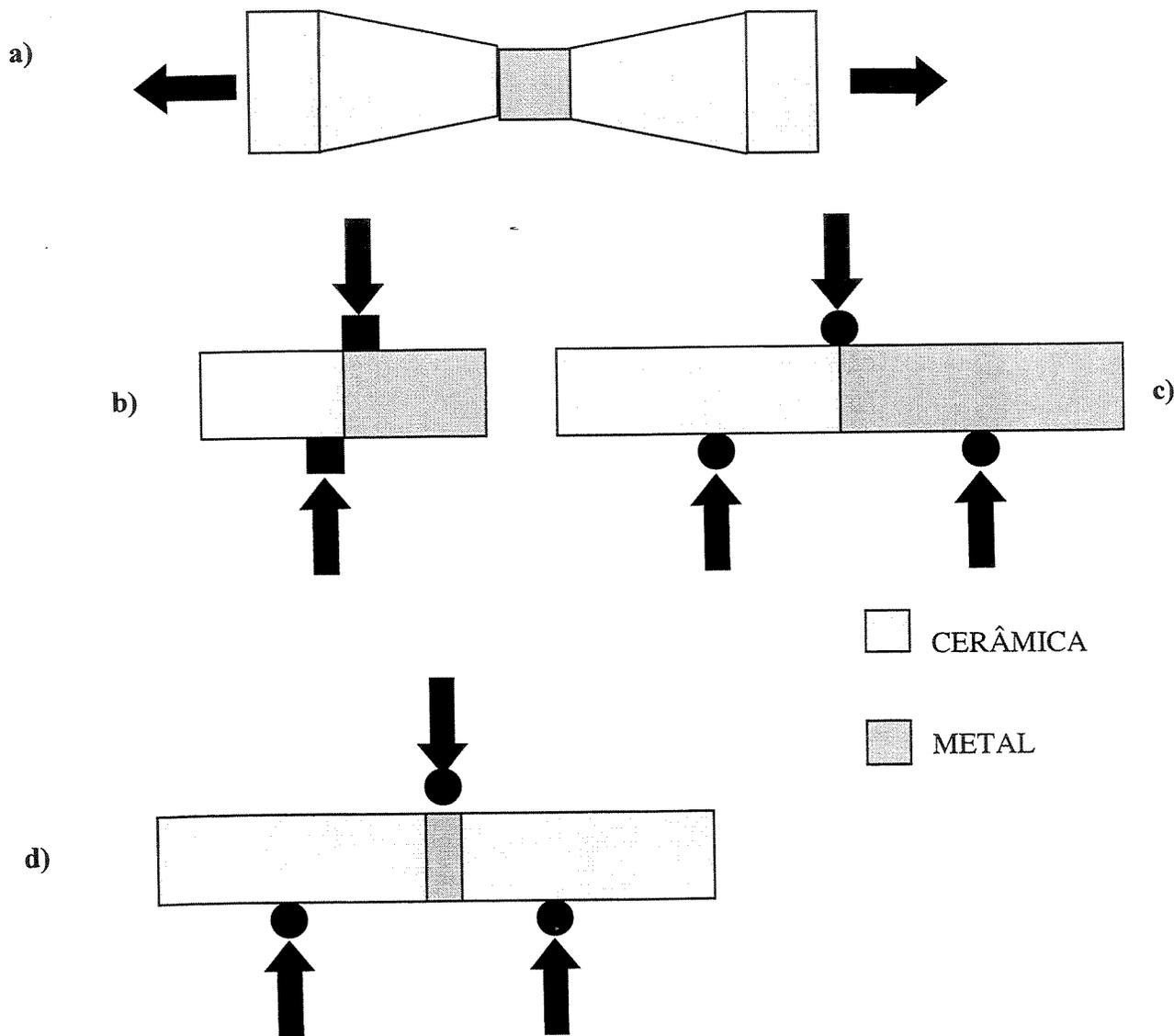


Figura 2.11 - Esquemas dos ensaios mecânicos realizáveis em juntas metal cerâmica: a) tração; b) cisalhamento; c) flexão em juntas simples; d) flexão em junta composta [1,26].

do tipo Invar – Si_3N_4 – Al [64]. A resistência à flexão da junta foi prevista para ser 1,7 vezes a resistência à tração, enquanto que experimentalmente, foi obtido um fator 2,5. Tal discrepância foi atribuída à diferença entre as distribuições de esforços calculados e observados, e em diferentes contribuições da deformação plástica aos valores da tensão de tração e flexão.

Diferenças e similaridades são esperadas quando flexão em 3 e 4 pontos são comparadas. O ensaio de cisalhamento proporciona uma forma alternativa de se avaliar a resistência mecânica das interfaces. Para este tipo de ensaio, as amostras são de fácil produção mas os resultados são geralmente menores do que os obtidos em ensaios de tração e flexão. Os ensaios de tração, flexão e cisalhamento promovem a carga na qual a junta rompe. A fratura é causada pela propagação da trinca induzida na maioria das bolhas de ar dentro da interface ligada. A carga de fratura é função da intensidade do esforço nas bolhas de ar e da resistência de propagação das fissuras na interface. Contudo, se a fissura desvia da linha da interface, a fratura se torna função da superfície

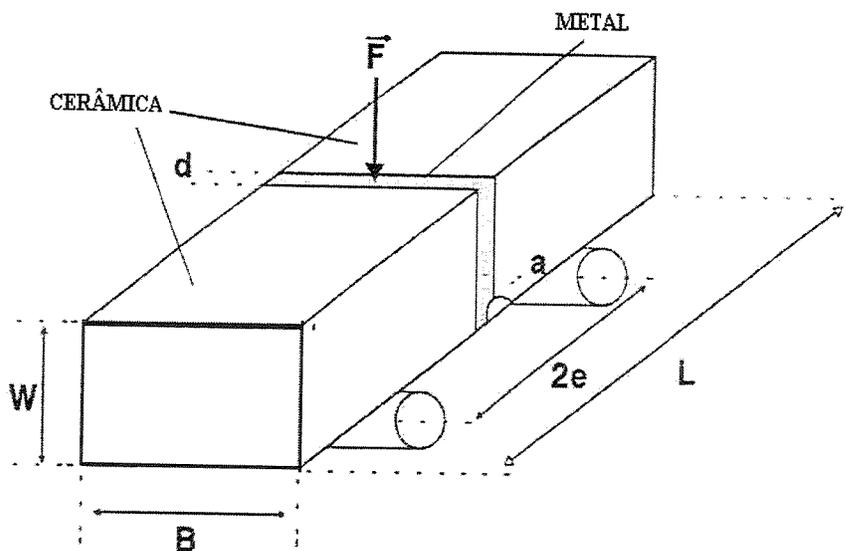


Figura 2.12 – Corpo de prova cerâmica – metal – cerâmica pré-entalhado utilizado em ensaio de flexão em 3 pontos [16].

da fissura, limitando-se a exatidão da medida da ligação inerente da interface. Para se restringir à trajetória da fissura na linha da interface, as juntas entalhadas ou pré fissuradas podem ser ou não utilizadas nos ensaios de flexão em 3 pontos. A Figura 2.12 ilustra a geometria de um corpo de prova cerâmico – metal cerâmico entalhado entre o metal e uma das camadas cerâmicas [16].

Neste trabalho a opção foi trabalhar com corpos de prova sem o entalhe, haja visto as pequenas dimensões dos corpos de prova e também devido a utilização da liga metálica AlSi12, de elevada ductilidade, ser de pequena espessura, inviabilizando a execução do entalhe com a exatidão necessária.

As interfaces cerâmica – metal podem fraturar de uma forma dúctil ou frágil, dependendo dos materiais ligantes e do tipo da interface. Se uma zona de reação está presente, as propriedades mecânicas também influenciam no modo de fratura.

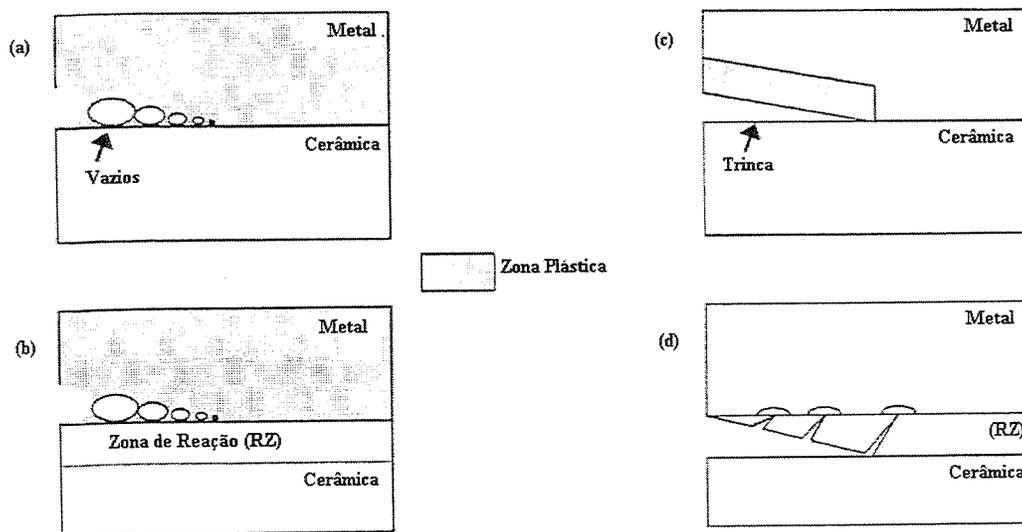


Figura 2.13 – Mecanismos de fratura de interfaces cerâmica – metal: (a) e (b) representam fratura dúctil; (c) e (d) fratura frágil [51].

Somente um pequeno número de sistemas fraturam de forma dúctil. Como exemplos, podem ser citados o sistema $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Al}$ (não reativo), utilizado neste trabalho e $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Al/Mg}$ (reativo) [51]. A fratura dúctil ocorre por nucleação e coalescência dos vazios, causados por escoamento plástico do metal na região adjacente a interface, como mostra a Figura 2.13a. A maioria das combinações cerâmica – metal fraturam de modo frágil. Como exemplos de sistemas não reativos, pode-se citar $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Nb}$, $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Pt}$ e $\text{SiO}_2 - \text{Cu}$, os quais se quebram de modo frágil, ao passo que o sistema $\text{SiC} - \text{Ni}$ é um sistema reativo e que fratura da mesma maneira. As fraturas frágeis diferem das fraturas dúcteis no sentido em que nenhum metal fica junto a cerâmica, indicando que a fissura se propaga na interface plana por ruptura da ligação (Figura 2.13.c). Contudo, se a junta unida consiste de um metal dúctil e por uma cerâmica quebradiça, o comportamento da fratura se torna sensível ao sinal do ângulo de fase ψ , conforme ilustrado na Figura 2.14.

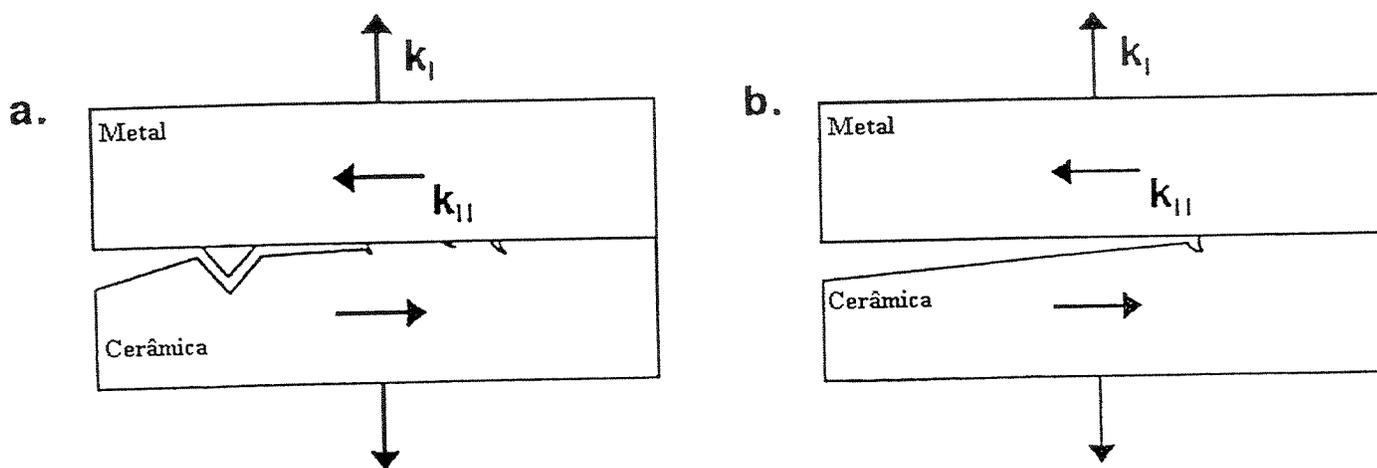


Figura 2.14 – Modos de fraturas interfaciais para conjunto metal dúctil – cerâmica frágil, como função do ângulo de fase ψ . a) $\psi < 0$; b) $\psi > 0$ [16].

O ângulo de fase ψ é um parâmetro que relaciona a geometria da junta com a trajetória da fissura [16]. No caso de dois sólidos quebradiços, ψ é dado por:

$$\psi = \text{tg}^{-1} (k_I / k_{II}) \quad 2.7,$$

onde k_I e k_{II} são os fatores de intensidade de tensão do modo I e do modo II, como mostrado na Figura 2.15.

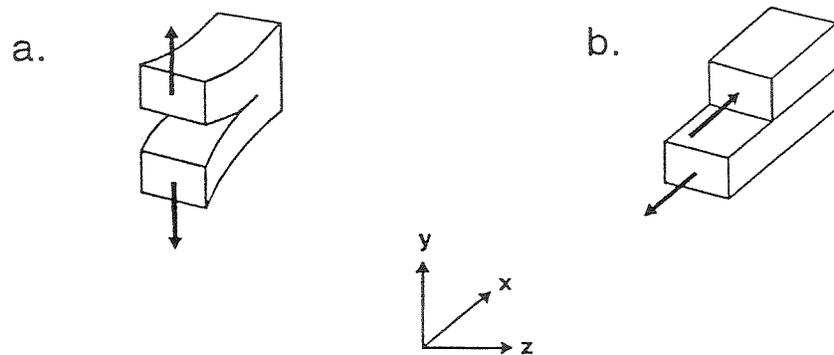


Figura 2.15 – Representação esquemática dos modos a) I e b) II dos fatores de intensidade de tensão [14].

Para $\psi = 0$ para o carregamento do modo I e $\pi/2$ para o modo II puro, ψ está diretamente relacionado à fração de carregamento do modo II na interface fissurada [16]. Corpos de prova com geometrias diferentes proporcionam diferentes ângulos de fases, que resultam em diferentes estados de tensão, de acordo com a Figura 2.16. Notavelmente, se a amostra está sujeita a carregamento de cisalhamento (cortantes), a fissura tende a desviar da interface da cerâmica, resultando em valores menores de resistência interfacial [65].

Quando o ângulo de fase é positivo, o passo da fissura é influenciado por sua magnitude. A fissura se move da interface, preferencialmente para o material quebradiço, conforme ψ se aproxima de 70° . Por outro lado, se ψ é negativo, a energia de fratura do metal, comparado com a interface, impede a propagação da fissura para fora da interface. Neste caso, uma das duas possibilidades ocorre dependendo da resistência ao escoamento do metal dúctil. Se a resistência ao escoamento do metal é baixa, ocorre uma interação plástica das fissuras da interface, levando a

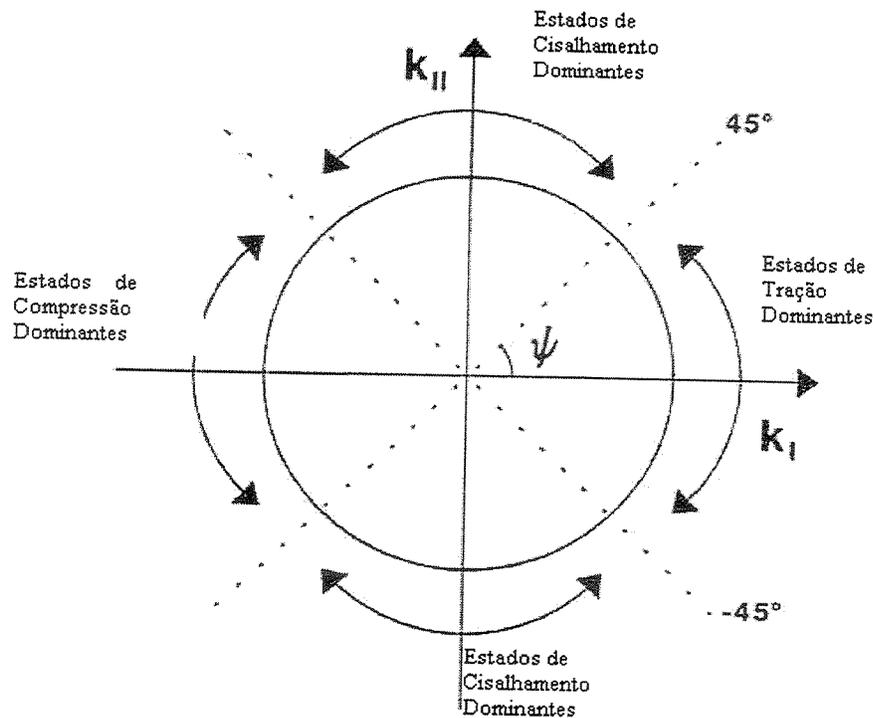


Figura 2.16 – Estados de tensão dominantes como função do ângulo de fase ψ [65].

uma fratura dúctil envolvendo um vazio nucleado na interface. Alternativamente, se o metal tem uma resistência ao escoamento elevada, o campo de tensões da fissura da interface interage com vazios de ar preexistentes na cerâmica. Por causa destes vazios de ar estarem sujeitos a um

carregamento substancial do modo II, a fissura é desviada de volta para a interface. Como resultado, cavacos do material cerâmico permanecem juntos à superfície de fratura [16].

2.8.2 – Tensões Residuais

A amplitude e distribuição das tensões residuais em um junta dependem dos parâmetros como CET e o módulo de elasticidade dos materiais envolvidos. A geometria da junta, a temperatura de ligação e as espessura das camadas de reação também contribuem de forma decisiva. A presença de tensões residuais não somente limita a resistência da junta como também

aumenta a dispersão da resistência [3]. Altas concentrações de tensões residuais são geralmente encontradas próximas às interfaces e das superfícies livres. No caso de amostras cilíndricas, a amplitude das tensões aumenta com o diâmetro da junta. Para uma geometria retangular, as curvas das faces de ligação agem como pontos de alta concentração.

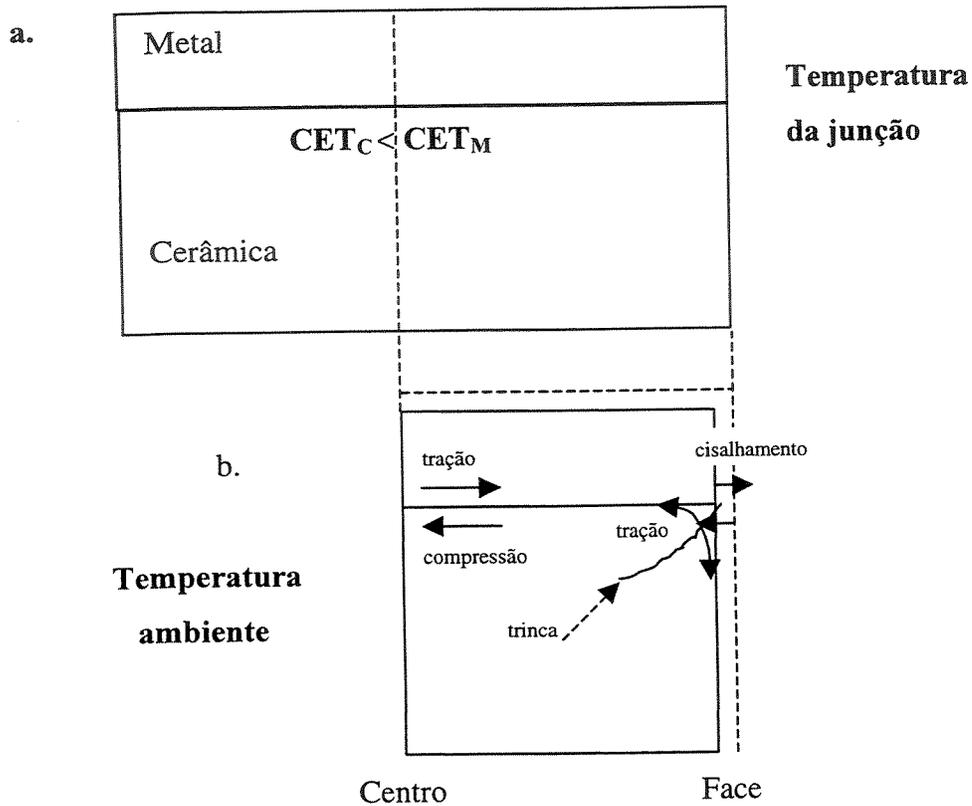


Figura 2.17 - Tensão residual em juntas retangulares. (a) Junta livre de tensão na temperatura de junção; (b) tensões desenvolvidas durante o resfriamento [66].

A presença de tensões residuais em junções cerâmica – metal com geometria retangular pode ser observadas na Figura 2.17 [66]. As tensões residuais não se formam durante o aquecimento do sistema cerâmica – metal, desde que os materiais não sejam comprimidos. Contudo, sob resfriamento da temperatura de ligação, o material desenvolve uma menor dimensão lateral que a cerâmica, por causa de seu maior CET. Como resultado, surgem esforços de tensão na direção paralela da interface (plano σ_x), especialmente perto do lado cerâmico. Para neutralizar este efeito, origina-se nas vizinhanças no plano da interface, no lado da cerâmica,

esforços compressivos. Pelas margens da junta são formados também esforços elevados, especialmente na direção perpendicular a interface (componente normal σ_z). Nesta região também ocorrem elevadas tensões de cisalhamento (τ_{xz}). Além disso, uma má combinação do modo elástico dos materiais de ligação contribui para a formação de esforços de tensão nas margens, aumentando a propensão à fratura. No entanto, uma contribuição substancial modo II para uma falha nas margens é esperada em todas as situações [16]. Os vetores das tensões principais, σ_1 e σ_2 , são obtidos das medidas de σ_x , σ_z e τ_{xz} , de acordo com a seguinte relação:

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \end{bmatrix} = 1/2 (\sigma_x + \sigma_z) \pm 1/2 [(\sigma_x - \sigma_z)^2 + 4 \tau_{xz}^2]^{1/2} \quad 2.8$$

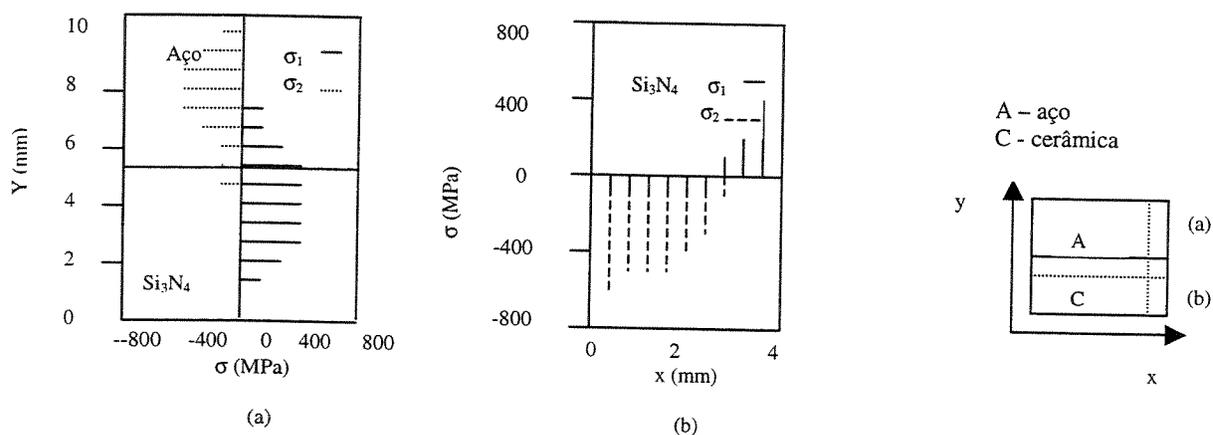
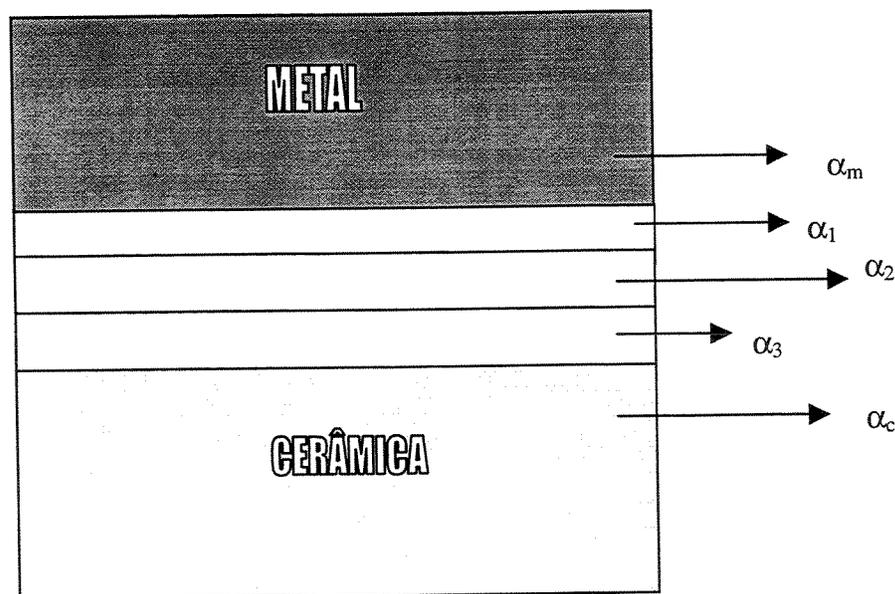


Figura 2.18 – Distribuição de tensões σ_1 e σ_2 em amostras de juntas Si_3Ni_4 – SM50 [67].

A Figura 2.18 mostra um exemplo de uma distribuição típica de tensões σ_1 e σ_2 com função da posição relativa e da orientação com respeito à interface. Os esforços foram estimados usando análise Métodos de Elementos Finitos (MEF) em juntas de aço inoxidável – Si_3N_4 – SM50. A temperatura da operação foi mantida a 700 ° C [67].

De acordo com a Figura 2.18.a, σ_1 alcança seu máximo na margem da amostra, onde a cerâmica está sujeita a maiores esforços de tração. O componente σ_2 é fortemente compressivo no lado da parte da cerâmica pela linha formada da ligação (Figura 2.18.b). Conseqüentemente, a posição de onde σ_1 alcança seu máximo, determina a mais provável ligação do início da fratura, e a direção da propagação da trinca é governada por σ_2 [67]. Contudo, é importante minimizar $\sigma_{1\text{máx}}$ para se inibir o início da trinca, melhorando a resistência média da junta e reduzindo a dispersão. Vários métodos têm sido estudados para alcançar este objetivo, tais como o uso de intercâmbios e a otimização da geometria da junta [67].

Uma das técnicas utilizadas para minimizar a má combinação dos CET entre as cerâmicas e os metais, é a utilização de intercâmbios, reduzindo assim a amplitude das tensões residuais. Um dos refinamentos desta técnica é a chamada “ α gradual”, onde um número de camadas amortecedoras são inseridas entre o metal e a cerâmica, conforme mostra a Figura 2.19. Através do controle da composição de cada camada, é possível ajustar os CETs individuais de forma que



onde, $\alpha_c < \alpha_1 < \alpha_2 < \alpha_3 < \alpha_m$

Figura 2.19 – Técnica de “gradiente α ” utilizada para reduzir as diferenças entre os coeficientes de expansão térmica entre os metais e cerâmicas [26].

fiquem mais próximos [26]. Embora esta combinação possa ser facilmente produzida em equipamentos de pressão à quente, um grande número de acamadas é necessário e seus comportamento de expansão térmica devem ser bem entendidos. Outra possibilidade é o uso de uma intercamada metálica com CET mais próximo a da cerâmica, e uma resistência ao escoamento relativamente baixa além de alta ductilidade. Nesta situação, metais como o alumínio (Al), cobre (Cu) e nióbio (Nb) são bons candidatos, ao contrário dos metais refratários com é o caso do molibdênio (Mo) e tungstênio (W).

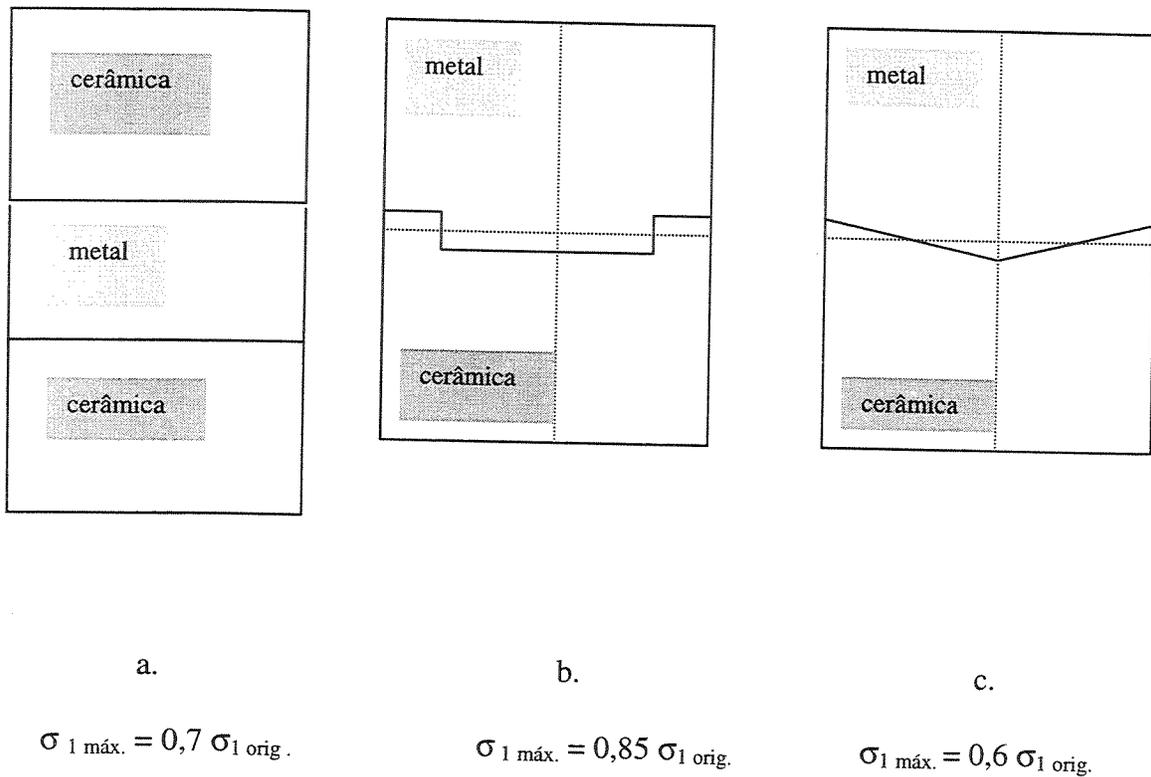


Figura 2.20 – Efeito da geometria da junta em $\sigma_{1 \text{ máx.}}$. (a) Junta dupla; (b) e (c) mudança no eixo neutro de momento. Os valores de $\sigma_{1 \text{ máx.}}$ são comparáveis aos valores de juntas simples com interfaces retas ($\sigma_{1 \text{ anel}}$) [67].

A geometria da amostra pode também ser otimizada para reduzir a formação de esforços residuais. O efeito da geometria muda em $\sigma_{1 \text{ máx}}$ como mostrado na Figura 2.20. Inserindo o metal entre substratos cerâmicos, reduz-se $\sigma_{1 \text{ máx}}$ de 30% (ver a Figura 2.20. a). Se uma intercamada cerâmica é inserida entre os substratos de metais, $\sigma_{1 \text{ máx}}$ aumenta de 35 % de seu valor original. Outra possibilidade é mudar o eixo neutro da flexão , que afeta o aumento da flexão . Na

geometria ilustrada na Figura 2.20.b, $\sigma_{1m\acute{a}x}$ diminui de 15 % e na Figura 2.20.c de 40 %. Quando os substratos da cerâmica e do metal são reversos (Figura 2.20. c), $\sigma_{1m\acute{a}x}$ aumenta de 13 % do seu valor inicial porque $\sigma_{1m\acute{a}x}$ está longe de sua linha de ligação, aumentando o momento fletor [67].

Vários métodos podem ser utilizados para avaliar a distribuição das tensões residuais em juntas cerâmica – metal. As técnicas mais comuns são métodos de elementos finitos (MEF), difração de raios X (XRD) e difração de neutrons. O MEF é uma aproximação numérica onde as propriedades dos materiais envolvidos são usadas ao longo das condições da ligação, para se obter um mapa computadorizado da distribuição dos esforços na junta.

A desvantagem desta técnica é que ela não leva em consideração o efeito da camada de reação e as propriedades dos produtos de reação nos produtos finais. A espessura e a natureza das zonas de reação podem afetar drasticamente a distribuição de tensões residuais e assim a resistência mecânica da junta.

As técnicas de difração também são empregadas para avaliar as tensões residuais. Elas são baseadas nas mudanças de posição dos picos de difração como resultado da deformação. Combinando as medidas de deformação com as propriedades da cerâmica e do metal, é possível calcular os esforços pelos quais o material está exposto. XRD é uma técnica não destrutiva mais popular do que a difração de neutrons, devido a sua disponibilidade de equipamento. Contudo, uma séria limitação resulta da pequena penetração dos raios X, que restringe a análise de esforços à superfície do material. Difração de neutrons é também um método não destrutivo usado para medir tensões residuais em materiais de engenharia. A técnica é similar a XRD, mas os neutrons apresentam maior poder de penetração do que os raios X, tornando possível a determinação da maioria das propriedades, mais do que efeitos superficiais [68].

Apesar da citação do método experimental de estimar o nível de tensões envolvidos nas juntas obtidas por difusão, neste trabalho não se utilizou difração de neutrons devido a indisponibilidade de equipamento.

2.9 – Ensaio Mecânicos

Baseando-se nas considerações feitas anteriormente sobre as diversas possibilidades de utilização de diversos métodos para caracterização mecânica da junção alumina – liga Al, principalmente levando-se em conta a fabricação dos corpo de prova e execução dos ensaios, decidiu-se trabalhar com a caracterização mecânica através do ensaio de flexão em quatro pontos.

2.9.1 – Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão consiste na aplicação de uma carga P crescente num corpo de prova específico, em um ou dois pontos equidistantes dos apoios, existindo assim três ou quatro pontos de apoio. A carga aplicada parte de um valor inicial igual a zero e aumenta lentamente até a ruptura do corpo de prova. O valor da carga aplicada *versus* o deslocamento do ponto central é a resposta do ensaio. Se no ensaio for utilizado um corpo de prova biapoiado com aplicação de uma carga no centro da distância entre os apoios, ou seja, se existirem três pontos de carga, o ensaio é chamado de ensaio de flexão em três pontos, conforme mostra a Figura 2.21. Se o ensaio consistir em uma barra biapoiada com aplicação de carga em dois pontos equidistantes dos apoios, assim existindo quatro pontos de carga, o ensaio será chamado de ensaio de flexão em quatro pontos, conforme a Figura 2.22. Trata-se de um ensaio bastante aplicado em materiais frágeis ou de elevada dureza, como no caso de ferro fundido, aços ferramentas, aços rápidos e cerâmicas estruturais, pois esses materiais, devido à baixa ductilidade, não permitem ou dificultam a utilização de outros tipos de ensaios mecânicos, como por exemplo a tração.

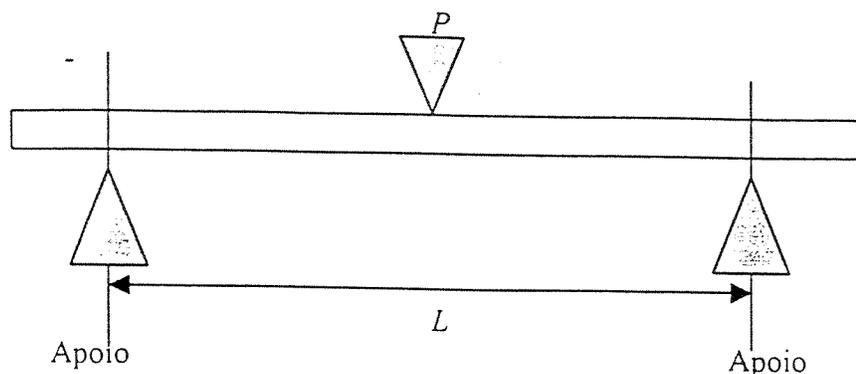


Figura 2.21 – Ensaio de flexão em três pontos.

2.9.2 - Considerações sobre o ensaio.

Durante o ensaio, ocorrem esforços normais e tangenciais na seção transversais do corpo, gerando um complicado estado de tensões em seu interior. Entretanto, é possível admitir algumas hipóteses que simplificam o problema, tais como:

- corpo de prova inicialmente retilíneo,
- material homogêneo e isotrópico,
- validade da Lei de Hooke – materiais elásticos,
- consideração de Bernoulli – as seções planas permanecem planas,

existência de uma linha neutra no interior do corpo-de-prova, que não sofre tensão normal ($\sigma = 0$); esta linha encontra-se no centro de gravidade.

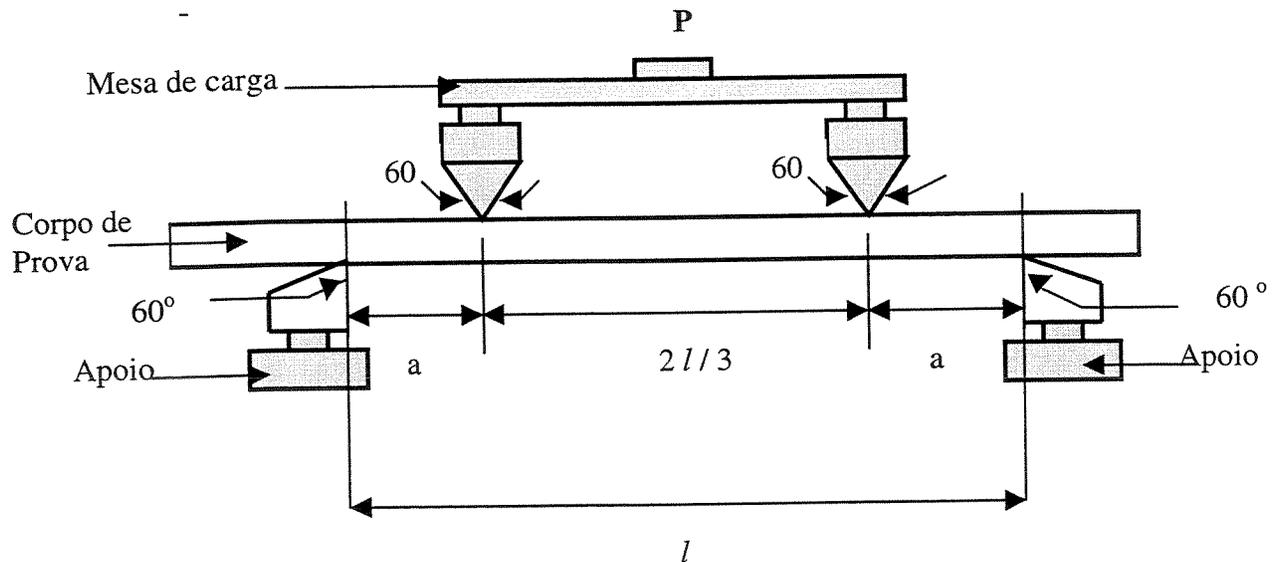


Figura 2.22 Ensaio de flexão em quatro pontos [69].

2.9.3 - Propriedades Mecânicas na Flexão – Tensão Normal (σ) e Módulo de Ruptura (σ_{fu})

Analisando a região do corpo-de-prova entre o ponto A e o ponto central, conforme a Figura. 2.23.a, observa-se que as fibras superiores à linha neutra são comprimidas e as fibras inferiores são tracionadas (Fig.2.23.b). A tensão em qualquer fibra é proporcional à sua distância da linha neutra, sendo as forças distribuídas na seção transversal representadas por um conjunto interno resistente que equilibra o conjugado externo (momento fletor).

Considerando-se a deformação diferencial que ocorre nas fibras tracionadas, escreve-se a seguinte relação:

$$\Delta dx = y_{LN} \cdot \text{tg}(\alpha) \quad (2.9)$$

onde Δdx é o elemento de deformação, y_{LN} é a distância entre a linha neutra e a superfície inferior do corpo-de-prova e α é o ângulo e giro da flexão.

Sabe-se que:

$$\varepsilon = \Delta l / l \text{ ou } \varepsilon = \Delta dx / dx = \sigma / E \quad (2.10)$$

Assim:

$$\sigma = E \cdot \text{tg}(\alpha) / dx \cdot y_{LN} \quad (2.11)$$

Chamando $K = E \cdot \text{tg}(\alpha) / dx$, tem-se que:

$$\sigma = K \cdot y_{LN} \quad (2.12)$$

Sabendo-se que o momento fletor (M_f) é o momento resultante das forças normais atuantes na seção transversal do corpo-de-prova, conforme mostra a Figura 2.23.

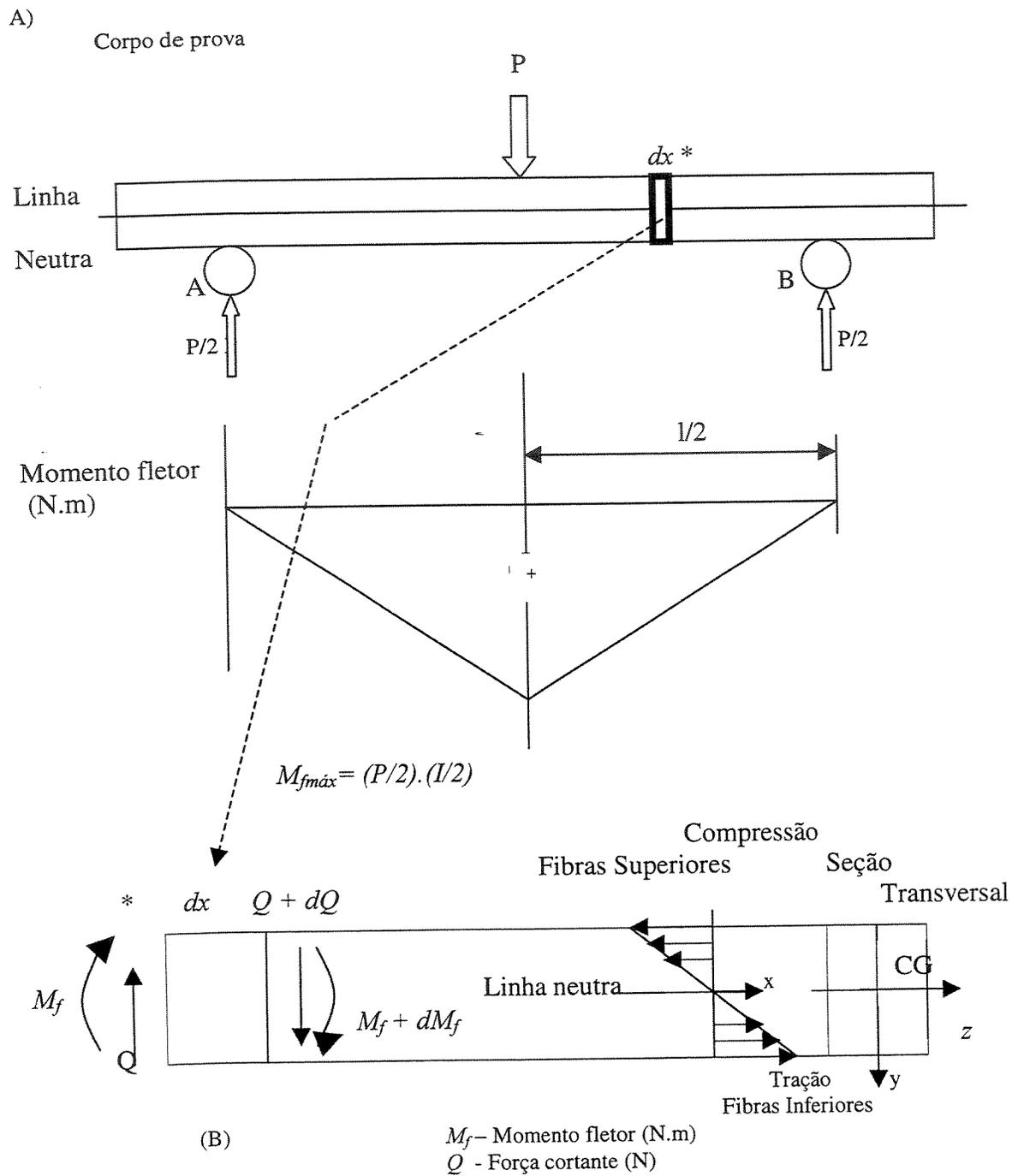


Figura 2.23 - Esboço dos esforços no ensaio de flexão em três pontos.

Nesse caso:

$$\sigma = dN / .dS \quad (2.13)$$

mas o elemento de momento (dM_f) resultante do elemento de força normal (dN) é dado pelo produto dessa força com o braço de eixo (até a linha neutra – y). Assim:

$$dM_f = y . dN \text{ ou } dM_f = y . \sigma . dS \quad (2.14)$$

Inserindo a Eq. 2.9 com $y_{LN} = y$ na Eq. 2.10 e integrando o resultado, chega-se a:

$$M_f = K . \text{Inte } y^2 . dS \quad (2.15)$$

Agora, observando-se Figura 2.24, o momento polar de inércia em relação ao eixo OZ de um elemento de superfície dS é dado por:

$$dI_z = y^2 . dS \quad (2.16)$$

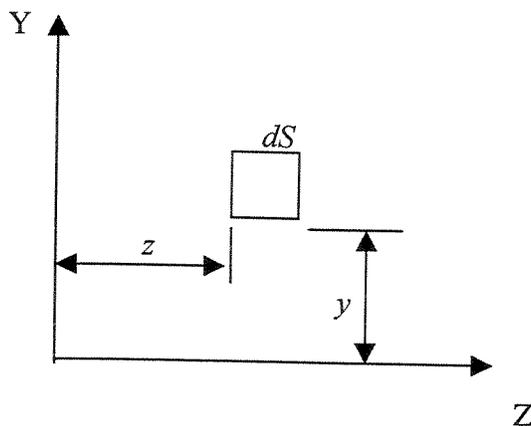


Figura. 2.24 - Elemento de superfície para o cálculo do momento de inércia.

Para uma figura plana qualquer, o momento polar de inércia I_z é dado por:

$$I_z = \int y^2 \cdot dS \quad (2.17)$$

O momento polar de inércia, no caso da flexão, é também chamado de módulo de rigidez à flexão da viga.

Desse modo, a Eq. (2.15) pode ser reescrita:

$$K = M_f / I_z = E \cdot \text{tg}(\alpha) / dx \quad (2.18)$$

Logo, substituindo (2.18) em (2.11) e lembrando que $y_{LN} = y$, obtém-se a equação geral para o cálculo das tensões normais envolvidas na seção transversal do corpo-de-prova, dada por:

$$\sigma = M_f / I_z \cdot y \quad (2.19)$$

Observa-se, na Eq. 2.19, que a tensão normal na linha neutra ($y = 0$) tem valor numérico nulo, conforme considerações iniciais. Valores negativos de y correspondem à região onde as fibras estão comprimidas, e valores positivos correspondem à tração. Observa-se também que I_z é uma função da geometria da seção transversal da barra. Assim, σ também é uma função dessa geometria.

2.9.4 - Módulo de Ruptura (σ_{fu})

O módulo de ruptura ou resistência ao dobramento (σ_{fu}) é o valor máximo da tensão de tração ou compressão nas fibras externas do corpo-de-prova no ensaio de flexão. A tensão de flexão máxima é dada por:

$$\sigma_{fu} = (M F_{max} / I_z) \cdot y_{LN} \quad (2.20)$$

onde σ_{fu} = tensão de flexão (Pa).

Para seções retangulares, tem-se (Fig. 2.25):

$$I_z = w \cdot h^3 / 12 \quad (2.21)$$

$$y_{LN} = h / 2 \quad (2.22)$$

Para o ensaio de flexão em quatro pontos e barras de seção transversal retangular, o módulo de ruptura é dado pela Eq. (2.23) [70], onde as variáveis estão apresentadas na Figura 2.25:

$$\sigma_{fu} = 3 \frac{P_{max} \cdot a}{w \cdot h^2} \quad (2.23)$$

onde: w = largura do corpo-de-prova,
 h = altura do corpo-de-prova,
 a = distância entre os suportes e o ponto de carga mais próximo,
 P_{max} = carga máxima suportada pelo corpo-de-prova

Como as equações anteriores são válidas dentro do campo elástico, o valor do módulo de ruptura calculado será maior que o valor real, devendo-se observar que essa condição favorece a segurança do projeto de determinado componente mecânico submetido à flexão.

Nas máquinas de ensaios de flexão, os apoios sobre os quais descansa o corpo-de-prova são na maioria das vezes, roliços com possibilidade de giro, o que ajuda na diminuição da fricção ou do atrito entre o corpo-de-prova e os suportes. A carga de flexão deve ser aplicada lentamente.

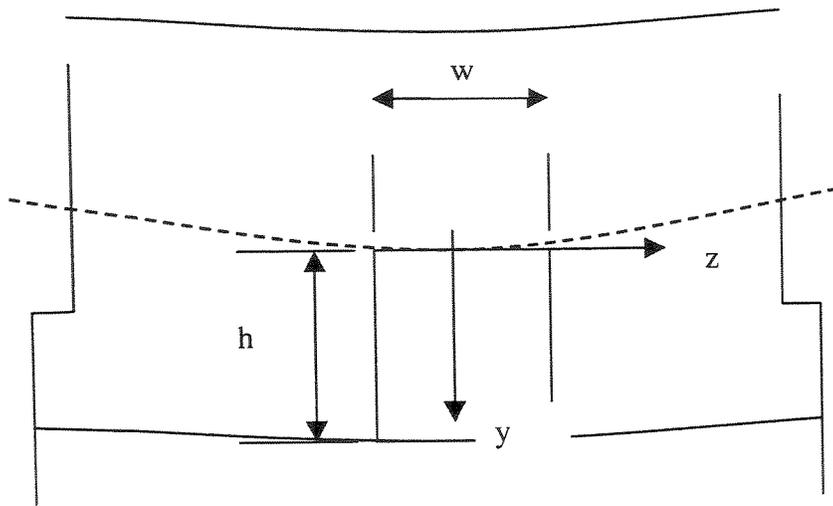


Figura 2.25 - Corte de um corpo-de-prova de seção retangular.

CAPÍTULO 3

OS MATERIAIS ENVOLVIDOS

3.1 Introdução

Neste item, fez-se uma revisão na literatura sobre o alumínio e suas ligas, além dos materiais cerâmicos e em particular da alumina, enfocando suas propriedades físicas e mecânicas de maior interesse nesse trabalho. Decidiu-se incluir os diagramas de fase dos principais compostos que formam os materiais utilizados. Destaca-se os pontos principais dos diagramas, os quais fornecem subsídios teóricos para discussão dos resultados experimentais sobre as interfaces, sobretudo no estudo das possibilidades da formação de novos componentes na interface entre os materiais.

3.2 - A Liga de AlSi12

As duas principais propriedades do alumínio [71], que o tornam muito utilizado na construção mecânica, são a baixa densidade que conduz a uma relação peso da estrutura/resistência do material favorável e a elevada resistência à corrosão aos ambientes da atmosfera, aos meios líquidos aquosos e a alguns produtos químicos inorgânicos e orgânicos – não exigindo tratamento superficial de proteção.

A resistência mecânica do alumínio não é elevada, contudo a adição de elementos de liga, como o cobre e o zinco, associadas à aplicação de tratamentos térmicos, permite obter um material de utilização importante nas estruturas resistentes.

A resistência à corrosão do alumínio advém da formação de uma película de óxido na superfície do material de natureza quimicamente estável: essa película protetora de espessura da ordem de 50 a 100 Å, é de elevada dureza, transparente e aderente à superfície do metal.

Outras características fundamentais para o campo de aplicação do alumínio e suas ligas são: o comportamento não ferromagnético, anti-faísicante, não tóxico, de elevada condutividade elétrica (cerca de 65 % do cobre eletrolítico) e térmica.

Os principais elementos de liga adicionados ao alumínio são: cobre, manganês, silício, magnésio e zinco, sendo que outros podem estar presentes com a finalidade de provocar o refino de grão metálico ou conferir alguma propriedade específica, como no caso do ferro, cromo e outros.

No caso particular deste trabalho, interessa verificar quais são as principais características que o silício confere ao alumínio, podendo formar compostos previstas no diagrama de fase da Figura 3.1 [72]. Neste caso, o silício reduz o ponto de fusão e aumenta a fluidez do metal líquido.

Tabela.3.1- Propriedades físicas do alumínio puro e das ligas AlSi.[20]

Material	Temperatura de fusão – (°C)	Resistividade elétrica (nΩ.m) a 20 °C	Condutividade térmica – % IACS	Coefficiente de expansão térmico (10 ⁻⁶ /°C 20-200°C)	Densidade (Mg/m ³)
Al (99,99 % min.)	660	2,67	64,5	23,6	2,705
AlSi 5	575 - 630	41	42	22,0	2,68
AlSi12	532– 571	55,6	31	19,5	2,68

Com relação às propriedades mecânicas, as ligas dúcteis dependem da composição e da têmpera. Em particular as ligas de silício, não apresentam comportamento frágil pela presença

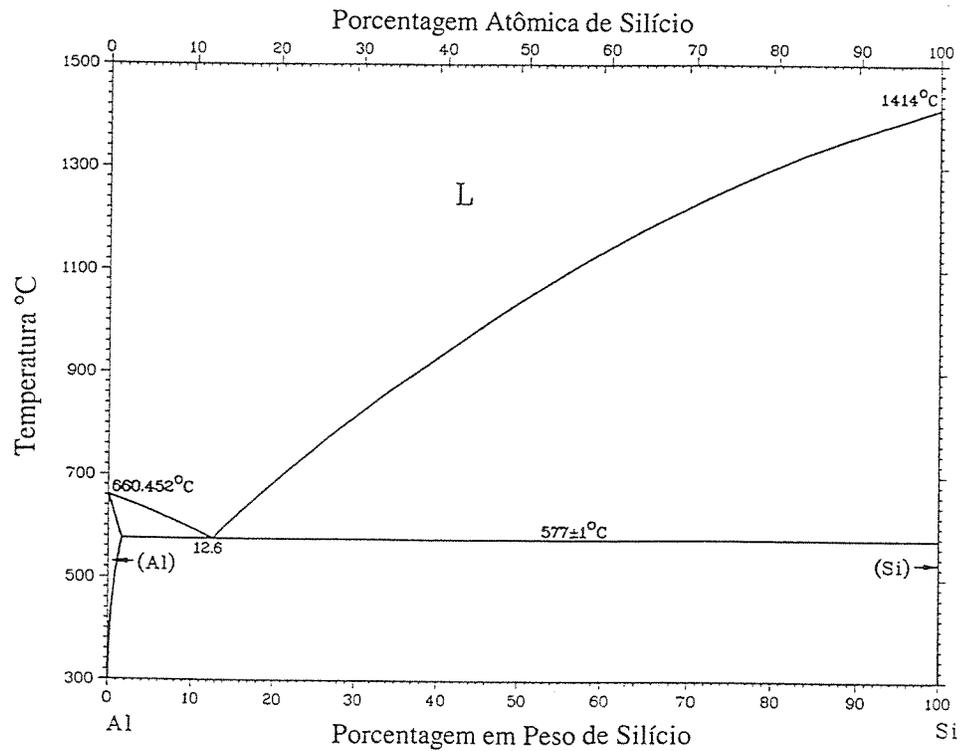
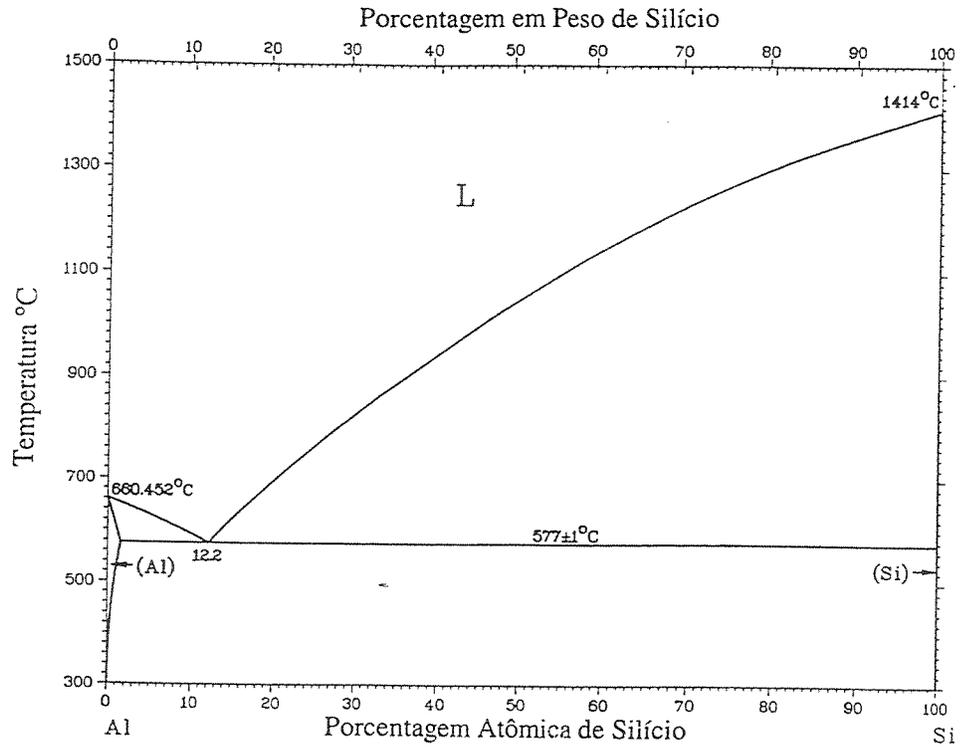


Figura 3.1 – Diagrama de Fases Al – Si [72].

desse elemento, adicionado principalmente para abaixar o ponto de fusão e elevar a fluidez, características adequadas à utilização como metal de adição em soldagem, além disso apresenta elevada resistência ao desgaste, associado ao baixo índice de expansão térmico, comparado com as ligas de Al. Nas Tabelas 3.1 e 3.2 são apresentados os valores típicos de diversas propriedades físicas e mecânicas do alumínio puro e para ligas AlSi. Pode-se verificar o acentuado aumento da resistência mecânica com o aumento do teor de Si na liga, o que pode favorecer na resistência da junta soldada.

Tabela 3.2 - Propriedades mecânicas do alumínio puro e das ligas AlSi

Material	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento em 50 x 12,7 mm (%)	Dureza B 500 Kg. 10 mm
Al (99,00 % min)	115	120	5	27
AlSi 5	270	285	0,5	105
AlSi12	315	380	9	120

3.3 O sistema Al – Si

O sistema AlSi forma um eutético simples, com duas fases de solução sólida, sendo Al (fcc) e o Si (cubico do diamante). Este diagrama de fase foi calculada a partir da energia livre de Gibbs, otimizado com respeito a dados termoquímicos e dados relativos a contornos de fases.

As ligas AlSi estão entre as mais importantes ligas comerciais, quando contém pequenas adições de Na (0,01% em peso). Estas ligas são denotadas “modificadas” e apresentam considerável melhoria na microestrutura e propriedades mecânicas sobre as ligas binárias. Outro elementos como Cu e Mg podem ser adicionados para provocar um endurecimento por envelhecimento.

A solubilidade máxima do Si no Al é $1,5 \pm 0,1$ % atômico na temperatura eutético, diminuindo até 0,05 % atômico a 300°C. A máxima solubilidade do Al no Si é $0,016 \pm 0,003$ % atômico a 1190°C, no ponto anterior ao Si sólido.

A solubilidade do Si no Al pode ser aumentada pelo resfriamento rápido a partir da fase líquida. A solubilidade máxima na solução sólida é de 11 ± 1 % atômico de Si, utilizando técnicas especiais de trabalho a quente e resfriamento rápido [72]. Diferentemente das ligas Al-Ge, sobre as ligas Al-Si não se tem informações sobre a formação de compostos intermetálicos ou fases vítreas.

Na Tabela 3.3, são apresentados os pontos especiais do diagrama Al-Si retirados da Figura 3.1 onde estão apresentados os diagramas de fase AlSi de % em peso e em % atômica Si.

Tabela 3.3 - Pontos especiais do Diagrama Al-Si [72].

Reações	Composição (% at.) Si	Temperatura (°C)	Tipo de Reação
$L \leftrightarrow Al$	0	660,452	fusão
$L \leftrightarrow Al + Si$	$12,2 \pm 0,1$	577 ± 1	eutético
$L \leftrightarrow Si$	$1.001,5 \pm 0,1$	1.414	fusão

3.4 - Materiais Cerâmicos

Os materiais cerâmicos têm sido usados sob temperaturas relativamente baixas, se considerarmos suas propriedades. Utiliza-se em altas temperaturas sob condições de baixas tensões. As propriedades que destacam os materiais cerâmicos e justificam as suas aplicações incluem a sua alta dureza, resistência ao desgaste e à corrosão, alta resistividade elétrica, baixo coeficiente de atrito, refratariedade e estanqueidade a vácuo. Somente nos últimos vinte anos, houve maior empenho para se usar cerâmicas em aplicações estruturais sob condições de tensões significativas, esforços de flexão, variação de temperatura e ambientes corrosivos. As cerâmicas que estão sendo desenvolvidos para atender a estas necessidades fazem parte de um segmento de uma extensa classe de materiais que no Japão são chamados de “cerâmicas finas” e, nos Estados Unidos, de “cerâmicas avançadas de alto desempenho”. Materiais desse tipo são produzidos com alta tecnologia. Os mesmos incluem as cerâmicas eletrônicas tais como aquelas usadas como

substratos ou encapsulantes, condutores iônicos, dispositivos piezelétricos e supercondutores. A principal razão para maior interesse nas cerâmicas estruturais está na tentativa de aumentar a eficiência de vários motores automotivos. Em artigos recentes [6,7] sobre a tecnologia da união de cerâmicas, se dá ênfase na pesquisa e desenvolvimento voltados para a utilização de materiais cerâmicos estruturais em motores térmicos avançados. Nos Estados Unidos há também programas visando o desenvolvimento de trocadores de calor para recuperar o calor que é perdido a altas temperaturas em fornos industriais.

No entanto, tem-se reconhecido que a tecnologia que possibilitará o aumento das aplicações das cerâmicas está em otimizar os processos de união cerâmica/cerâmica e metal/cerâmica. Os três principais processos para a união incluem o processo de brasagem com materiais de adição metálicos, o processo de brasagem com materiais de adição não metálicos (vidros) e o processo de junção por difusão no estado sólido, que foram previamente discutidos nos capítulos anteriores.

3.4.1 - Principais tipos de materiais cerâmicos

As cerâmicas apresentam diferentes ligações atômicas em relação aos metais. Enquanto estes possuem ligações metálicas (nuvem eletrônica), as cerâmicas apresentam ligações iônicas e covalentes. As cerâmicas monolíticas têm muito mais baixa resistência à fratura que as ligas metálicas. Já os compósitos cerâmicos têm a menor resistência à fratura. As cerâmicas, devido ao seu baixo coeficiente de expansão térmico, têm maior estabilidade termodinâmica que os metais, o que dificulta, nas uniões, ligações químicas fortes que aumentem a adesão [5].

Os óxidos monolíticos incluem a alumina (Al_2O_3), magnésia (MgO), mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), zircônia ($\text{SiO}_2 \cdot \text{ZrO}_2$), spinel ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgO}$), cordierita ($2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{MgO} \cdot 5\text{SiO}_2$) e aluminossilicato de lítio. Os compósitos podem ser divididos em duas classes : aqueles que contêm *whiskers* para aumentar a resistência à fratura e aqueles que contêm fibras semi-contínuas para suportar grandes esforços de flexão.

Os óxidos cerâmicos, incluindo alguns dos compósitos, são fabricados por sinterização (metalurgia do pó). A sinterização pode ser executada em alguns materiais com ou sem pressão. O mesmo ocorre em alguns materiais através de um processo no estado sólido sem o uso de aditivos. Entretanto, alguns aditivos podem ser usados para aumentar a sinterabilidade de muitos materiais. A alumina de alta pureza, por exemplo, pode ser sinterizada sem aditivos, mas geralmente utiliza-se a magnésia (MgO) como aditivo. A função dos aditivos varia de material para material, mas normalmente servem para promover o aumento da superfície de difusão ou restringir o crescimento do grão. Na maioria dos casos, resíduos dos aditivos permanecem nas vizinhanças do contorno de grão. Estas novas fases podem substancialmente afetar as propriedades mecânicas do material e o comportamento do material durante a união.

A maioria dos trabalhos sobre união de óxidos cerâmicos tem sido feito com três famílias de materiais : a cerâmica monolítica de alta alumina, a zircônia e compósitos de *whiskers* (SiC) com matriz de alumina. Estes três materiais são comercialmente disponíveis e estão sendo usados, ou considerados para uso, numa larga faixa de aplicações devido à grande variação das propriedades físicas e mecânicas dos mesmos. Neste trabalho será feita somente menção às cerâmicas de alta alumina, motivo de estudo.

3.4.2. - Cerâmica de alta alumina

Atualmente, há uma grande faixa de cerâmicas de alta alumina variando de 79% a 99,9% em peso de Al_2O_3 disponível no mercado [21]. Os demais constituintes são geralmente óxidos de Mg, Y, Si, Ca e Zr, utilizados como fundentes, além de modificarem as propriedades da matriz. A fase vítrea da alumina diminui com o aumento do teor de Al_2O_3 , aumentando a resistividade volumétrica e a resistência mecânica em altas temperaturas. A presença de ZrO_2 pode acarretar um aumento considerável na resistência mecânica e na tenacidade. A fabricação de componentes em alumina é feita pela compactação de pós com ligantes orgânicos, através de diversos processos seguidos de sinterização. A alumina não somente varia em composição, mas também quanto ao tamanho de grão e porosidade. Os vários tipos de cerâmica de alta alumina podem, portanto, comportar-se diferentemente durante o processo de união ou quando utilizados. Tais diferenças podem ocasionar a formação de diferentes produtos de reação na interface.

3.4.3 - Alumina

Tomando por um ponto de vista prático, a utilização de isoladores elétricos cerâmicos apresenta muitas vantagens quando comparado com os polímeros dielétricos em geral e nas aplicações de transmissão de potência. Entre estas vantagens destacam-se: propriedades dielétricas superiores, elevada resistência mecânica, ausência de deformação ou fluência em temperaturas convencionais, elevada resistência às mudanças ambientais e perfeita compatibilidade em selos com metais, usado em conectores e suportes. A utilização de isoladores cerâmicos de alta alumina sobre as porcelanas, traz uma série de benefícios ao projeto, como o aumento da resistência mecânica, aumento da rigidez dielétrica e conseqüentemente redução do tamanho dos componentes [73]. Na Tabela 3.4 são apresentadas algumas propriedades físicas e mecânicas de aluminas com diversos teores de Al_2O_3 que servirão de parâmetro de comparação para os ensaios mecânicos.

Tabela 3.4 – Propriedades da alumina 99 %.[74]

Material	Resistividade Volumétrica (ohm.cm) a 25°C	Coef. Linear de Expansão Térmico ($10^{-6}/^{\circ}C$) 25–200 °C	Resistência a Flexão (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)
Al_2O_3 90 %	$> 10^{14}$	6,8	359	288
Al_2O_3 95 %	$> 10^{14}$	6,0	366	310
Al_2O_3 99,5 %	$> 10^{14}$	8,8	323	366

3.5 - O Sistema Al - O

As fases em equilíbrio do Sistemas Al-O são (1) a líquida, que existe com dois líquidos imiscíveis – Al líquido, rico em Al e Al_2O_3 , rico em O; (2) uma solução sólida terminal CCC (Al), na qual a solubilidade do oxigênio é desconhecida mas pequena; (3) óxido de alumínio hexagonal, αAl_2O_3 , α alumina, ou corindom, que desviam da exata composição estequiométrica são desconhecidas e pequenas; e (4) o gás.

O diagrama apresentado na Figura 3.2, é resultado de diversos pesquisadores [75 e 76], que prepararam diagramas para fases condensadas na faixa de composição de 0 a 60 % de O.

Não existe fase condensada estável que seja mais rica em oxigênio que a $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$. Em todas as temperaturas acima do ponto de fusão, $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ tem uma estrutura hexagonal que pode ser convertida em rómbica. Nos sistemas condensados acima da temperatura monotética, $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ pode coexistir estável somente com (Al) sólido ou líquido, isto é, oxigênio – alumínio saturado. Este diagrama é inicialmente qualitativo, devido ao leque de dados para a faixa de composição das fases sólidas e líquidas. A existência de um eutético próximo ao ponto de fusão do alumínio é especulativo; entretanto, a existência de um monotético próximo ao ponto de fusão da Al_2O_3 está muito bem definido. A variação de temperatura destas três fases de equilíbrio no ponto de fusão do Al puro e estequiométrica Al_2O_3 são pequenas e provavelmente não mensuráveis no eutético.

3.6 - O Sistema Si – O

Apesar de difícil de obtenção, segundo H. A. Wriedt [77], o único diagrama de equilíbrio condensado adequado da literatura para o sistema Si – O, à pressão hidrostática de 0,1 MPa, foi o proposto por Sosman [78]. Este diagrama omite a fase instável SiO, mas mostra as fronteiras dos campos de duas fases em que diferentes fases polimórficas do SiO_2 coexistem com (Si). Observando o diagrama de fases, a tridimita S – VI está incluída, mesmo que algumas evidências sugerem que esta forma alotrópica da SiO_2 , só exista na forma metaestável em sistemas puramente binários.

Também neste diagrama, o termo genérico “sílica” é aplicado a muitas variedades da SiO_2 . Outro comentário sobre o diagrama recai sobre a nomenclatura utilizada [78] em função do elevado número de fases presentes no sistema e da confusão que muitas vezes acontece com as letras gregas.

Tanto o Si como a SiO_2 , podem existir em outras formas cristalinas estáveis a elevadas pressões hidrostáticas, tais como Si – II, Si – V; além de um grande número de fases

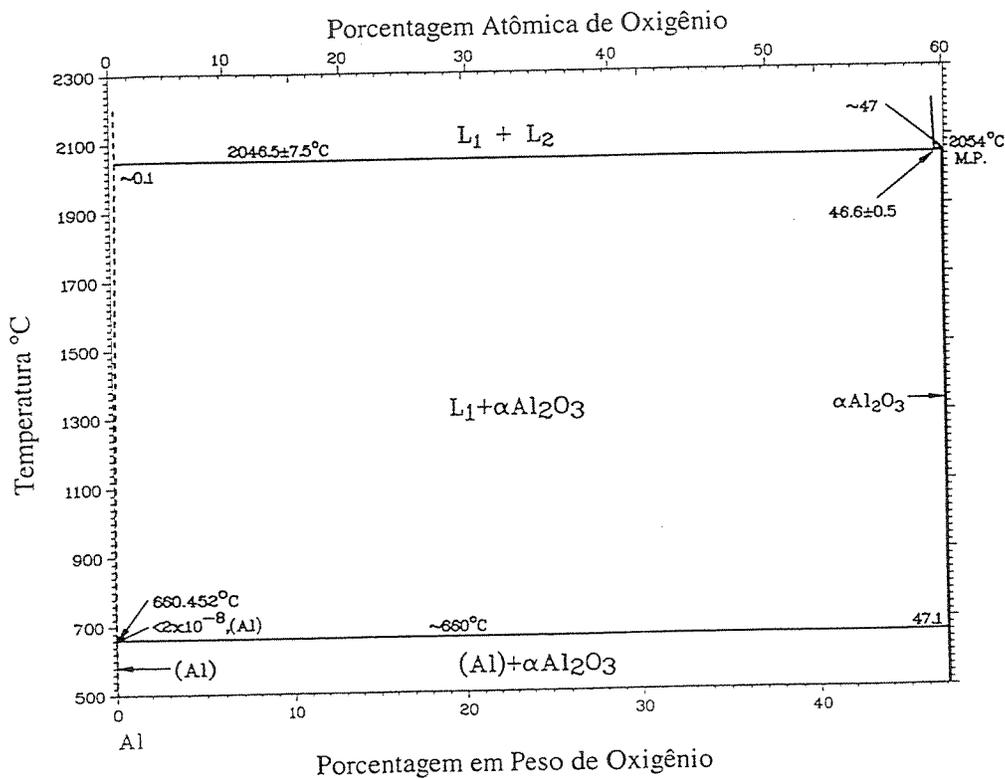
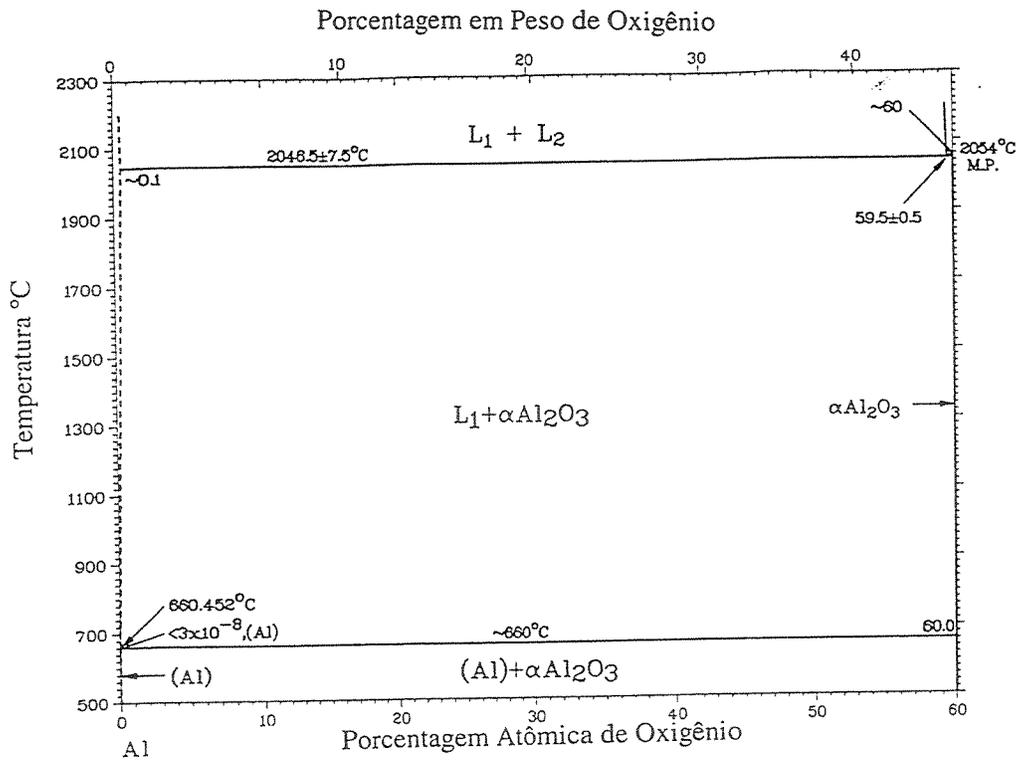


Figura 3.2 –Diagrama de fases Al – O, sendo a) % atômica de O e b) % em peso de oxigênio [77].

intermediárias, estabilizadas em condições de atender as transformações do alto quartzo em baixo quartzo.

O (Si) sólido é indeterminado exceto no ponto de fusão do Si puro. Um ponto pode ser calculado na temperatura eutética denotada por (Si) + L₁ + SiO₂. Um eutético foi localizado a 0,003% at. de O e a 0,04 °C abaixo do ponto de fusão do Si, sendo esta informação adotada oficialmente [79].

Tabela 3. 5 - Pontos especiais do sistema Si – O [77].

Reação	Composição, at. % O	Temperatura, °C	Tipo de Reação
L ₁ ↔ Si	0	1417	fusão
(Si) + SiO ₂ (baixo quartzo) + SiO ₂ (alto quartzo)	66,7	~574	desconhecida
(Si) + SiO ₂ (alto quartzo) + SiO ₂ (tridimita S -VI)	66,7	~870	desconhecida
L ↔ (Si) + SiO ₂ (tridimita S -VI)	0,003	~1417	eutética
L ₁ + SiO ₂ (tridimita S -VI) + SiO ₂ (alta cristobalita)	66,7	~1470	desconhecida
L ₂ ↔ L ₁ + SiO ₂ (alta cristobalita)	66,7	~1470	monotética
SiO ₂ (alto quartzo) ↔ SiO ₂ (baixo quartzo)	66,7	574	polimórfica
SiO ₂ (tridimita S -VI) ↔ SiO ₂ (alto quartzo)	66,7	870	polimórfica
SiO ₂ (alta cristobalita) ↔ SiO ₂ (tridimita S -VI)	66,7	1470	polimórfica
L ₂ ↔ SiO ₂ (alta cristobalita)	66,7	1726	congruente

Na Tabela 3.5, apresenta-se os pontos mais relevantes do diagrama Si – O, desde temperaturas próximas a ambiente até a fusão do Si.

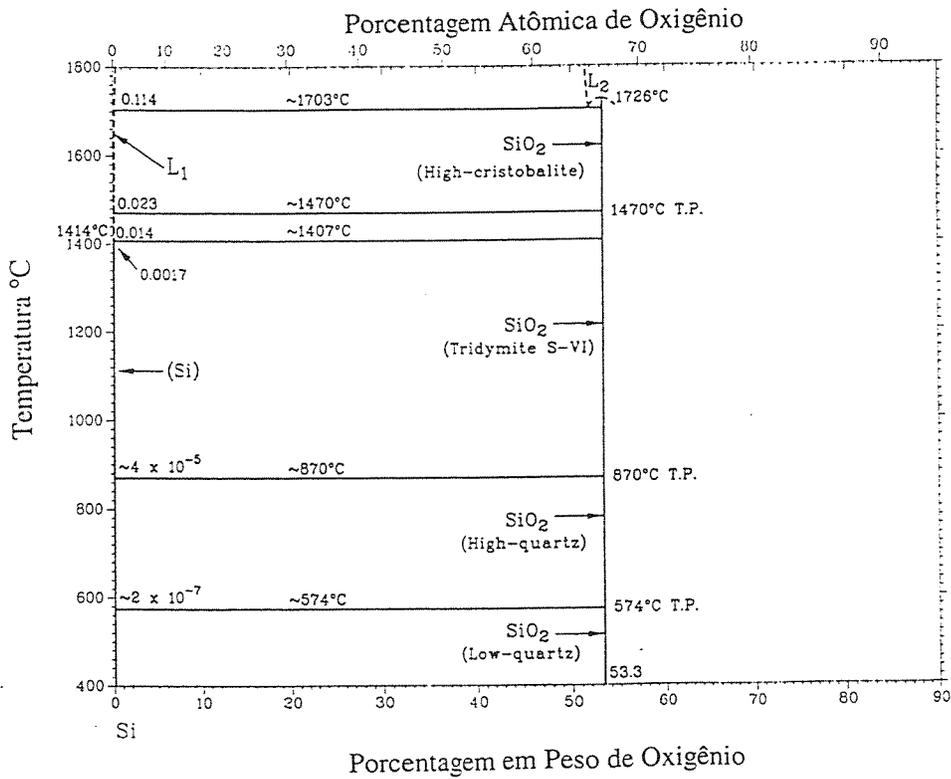
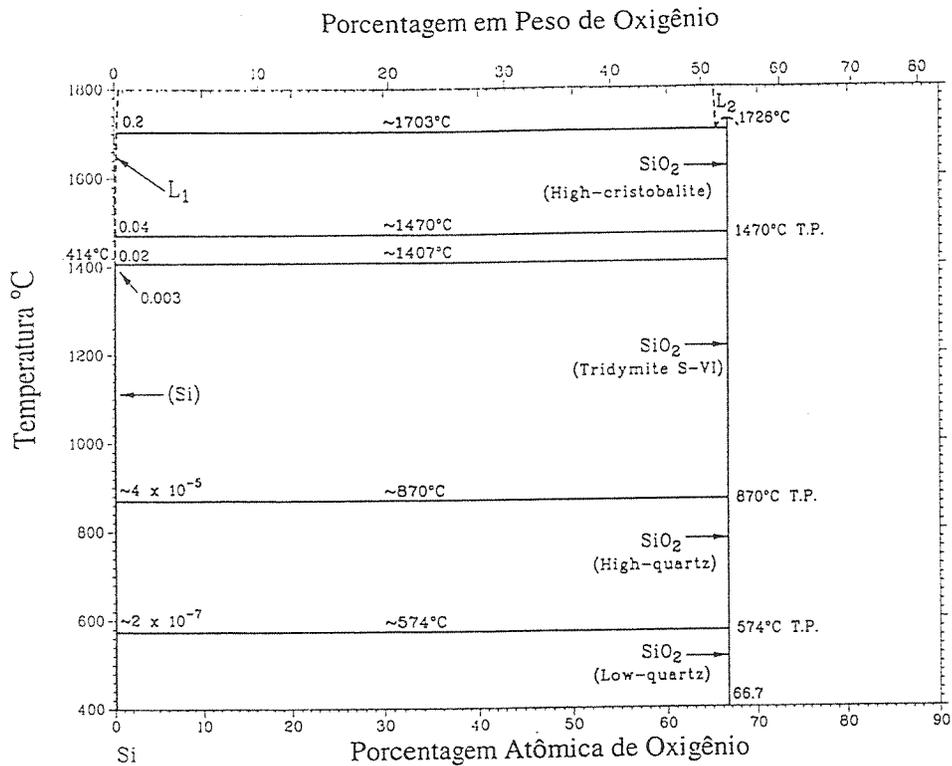


Figura 3.3 Diagramas de fase Si – O, a) % em peso de O e b) % atômica de O [77].

Abaixo de 270 °C, alta cristobalita metaestável inverte para baixa cristobalita metaestável. Esta histerese ocorre sempre com cristobalita de alta pureza e é sensível à história térmica da amostra. Entretanto, este processo de inversão é por si mesmo muito rápido. Algumas temperaturas de inversão no aquecimento e resfriamento foram listadas [80], de modo que os valores abaixo de 200 °C no resfriamento e os acima de 280 °C no aquecimento formam reportados. Esta variação está provavelmente relacionada ao desvio do empilhamento ideal das camadas de Si₄ tetraedral na alta cristobalita. Até o momento, não há uma explicação precisa sobre a histerese, mas ela pode estar relacionada com as tensões locais [81].

Neste tópico foram tratados somente alguns aspectos do diagrama Si – O, particularmente nas temperaturas de importância para este trabalho. Apesar disso, inúmeras outras reações ocorrem em temperaturas elevadas a partir de várias transformações alotrópicas da SiO₂, resultando em outras fases, como pode ser visto na Figura 3.3.

CAPÍTULO 4

Tratamento Estatístico dos Dados

4.1 – Introdução

Sempre que se mede um parâmetro físico numa série de ensaios realizados em condições semelhantes, é totalmente previsível que ocorra um espalhamento estatístico dos dados. Tomando como exemplo a realização dos ensaios de flexão em quatro pontos, onde se pode avaliar a resistência mecânica das juntas, deve-se considerar dois aspectos principais como fonte de erro na análise desse espalhamento. O primeiro trata da existência de erros no método de ensaio como a leitura da carga, temperatura ou tolerância nas dimensões das amostras, que são fontes constantes de espalhamento dos resultados. O segundo aspecto diz respeito sobre a reprodutibilidade do ensaio, que reflete uma variabilidade inerente do material em relação à propriedade medida.

Na avaliação da resistência mecânica de materiais cerâmicos, espalhamentos típicos de 25 % do valor médio obtido são comumente encontrados e em geral são muito mais significativos que os erros experimentais. Nesse caso específico, obviamente a maior causa do espalhamento é a baixa tenacidade à fratura das cerâmicas, uma fonte de erro intrínseca, causando extrema dependência do comportamento mecânico com a presença de defeitos críticos aleatoriamente distribuídos no volume das amostras e que atuam como concentradores de tensão.

4.2 - Estatística de Weibull

Para materiais que apresentam grande espalhamento nos valores da resistência mecânica (com baixa tenacidade à fratura), o uso da estatística de Weibull é mais recomendado que os parâmetros estatísticos convencionais, como distribuição normal e desvio padrão para a interpretação dos resultados. Por ser baseada na teoria do elo mais fraco, a estatística ou distribuição cumulativa de Weibull, é uma medida do grau de confiabilidade do material quanto à propriedade medida.

Uma descrição simples desta ferramenta estatística será apresentada a seguir [82].

Partindo-se do modelo do elo mais fraco, é proposto que sob um nível de tensão σ , a probabilidade de sobrevivência $P_s(V)$ de um volume V do material, o qual é X vezes maior que um volume de referência V_0 (que apresenta uma probabilidade de sobrevivência $P_s(V_0)$) é dada por:

$$P_s(V) = P_s(V_0)^X \quad (4.1)$$

O risco de ruptura P_R é então definido como:

$$P_R = - \ln P_s(V) = - X \ln P_s(V_0) \quad (4.2)$$

Derivando a relação (4.2) para um volume infinitesimal, tem-se que a probabilidade de ruptura para um volume infinitesimal dV é:

$$dP_R = - f(\sigma)dV \quad (4.3),$$

já que $\ln P_s(V_0)$ depende apenas da tensão aplicada, Weibull postulou que:

$$P_R = (\sigma - \sigma_u / \sigma_0)^m \quad (4.4),$$

onde σ_u , σ_0 e m representam constantes do material; σ_u é a tensão abaixo qual o risco de ruptura é nulo, ou máxima tensão na qual a probabilidade de sobrevivência é 100%, σ_0 é um parâmetro normalizador e m é o parâmetro de forma da distribuição ou o módulo de Weibull, uma medida direta do grau de espalhamento na resistência (maior m indica menor espalhamento). Substituindo-se a equação (4.2) em (4.4), tem-se:

$$P_s(V) = \exp[-V(\sigma - \sigma_u / \sigma_0)^m] \quad (4.5).$$

A forma mais apropriada para representação gráfica da equação (4.5) é dada tomando-se duas vezes o logaritmo, resultando em:

$$\ln \ln(1/P_s) = \ln V + m \ln((\sigma - \sigma_u) - \ln \sigma_0) \quad (4.6).$$

A equação (4.6) representa a relação linear entre $\ln \ln(1/P_s)$ e $\ln \sigma$, com inclinação m .

Tomando-se $\sigma_u = 0$ (geralmente recomendado para materiais frágeis) e fazendo uso de regressão linear nos dados medidos, o módulo de Weibull m pode ser obtido plotando-se o segundo logaritmo do inverso da probabilidade de sobrevivência ($1/P_s$) versus o logaritmo da tensão de fratura. Os valores de P_s são obtidos colocando-se o conjunto de N amostras idênticas, com diferentes valores de resistência a fratura σ em ordem crescente. A probabilidade de sobrevivência P_{sj} da j -ésima amostra é então dada, para um ordenador de grau médio, pela relação:

$$P_{sj} = 1 - (j / N + 1) \quad (4.7).$$

4.3 - Procedimento de Chauvenet

Este procedimento é utilizado para a avaliação se os resultados de uma ou mais réplicas são questionáveis, sendo utilizado para rejeitar ou não estes resultados na análise da amostra [83].

Este método recomenda que um certo dado deve ser rejeitado se a possibilidade de obter-se o desvio padrão relativo a este dado for menor que $1/2n$, onde n é o número de réplicas utilizado. O critério consiste no cálculo da razão de desvio padrão DR para cada componente y_i da amostra, onde:

$$DR = y_i - \bar{y} / S , \quad (4.8),$$

onde: y_i é a i -ésima réplica,
 \bar{y} é a média,
 S o desvio padrão.

Posteriormente, DR é comparado com uma razão padrão DR_0 , em função de n .

O teste de hipóteses será:

Se $DR > DR_0$, o componente y_i será rejeitado.

Se $DR \leq DR_0$, o componente y_i será mantido.

Quando um componente y_i for rejeitado, ele é removido da seqüência e os valores de \bar{y} e S^2 são recalculados, somente uma única vez.

CAPITULO 5

MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 – Introdução

Nesse Capítulo descreve-se os materiais e as técnicas utilizadas para a caracterização, as análises e os ensaios das matérias primas, que foram utilizadas para a preparação e produção das junções metal/cerâmica através da técnica de soldagem por difusão.

Paralelamente, foram planejadas e definidas as condições experimentais, seguida pela fabricação de corpos de prova, caracterização mecânica das junções, análise estatística dos dados e análise microestrutural das interfaces metal/cerâmica.

5.2 - Materiais Utilizados

No Capítulo 4, foi feita uma introdução sobre o alumínio e suas ligas, particularmente sobre a liga AlSi12, onde se apresentou suas principais características de fabricação, propriedades físicas e mecânicas; também para os materiais cerâmicos utilizou-se o mesmo procedimento, tratou-se de suas principais propriedades gerais, particularizando para a alumina. Neste tópico,

serão abordados os procedimentos e os equipamentos utilizados no processamento das matérias primas e para a fabricação dos corpos de prova.

5.2.1 – Os corpos de prova cerâmicos

Análise da Matéria Prima Cerâmica

O primeiro material a ser trabalhado, foi a cerâmica em alta alumina obtida no mercado nacional junto a empresa Carbus S/A. O material especificado foi a alumina sinterizada, com 99 % de Al_2O_3 , e para efeito de verificação, realizou-se uma análise química por microscopia eletrônica de varredura (MEV - JEOL Modelo JSM 5900 LV. do LME¹) utilizando a técnica de microsonda eletrônica (EDX - NORAN INSTRUMENTS, modelo 695A – ISPS, com resolução de 138 meV. Os resultados desta análise são apresentados e discutidos no próximo capítulo. Uma outra análise realizada na cerâmica foi uma análise térmica diferencial (ATD) onde se procurou verificar se algum elemento adicional poderia estar provocando alguma alteração de fase no material.

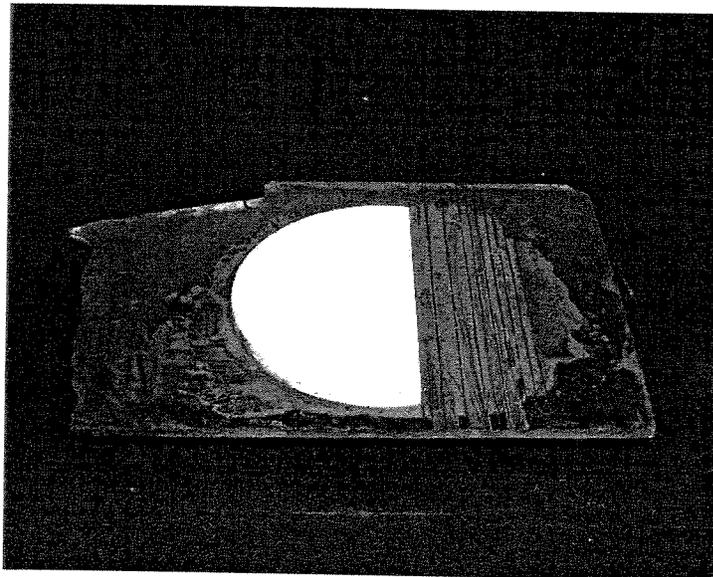


Figura 5.1 – Disco cerâmico original, cortado, utilizado para retirada dos corpos de prova para ensaios de soldagem por difusão.

¹LME _ Laboratório de Microscopia Eletrônica do LNLS/ABTLuS.

Os corpos de prova cerâmicos foram retirados a partir de um disco com diâmetro de 1650 mm por 10 mm de espessura, retificada no fabricante com rugosidade original certificado de $0,77 \mu\text{m R}_A$. O disco cerâmico, como mostrado na Figura 5.1, não apresentava as dimensões adequadas para a retirada dos corpos de prova (19 x 15 x 7 mm), assim foi providenciado o corte do material, utilizando-se um equipamento que possibilita o corte e posterior retífica das superfícies.

A fim de introduzir um mínimo de defeitos no material cerâmico e não danificar as juntas soldadas, utilizou-se uma serra de precisão Meyer Burger, modelo TS 121, CNC, de quatro eixos, com velocidade de corte e avanço programáveis, como pode ser visto na Figura 5.2. Para o corte,



Figura 5.2 – Serra de precisão Meyer Burger TS121.

o disco cerâmico é fixado num substrato de vidro por meio de cimento especial de alta aderência e resistência ao cisalhamento, mantendo todo o conjunto rígido e estático durante o processo de corte e retifica dos corpos de prova. Também na Figura 5.1. está ilustrado parte do disco cerâmico utilizado no corte, colado ao substrato. Após o corte, os corpos de prova são retirados do suporte através de aquecimento com soprador térmico.

Medidas Dimensionais

As dimensões finais dos corpos de prova, após corte e retifica das faces, foram obtidas utilizando-se um micrômetro milesimal MITUTOYO, além de altímetro digital MITUTOYO. As dimensões finais estão de acordo com a especificação da literatura [84], para o procedimento de ensaios de flexão em 4 pontos.

Numa primeira etapa de produção dos corpos de prova cerâmicos, estes foram cortados e

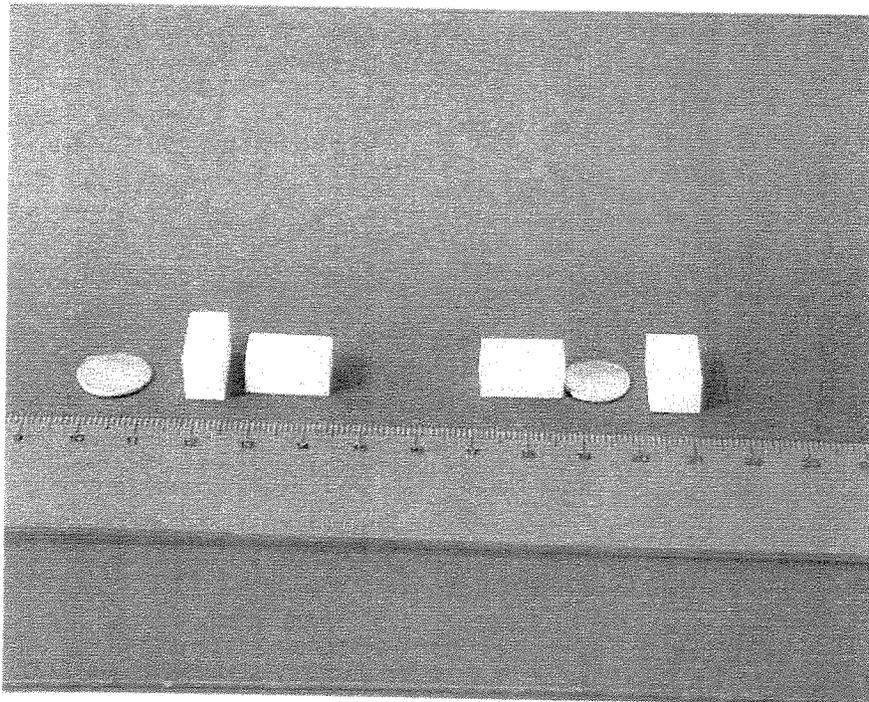


Figura 5.3 – Corpos de prova cerâmicos e intercâmara metálica anterior à solda

retificados nas dimensões 7 x 9 x 15 mm. Estas peças são montadas aos pares, separadas por uma peça de AlSi12, que promoverá a união das cerâmicas por difusão. Na Figura 5.3 são mostrados os corpos de prova cerâmicos com a intercamada, metálica em separado, na situação anterior à montagem no dispositivo de soldagem. Após a soldagem, esses conjuntos são cortados no sentido longitudinal e se obtém 4 corpos de prova de dimensões 3 x 4 x 30 mm para os ensaios de flexão em 4 pontos.

Medidas de Rugosidade

A verificação da rugosidade das faces utilizáveis para a soldagem, foi realizada através de um rugosímetro digital MITUTOYO, modelo Surftest 211. Utilizou-se como escala de referência, medidas na escala R_A . As amostras foram coletadas aleatoriamente em dois lotes, sendo o primeiro composto por peças cortadas e com a rugosidade original e o segundo lote, foi medida a face retificada que faz contato com o metal de ligação. Os valores obtidos após a operação de retífica foram tabelados e a partir daí calculou-se a média e o desvio padrão das medidas. Os resultados também são apresentados e discutidos na forma de gráficos, no Capítulo 6 - Resultados e Discussão.

Limpeza do Material Cerâmico

Após o corte e medidas dimensionais, as amostras cerâmicas são submetidas a um processo de limpeza meticuloso visando a eliminação de corpos estranhos, resíduos de cola, elementos orgânicos e todo tipo de impurezas que possam contribuir para contaminar as superfícies que serão soldadas.

A primeira etapa do processo de limpeza inclui a lavagem do material com acetona por 15 minutos, utilizando-se em conjunto com um equipamento de ultra som. Sem contato manual, as amostras são secas e colocadas num forno mufla onde são aquecidas a 1200 °C por uma hora, garantindo total eliminação de material orgânico presente nas amostras.

Definido o processo de fabricação dos corpos prova cerâmicos, produziu-se um lote de 12 unidades para ensaio de flexão em quatro pontos, que teve como objetivos: verificar se as condições de fabricação poderiam apresentar problemas durante a execução dos corpos de prova para os ensaios de soldagem; fazer uma verificação dos valores de resistência à flexão do material cerâmico original, servindo como elemento de comparação com os valores obtidos nos corpos de prova soldados.

5.2.2 - Os corpos de prova metálicos

Como já discutido previamente, escolheu-se a liga AlSi12 baseada em sua elevada resistência mecânica se comparada com o alumínio puro, ductilidade e facilidade de obtenção no mercado nas dimensões solicitadas e também devido ao coeficiente de expansão térmica um pouco menor que o do alumínio puro, contribuindo para minimizar os efeitos de tensões interfaciais.

A liga utilizada é a AlSi12, comercialmente pura, encontrada facilmente no mercado interno, na forma de varetas de diâmetro de 4,0 mm. Estas varetas são fabricadas por extrusão mecânica em diversos diâmetros até o máximo de 4,0 mm, sendo utilizadas em processos de soldagem devido a sua homogeneidade estrutural, baixo ponto de fusão e elevada fluidez.

A partir de uma vareta, foram cortadas amostras de 4,2 mm altura que serviram para análise química em microscópio eletrônico de varredura utilizando-se a técnica de EDX, no LME LNLS. O equipamento utilizado foi o microscópio JEOL modelo JSM 5900 LV. Para determinação precisa da temperatura de fusão do material, foram feitos ensaios utilizando a técnica de ATD com um equipamento NETZSCH modelo ATD 404 EP, realizado no Laboratório de Caracterização de Materiais LCAM - CCET – USF em Itatiba - SP.

Realizou-se também uma observação microestrutural por técnica metalográfica a fim de se identificar a distribuição das fases presentes, segregações, porosidades, inclusões e outras possíveis heterogeneidades na liga metálica que pudesse comprometer os resultados.

Para se tornar possível a utilização destas ligas de alumínio em metal de solda por difusão, procedeu-se operações de transformação mecânica. Esta transformação consistiu na deformação à frio das amostras, por prensagem, até que a espessura atingisse 1,2 mm de espessura equivalente a um diâmetro de 9,0 mm, suficiente para cobrir toda a área do corpo de prova original sem a divisão em quatro partes. Foram realizadas metalografias das amostras metálicas antes e após as deformações, seguido por ensaios de dureza Rockwell B e por tratamentos térmicos de recozimento para se verificar a estrutura e propriedades da liga de adição anterior às operações de solda por difusão.

Após a conformação, as peças são examinadas dimensionalmente, mede-se a rugosidade como descrito no item anterior e procede-se a uma limpeza simples com acetona. Anterior à montagem das peças no dispositivo, a liga de união é novamente limpa e decapada numa solução de HF 2,0 %, HNO₃ 25 % e H₂O 73 %, garantindo total limpeza. Na Figura 5.4 toda a escala de produção do metal de adição pode ser observada através de um fluxograma.

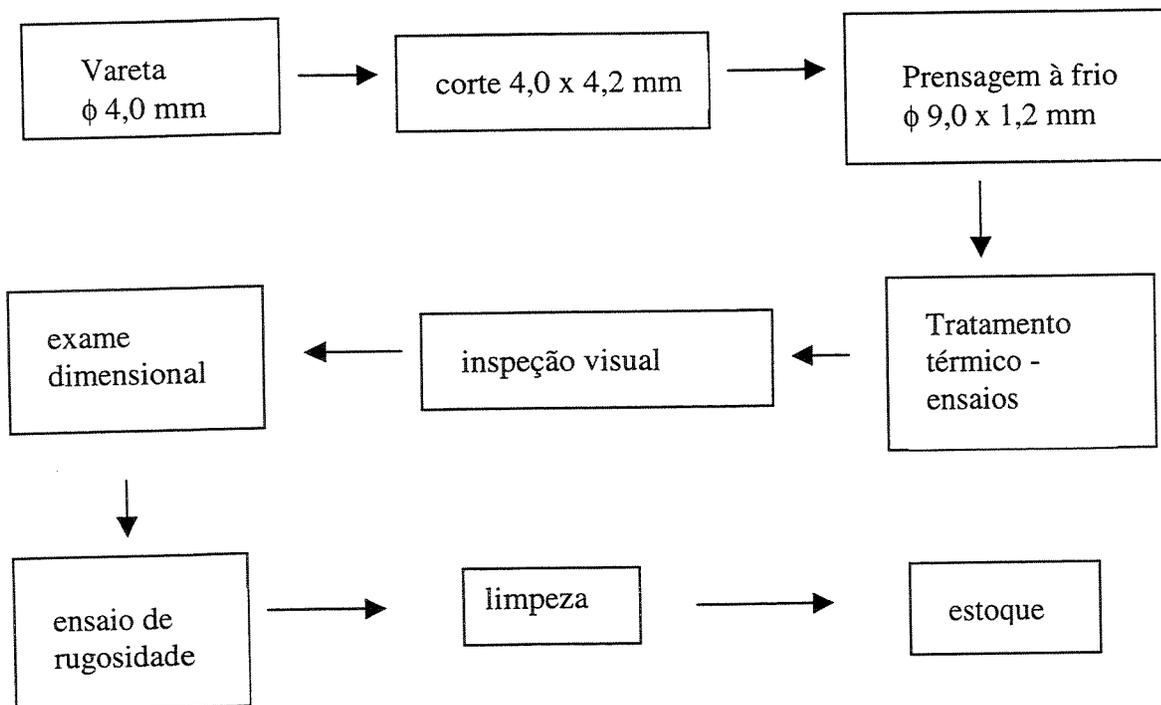


Figura 5.4 – Fluxograma da escala produtiva do metal de ligação.

5.3 - Fabricação dos Corpos de Prova

5.3.1 - Especificação das condições e quantidades de corpos de prova

As condições de projeto de componentes metal-cerâmica para aplicações em ultra alto vácuo, exigem que os componentes tenham resistência mecânica adequada para suportar os torques utilizados na montagem dos sistemas, resistam às variações de pressão atmosférica de um lado e no outro pressões negativas, estanqueidade sob vácuo melhor que 1×10^{-10} mbar.l/s e que sejam resistentes a ciclos de aquecimento e resfriamento que podem variar de 10 a 300 °C num período de 48 horas.

A fim de definir as condições experimentais foram realizados alguns ensaios preliminares, Lote I, no qual se variou a carga, temperatura e tempo aplicados nas amostras. Na Tabela 5.1 são apresentadas estas. Na coluna a direita está indicada as carga efetivas aplicadas nos corpos de prova durante a fabricação.

Tabela 5.1 - Condições experimentais iniciais, Lote I, para verificação dos parâmetros de soldagem por difusão.

Temperatura (°C)	Tempo (min)	Pressão no manômetro (kPa)	Carga Efetiva (N)
620	20	12	0
620	20	50	92
620	20	90	301
620	20	90	301
580	20	90	301
580	20	19	301

Analisando as informações obtidas do Lote I, as características térmicas da liga metálica e as condições operacionais, optou-se por definir as temperaturas de processo da seguinte maneira: 500 °C, onde toda a liga metálica se encontra na fase sólida, 550 °C início da fase líquida e 600 °

C próximo ao término da fase sólida, conforme pode ser acompanhado na Figura 3.1, Considerando outro importante fator para o processo de soldagem por difusão, o tempo no qual as superfícies se mantêm próximas na temperatura elevada, favorecendo a difusão atômica, estabeleceu-se três valores para esta variável, todos acima do utilizado no Lote I, ou seja: 30, 60 e 90 minutos, considerando que foram incluídas outras temperaturas mais baixas.

A terceira variável de estudo no processo é a carga aplicada, responsável por manter as superfícies intimamente próximas, de modo a contribuir para a diminuição da variação das irregularidades superficiais e contribuindo efetivamente para o processo de difusão. O nível de 12 kPa foi utilizado somente na primeira etapa de fabricação das junções, etapa responsável pela definição das melhores condições para obtenção das juntas. Esta carga foi descartada das etapas posteriores, pois o controle desta era bastante difícil e impreciso em função das condições experimentais como manter constante a pressão de ar da linha, aliada à baixa sensibilidade do manômetro. Com a calibração do cilindro pneumático, verificou-se que o nível da carga aplicada foi desprezível, sendo que somente o peso do dispositivo garantiu o assentamento das peças durante a soldagem disponível. Com estes resultados, decidiu-se para esta terceira variável, trabalhar com dois níveis de carregamento: 50 e 90 kPa, aplicadas para cada temperatura e para cada tempo. Na Tabela 5.2, são apresentadas as condições experimentais do Lote II, realizadas sobre os corpos de prova para a consolidação das junções, onde se observa a indicação da força efetivamente aplicada nas amostras.

5.4 – Equipamento para Soldagem por Difusão

A fim de estudar as características da resistência das juntas $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlSi12}$, várias etapas de trabalho foram executadas. Aliada às necessidades e facilidades existentes no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, construiu-se um forno à vácuo e os acessórios necessários a fabricação dos corpos de prova e realização dos ensaios mecânicos.

A consolidação entre os componentes cerâmicos e metálicos pelo processo de difusão no estado sólido, deve ser realizada num equipamento adequado, capaz de garantir o aquecimento controlado nas amostras, sob a aplicação de uma carga bem definida e constante, numa atmosfera adequada de vácuo, capaz de garantir que não ocorra a oxidação do componente metálico. Para

este fim, foi projetado e construído um forno à vácuo, com um cilindro pneumático acoplado, adequado para a aplicação de carga na amostra em alta temperatura, garantindo que as superfícies dos componentes a serem unidos se mantenham em contato durante todo o processo.

O tipo de construção empregada nos fornos a vácuo usados no LNLS é conhecida por forno de parede quente. Neste modelo, uma câmara de vácuo é envolvida por um meio de aquecimento, normalmente resistências elétricas, que por sua vez, é coberto com manta cerâmica isolante. Isso conduz a duas grandes desvantagens. A primeira é a baixa eficiência térmica, já que a massa a ser aquecida é muito grande. Outra desvantagem é a limitação da temperatura de trabalho imposta pela resistência mecânica da câmara. Com o aumento da temperatura da câmara, sua resistência mecânica diminui e não mais suporta os esforços resultantes da diferença das pressões interna e externa. O tipo de falha que ocorre nesses casos é o colapso da câmara. O que é apreciável nesses fornos é sua simplicidade, que os torna baratos e de fácil construção.

O modelo de forno proposto é o de parede fria, empregado principalmente em fornos de grande porte (acima de 1000 L de capacidade). A idéia da parede fria é evitar as deficiências apresentadas anteriormente para o forno de parede quente. Essa característica é conseguida colocando o meio de aquecimento no interior da câmara de vácuo. Assim, o calor é transferido diretamente para a carga. O isolamento fica entre a parede e o aquecimento, reduzindo muito a temperatura na câmara.

A Figura 5.5 mostra as distribuições de temperatura nos fornos de parede fria e parede quente. É possível ainda equipar o forno de parede fria com uma camisa de refrigeração, tornando a temperatura externa muito próxima da ambiente. No entanto, materiais para resistências e isolamento devem ter pressão de vapor e contaminação baixos para que possam ser colocados dentro da câmara de vácuo. Esse tipo de forno é normalmente escolhido quando se tem necessidades especiais que justifiquem a complexidade e o custo de sua construção.

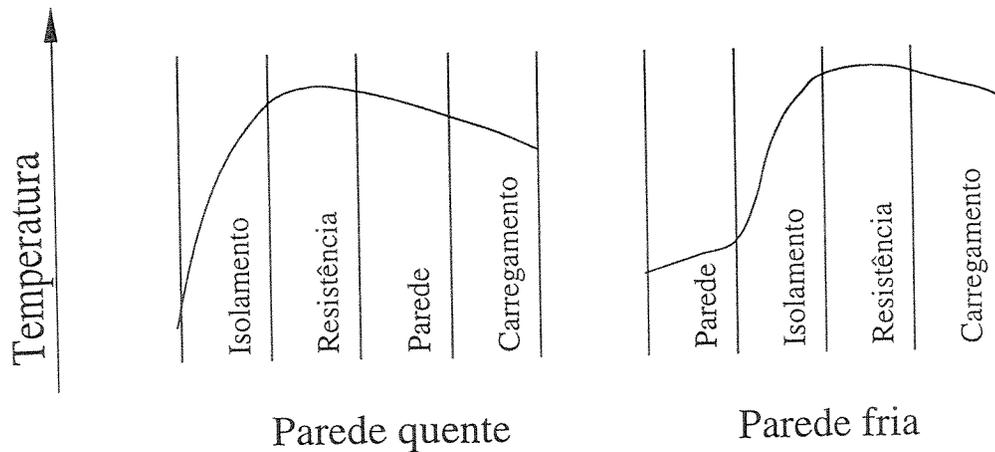


Figura 5.5 - Distribuição de temperatura nos fornos de parede quente e parede fria.

Na Figura 5.6 é apresentada uma fotografia do equipamento construído e utilizado para a realização das soldagens. O equipamento consiste de uma série de componentes essenciais como: a câmara de vácuo, onde são efetivadas as junções; sistema de aquecimento; sistema de refrigeração, sistema aplicação de carga e sistema de potência e controle.

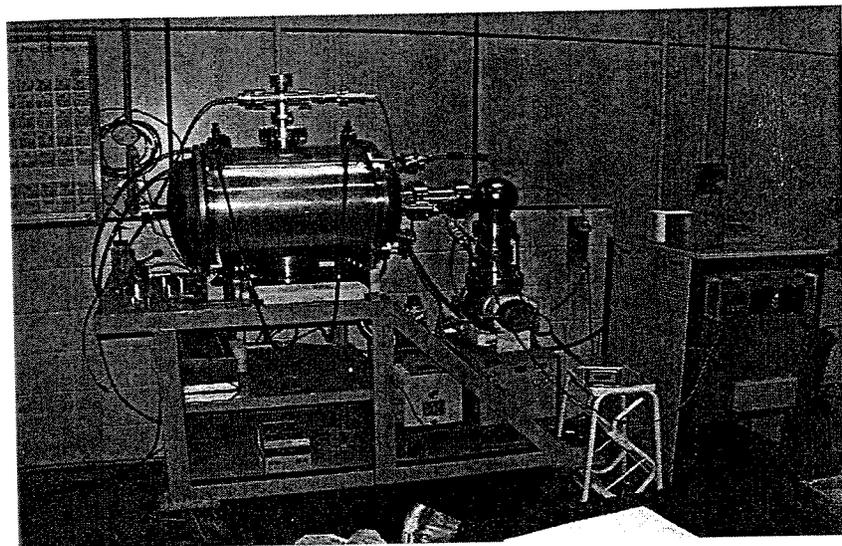


Figura 5.6 – Forno a vácuo para solda por difusão do LNLS.

5.5 – A Execução dos Ensaios de Soldagem

Definidos os parâmetros de soldagem, os materiais e os processos, deu-se início à fabricação dos corpos de prova soldados

Tabela 5.2 - Condições experimentais previstas para os ensaios de soldagem por difusão entre componentes de alumina e AlSi12.

Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Força (N)
500	30	92
		301
	60	92
		301
	90	92
		301
550	30	92
		301
	60	92
		301
	90	92
		301
600	30	92
		301
	60	92
		301
	90	92
		301

Tendo sido os materiais previamente cortados, limpos e secos, eles são montados num dispositivo adequado, que pode ser visto na Figura 5.7, de modo que coloca uma peça cerâmica de 9,0 x 7,0 x 18,0 mm um disco da liga de alumínio e outra peça cerâmica. Repete-se a montagem de um segundo conjunto sobre o primeiro.

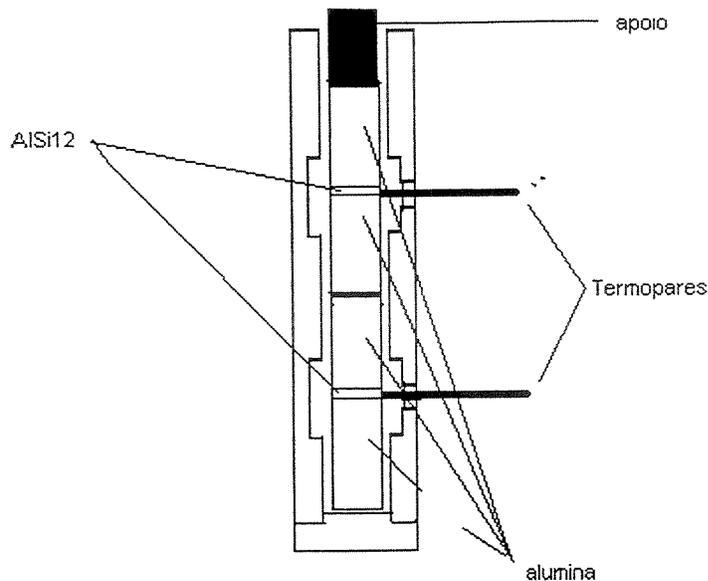


Figura 5.7 – Dispositivo para alinhamento e suporte dos corpos de prova para soldagem.

O dispositivo da Figura 5.7, apresenta duas laterais fechadas para que se possa alinhar os corpos de prova cerâmicos, e um rebaixo na altura do elemento metálico, para que o metal excedente durante a compressão em alta temperatura possa sair sem provocar o travamento do dispositivo. Uma das laterais apresenta dois furos passantes, na altura dos elementos metálicos, para o alojamento dos termopares de medida de temperatura nas amostras.

Uma vez montados os corpos de prova no dispositivo, este é colocado na câmara do forno, os termopares são conectados e a pré carga é aplicada no conjunto somente após a certificação de que o conjunto esteja totalmente alinhado; a câmara é fechada e os sistemas de vácuo e refrigeração são ligados.

Quando a pressão na câmara atinge 5×10^{-5} mbar, tem início o programa de aquecimento: a subida é feita a uma taxa de $5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ até a temperatura do ensaio; a temperatura é mantida pelo tempo pré-determinado e a seguir tem início o processo de resfriamento, sempre a taxa de $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$. até a temperatura ambiente.

Convencionou-se que a carga efetiva seria aplicada nos corpos de prova quando a temperatura de ensaio fosse atingida e perdurasse até o resfriamento das amostras a temperatura ambiente.

Concluída a fase da consolidação da junção, as peças são retiradas do dispositivo, inspecionadas visualmente e encaminhadas para o corte, onde a peça obtida medindo em torno de $9,0 \times 7,0 \times 36,0$ mm foi cortada no padrão do ensaio de flexão em 4 pontos, ou seja, $4,0 \times 3,0 \times 36,0$ mm. Os detalhes do equipamento de corte foram descritos anteriormente.

5.6 – Os Ensaio Mecânicos

Tendo realizado a união entre os componentes cerâmicos, utilizando um metal de adição metálico – AlSi12, através de soldagem por difusão, é necessário a avaliação mecânica das junções, obtidas por diferentes combinações de temperatura, tempo e pressão. Como descrito anteriormente, decidiu-se pela caracterização mecânica das junções através do ensaio de flexão em quatro pontos.

Os corpos de prova foram produzidos conforme a norma JIS R 1601 [84] e a rugosidade foi trabalhada para se manter conforme informações da literatura.

Para a realização dos ensaios, foi projetado e construído um dispositivo, que pode ser visto na Figura 5.8, constituído de um parte inferior fixa (1), apoios inferiores fixos (6) e móveis (7) que permitem o apoio total do corpo de prova no dispositivo. Uma segunda parte, também com roletes fixos (2) é acoplada na travessa móvel da máquina de ensaios, possuindo também um movimento de translado lateral que contribui para um apoio adequado do equipamento na parte superior do corpo de prova.

No dispositivo de ensaios, o corpo de prova é assentado no alojamento regulável (13), de modo que seu deslocamento no plano horizontal fica totalmente restrito e se garante que a junção fique posicionada no centro do dispositivo. A seguir, faz-se descer a travessa móvel a velocidade constante até a ruptura do corpo de prova.

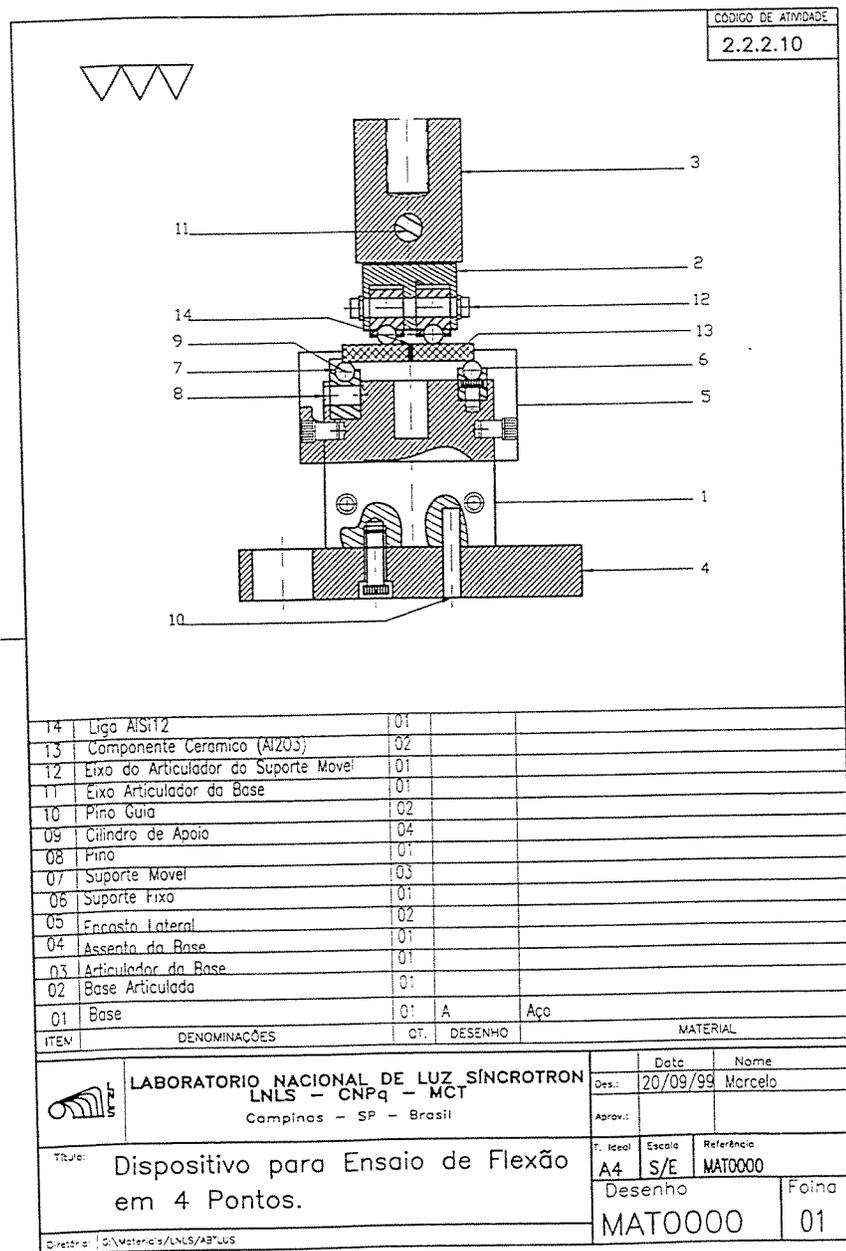


Figura 5.8 – Dispositivo para Ensaio de Flexão em 4 Pontos.

Os ensaios mecânicos realizados neste trabalho foram executados em duas etapas: a primeira consistiu do Lote I, formado por 12 corpos de prova cerâmicos monolíticos e que serviriam como parâmetro de comparação com os corpos de prova soldados; no Lote II, os corpos de prova ensaiados foram os soldados por difusão.

O equipamento utilizado para os ensaios foi uma máquina de ensaios universal MTS, modelo 810, com célula de carga de 100 kgf, do DEMA – FEM – UNICAMP. Na realização dos ensaios, utilizou-se velocidade da travessa de 0,5 mm/min.

5.7 - Microscopia óptica e eletrônica

Durante a realização dos ensaios mecânicos, após a fratura dos corpos de prova, pelo menos um corpo de prova de cada condição de operação foi observado por métodos de observação microscópica. Inicialmente, o modo de fratura foi observado, para cada corpo de prova e posteriormente levados ao microscópios ópticos e eletrônico para observação microestrutural.

A idéia foi tentar identificar e correlacionar os resultados dos ensaios mecânicos com a microestrutura do metal de solda e da interface obtidos nas diferentes condições de temperatura, tempo e carga.

Foram utilizados dois equipamentos, sendo o primeiro um microscópio Jeol modelo JXA – 840 A do DEMA FEM UNICAMP para o exame do lote inicial. O segundo equipamento foi o microscópio do LME, um JEOL Modelo JSM 5900 LV, tendo-se utilizado para as análises as técnicas de elétrons secundários, imagem de raios x e microanálise eletrônica (EDS).

Capítulo 6

RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 – Introdução

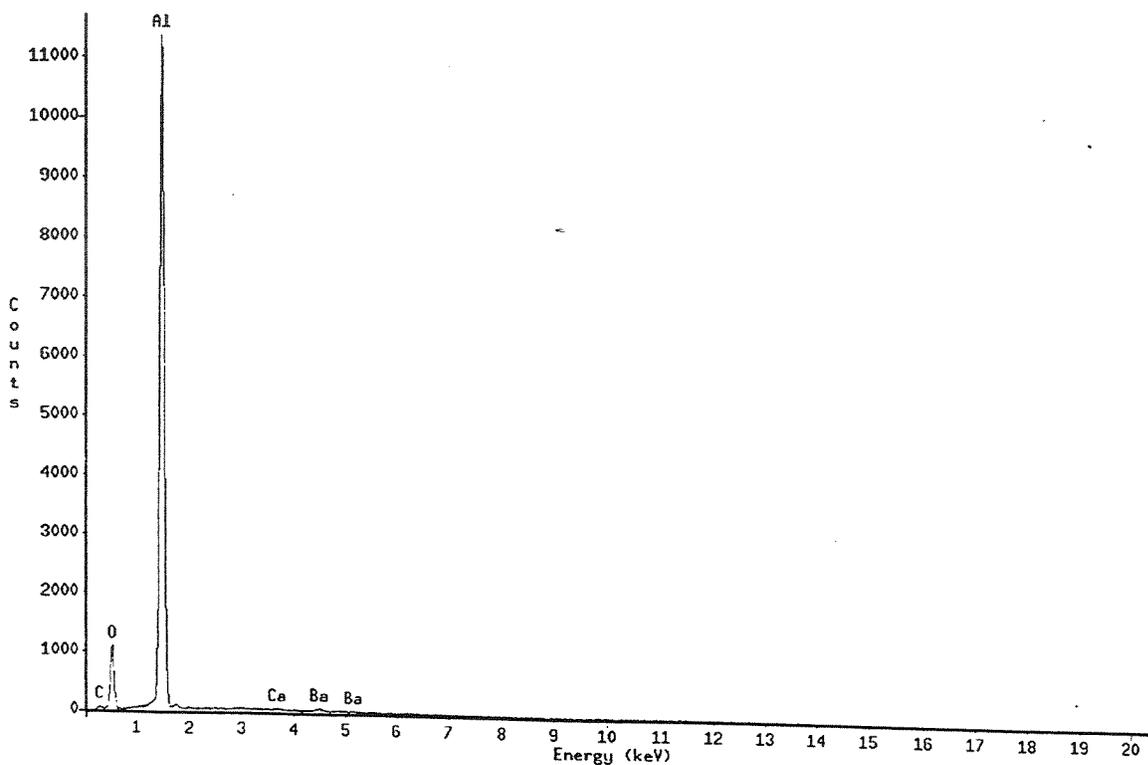
Neste Capítulo, são apresentados e discutidos os resultados obtidos de todos os ensaios realizados na parte experimental, envolvendo desde a análise das matérias primas, os ensaios mecânicos, a análise estatística destes resultados, a análise microestrutural e suas correlações com os ensaios mecânicos.

6.2 – Microanálise

Os materiais utilizados neste trabalho são materiais primas nacionais, de fácil obtenção no mercado e de utilização comum pelas indústrias. Apesar de terem qualidade certificada pelos fabricantes, foi realizada microanálise por microscopia eletrônica de varredura, como descrito anteriormente.

6.2.1 - Microanálise da Matéria Prima Cerâmica

A microanálise da alumina, realizada em quatro pontos diferentes, resultou na confirmação da composição do material. Na Figura 6.1, pode-se observar o resultado da análise pela microsonda eletrônica, com picos característicos para o alumínio e oxigênio. Nota-se também a presença de traços de írio (1980 keV) e enxofre (2310 keV), possivelmente adicionado como fundente e como contaminante, respectivamente.

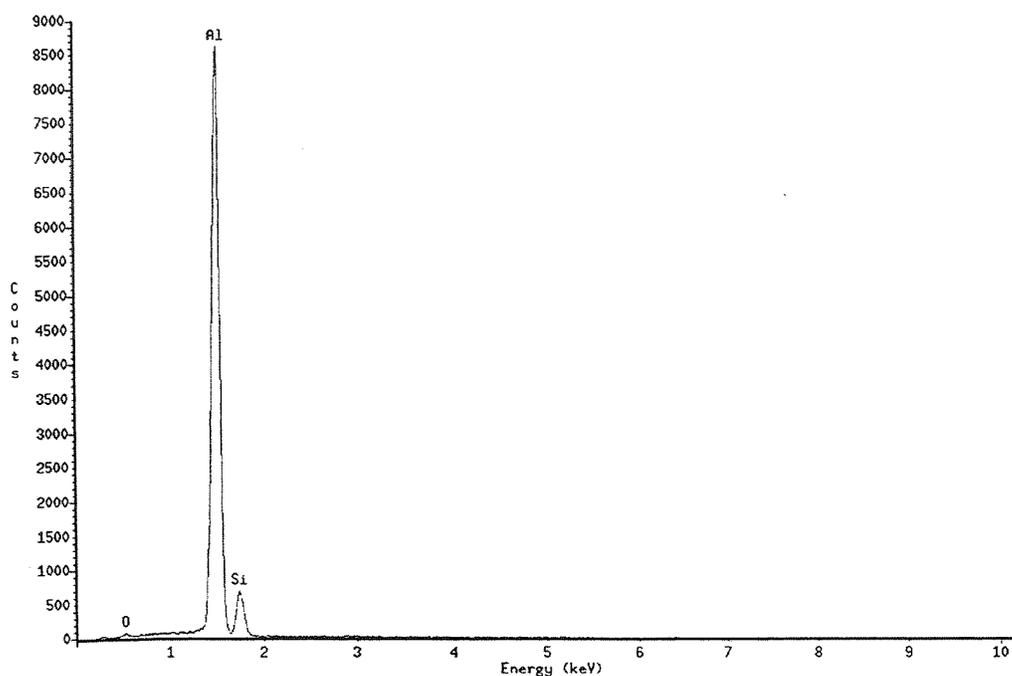


Column	: JEOL.Pioneer	Accelerating voltage	: 15
Take-off angle	: 40.4577	Magnification	: 1
Acquisition type	: eds	Charge	: 100
Creation time	: 2001/02/09 12:00	Beam current	: 1
Livetime	: 100	Beam spot size	: 0
Deadtime	: 37.535	Beam location	: 0.0
Channels	: 2048	Working distance	: 15
Channel width	: 10	Stage X	: 0
Detector type	: Silicon/Lithium	Stage Y	: 0
Window type	: norver	Stage Z	: 0
Window thickness	: 0.3	Stage tilt	: 0
Coating material	: Al	Stage rotation	: 0
Coating thickness	: 0.04	Contamination material	: none
Contact material	: Au	Contamination thickness	: 0
Contact thickness	: 0.02		
Crystal thickness	: 3		

Figura 6.1 – Resultado da microanálise da alumina, utilizada como matéria prima cerâmica para os corpos de prova para ensaios de soldagem.

6.2.2 - Microanálise da Liga AlSi12

Para liga metálica AlSi12, também foi realizada análise da composição química, utilizando microsonda eletrônica. Na Figura 6.2, são apresentados os resultados destas análises, tendo-se também a comprovação da qualidade do material. As porcentagem em peso obtidos para os componentes da liga estão dentro do estabelecido pela literatura [2, 87], definidos para a aplicação deste material. Os demais elementos presentes também estão dentro da faixa considerada normal para os residuais.



Column	: JEOL_Pioneer	Accelerating voltage	: 15
Take-off angle	: 40.4577	Magnification	: 1600
Acquisition type	: eds	Charge	: 100
Creation time	: 99/02/10 11:11	Beam current	: 1
Livetime	: 100	Beam spot size	: 0
Deadtime	: 26.439	Beam location	: 0.0564103.0.222222
Channels	: 1024	Working distance	: 15
Channel width	: 10	Stage X	: 0
Detector type	: Silicon/Lithium	Stage Y	: 0
Window type	: norvar	Stage Z	: 0
Window thickness	: 0.3	Stage tilt	: 0
Coating material	: Al	Stage rotation	: 0
Coating thickness	: 0.04	Contamination material	: none
Contact material	: Au	Contamination thickness	: 0
Contact thickness	: 0.02		
Crystal thickness	: 3		

File name :

Notes:

Figura 6.2 – Análise química da liga metálica AlSi12 utilizada como matéria prima nos corpos de prova de soldagem.

6.3 – Análise Térmica Diferencial (ATD)

A fim de verificar se ocorrem transformações de fases ou transformações alotrópicas nas matérias primas, realizou-se esta análise em amostras dos materiais e os resultados estão apresentados na Figura 6.3. Observa-se que para a alumina, estudada dentro da faixa de temperatura de 50 a 800 °C, não foi registrada nenhuma alteração na curva, sinal da ausência de qualquer transformação para este material. Verificando a curva para a liga metálica, na mesma faixa de temperatura, registrou-se que a 577,1 °C teve início uma transformação, cujo pico se deu a 591,4 °C e término aconteceu a 607 °C. Estes dados se referem a mudança de estado da liga, diferindo em aproximadamente 14 °C da temperatura eutética informada na literatura (577 ± 1 °C), conforme o diagrama apresentado na Figura 3.1. esta diferença pode estar associada a variação n % de Si da amostra, mas acredita-se que não trará outras conseqüências no processo de soldagem metal-cerâmica.

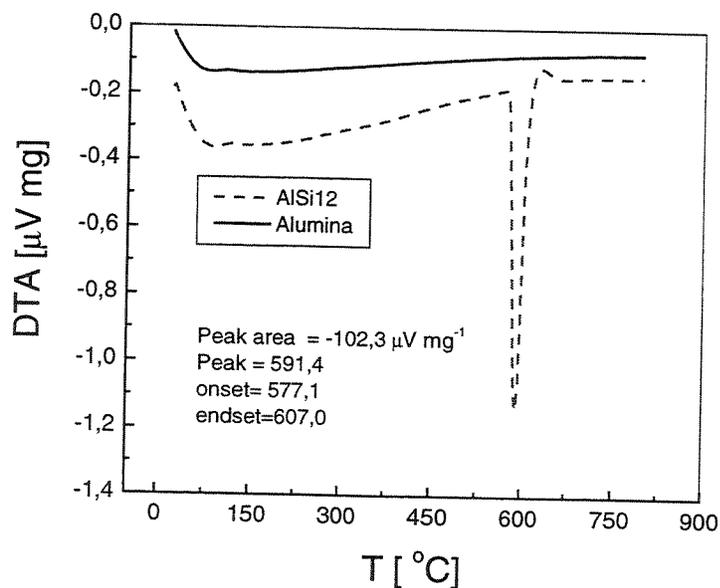


Figura 6.3 – Resultado da Análise ATD da Liga AlSi12 e da alumina .

6.4 – Microestrutura das Matérias Primas

Na Figura 6.4, é apresentada uma fotografia, obtida por MEV, da microestrutura da alumina utilizada na fabricação dos corpos de prova cerâmicos. Observa-se inicialmente que a estrutura é homogênea, não apresentando trincas ou outros defeitos maiores, a não ser alguns poros entre grãos que são inerentes aos materiais cerâmicos, e que segundo o fabricante, não comprometem o desempenho do material, como pode ser comprovado pelos valores dos ensaios mecânicos. Os grãos se mostram regulares e sem fraturas visíveis; também não se constatou a presença de agentes contaminantes na microestrutura. Dessas observações, pressupõe-se que a matéria prima cerâmica seja de boa qualidade.

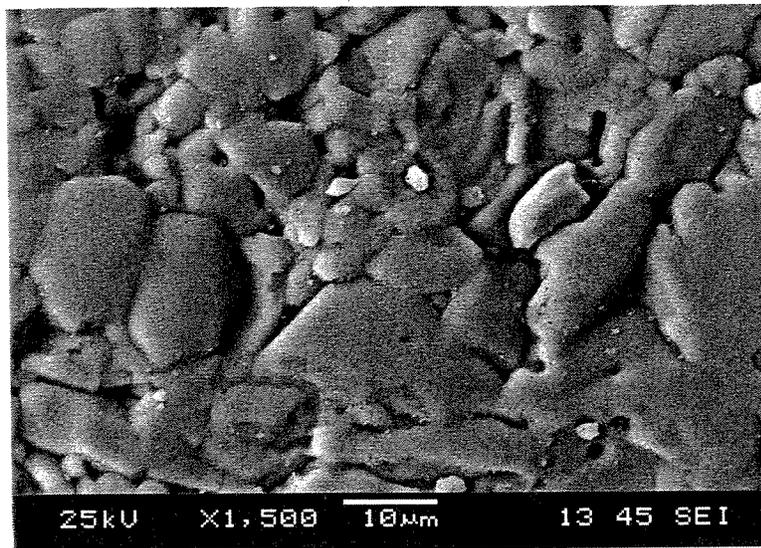


Figura 6.4 – Microestrutura do material cerâmico (Al₂O₃) obtido por microscopia eletrônica de varredura.

A análise microestrutural realizada nas amostras da liga metálica pode ser observada na Figura 6.5. onde se tem a microestrutura da liga na condição “como recebida”, sem a realização de nenhuma operação, notando-se a presença da fase solução sólida de Si em Al (fase clara) e a presença do eutético AlSi, sendo visto como os pontos cinza por toda a superfície. Nota-se a

presença de pequenos pontos negros, que sugerem ser uma pequena porosidade da amostra. Afora esse ponto, a amostra não apresentou maiores defeitos como segregação localizada, trincas ou vazios internos, indicando um material de boa qualidade.



Figura 6.5 – Microestrutura da liga AlSi12 na condição “como recebido”, 500 x , sem ataque químico.

Na Figura 6.6, pode-se observar a microestrutura de uma amostra metálica após o processo de conformação a frio, realizado para adequação dimensional. Observa-se a presença das fases: solução sólida e eutética, de modo mais nítido que no estado anterior sem deformação, além de estar também visível que houve um distanciamento entre as fase, não observado no caso sem deformação. Observa-se ainda extensas regiões com amplo predomínio da solução sólida , indicando claramente diferenças estruturais, provocadas, possivelmente pelo processo de conformação, uma vez que este fenômeno não foi observado na amostra anterior. Nesta análise, não foi constatada a presença de trincas ou da porosidade, possivelmente eliminada durante o processo de deformação. O embaçado visto na região direita e superior da foto é o resultado do processo de lixamento e polimento da amostra, que devido à baixa dureza da liga, fica mais visível em grandes aumentos em microscópios óticos.

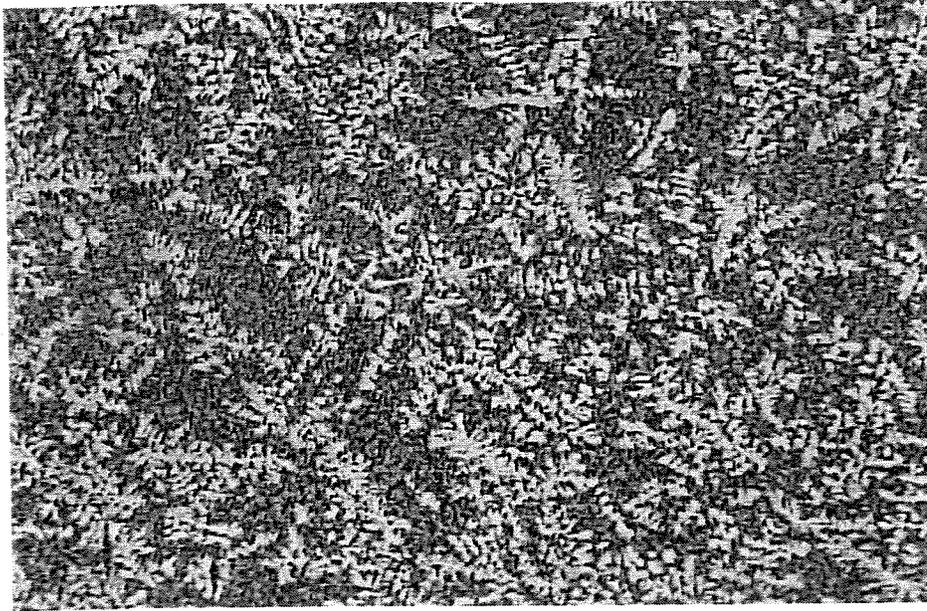


Figura 6.6 – Microestrutura da liga AlSi12, deformada plasticamente, 500X, sem ataque químico.

Na Figura 6.7, está apresentada a microestrutura da amostra metálica após o tratamento térmico, realizado a 400 °C por 2 horas, que teve como objetivo promover a homogeneização microestrutural da liga metálica, numa tentativa de se evitar a continuidade da heterogeneidade

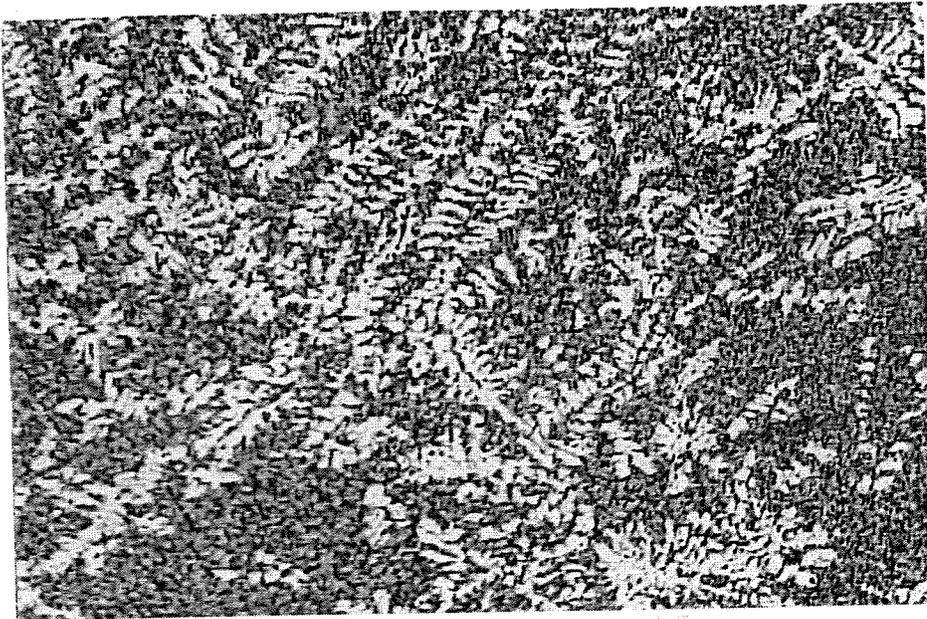


Figura 6.7 – Microestrutura da amostra de AlSi12, após tratamento térmico, 500X, sem ataque químico.

microestrutural, a qual poderia provocar algum efeito localizado na resistência mecânica das juntas. Comparando essa microestrutura com a da amostra deformada, verifica-se que ocorreu uma homogeneização microestrutural, notando-se que se não houve total eliminação do fenômeno, ele foi intensamente reduzido, de modo que as fases estão distribuídas equilibradamente, semelhante a encontrada na amostra “como recebida” da Figura 6.5. Não foi constatada a presença de trincas ou poros nas peças inspecionadas após o tratamento térmico.

6.5 – Ensaios de Dureza

As amostras metálicas foram caracterizadas através de ensaios de dureza durante as etapas de fabricação, sendo que na Tabela 6.1, são apresentados os valores dos ensaios de dureza realizados na escala HR_F . Na etapa de caracterização foi utilizada uma amostra para cada situação de trabalho e pode-se verificar que após o trabalho mecânico, a amostra se apresentou razoavelmente encruada (HR_F 50,8), quando comparada com a condição original (HR_F 25,8). Após o recozimento, como esperado, a dureza caiu bastante (HR_F 23,8), indicativo que o material estava novamente na sua condição de elevada ductilidade, e adequado para absorver as tensões de origem térmica que se originam durante o processo de soldagem.

Tabela 6.1 – Resultados dos ensaios de dureza nas amostras AlSi12.

Condição	Valores de dureza HR_F (MPa)				Média (MPa)	Des.Pad. (MPa)
	300	230	230	270		
“como recebido”	300	230	230	270	258	34
Encruado	490	520	510	510	50,8	13
Recozido	230	210	270	240	238	25

Os resultados obtidos pela análise microestrutural das amostras de AlSi12, nas várias etapas de processo vão de encontro com os resultados obtidos nos ensaios de dureza, onde a

microestrutura encruada apresentou elevada dureza e após o recozimento, a estrutura se mostrou mais homogênea e a dureza voltou a níveis baixos, indicando o aumento da ductilidade do material. Estes dados obtidos estão compatíveis com as informações da literatura [2,87] para este tipo de liga de alumínio.

6.6 - Rugosidade Superficial

A rugosidade superficial é um das variáveis de influência no processo de soldagem por difusão, mas neste trabalho procurou-se mantê-la inalterada, e tomou-se como valor de referência dados da literatura [88,89].

Tabela 6.2 – Resultados das medidas de rugosidade, na escala R_A , para a matéria prima cerâmica.

Medidas	Valores (μm)
1	0,74
2	0,98
3	0,69
4	0,66
5	0,78
6	0,83
7	0,67
8	0,82
9	0,77
10	0,68
11	0,86
12	0,81
Média	0,77
Desvio padrão	0,09

6.6.1 - Rugosidade da matéria prima cerâmica.

Na Tabela 6.2, são apresentados os valores das medidas de rugosidade efetuadas no disco cerâmico original, na condição “ como recebido ” pelo fornecedor . Nota-se que a média é baixa ($0,77 \mu\text{m} R_A$) comparando-se com o valor sugerido pela literatura [11, 84] e o espalhamento dos valores é pequeno, característico de um processo industrial.

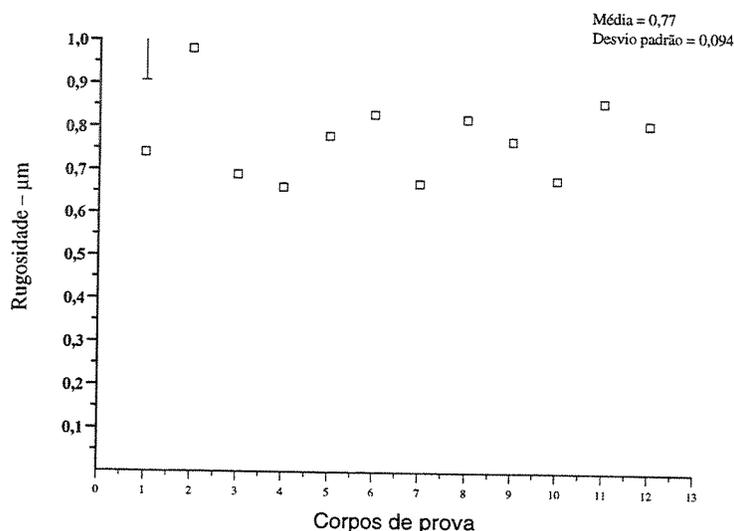


Figura 6.8 – Rugosidade da cerâmica original.

Os valores da rugosidade original podem ser observados de outro modo na Figura 6.8, onde se pode ter melhor visão da pequena amplitude da variação da rugosidade das amostras da cerâmica original.

Após o corte e retificação dos blocos cerâmicos, foi sorteada aleatoriamente uma amostra de 12 peças, que foram submetidas à verificação de rugosidade. A atenção foi dada às faces possíveis que estariam em contato com a liga metálica. Os resultados destas medições estão mostrados na Tabela 6.3. Nota-se que a rugosidade também é baixa, da mesma ordem da retificada originalmente,

mas há uma dispersão maior dos valores em relação às peças originais. Apesar desta constatação, acredita-se que esta pequena variação não irá interferir nos resultados da soldagem.

Tabela 6.3 – Resultados das medidas de rugosidade em uma amostra de blocos cerâmicos retificados (em μm , na escala R_A).

Amostra	Medida	Medida	Medida	Média	Desvio Padrão
1	0,91	0,96	0,56	0,81	0,22
2	0,46	0,9	0,48	0,61	0,25
3	0,97	1,09	1,07	1,04	0,07
4	0,38	0,58	1,17	0,71	0,42
5	1,16	1,00	1,08	1,08	0,09
6	0,65	0,60	1,08	0,78	0,27
7	0,71	0,51	0,74	0,65	0,13
8	0,51	0,49	1,84	0,95	0,77
9	1,00	0,89	1,04	0,98	0,08
10	0,95	0,86	0,5	0,77	0,24
11	0,75	0,82	0,89	0,82	0,07
12	1,02	1,09	1,12	1,08	0,05
	Média	0,86	Desvio Padrão		0,16

Na Figura 6.9 os dados da Tabela 6.3 são apresentados na forma gráfica, de modo a representar melhor a variação da rugosidade nas faces de soldagem após corte e retifica. Ao se comparar com a Figura 6.8, pode-se verificar claramente que a rugosidade final das peças cerâmicas apesar de serem da mesma ordem, apresentam uma dispersão maior.

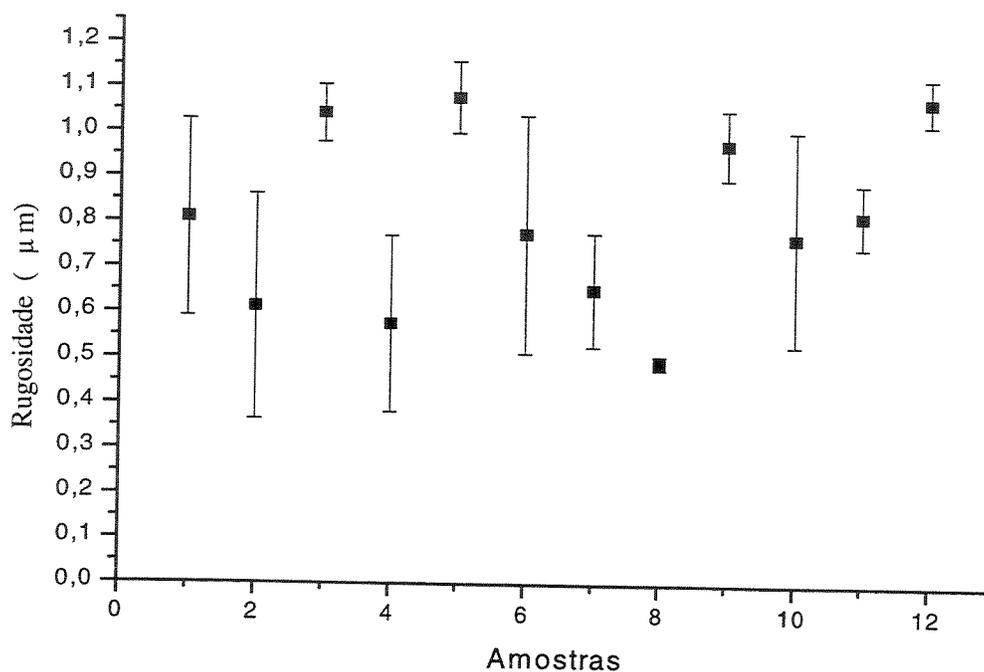


Figura 6.9 - Rugosidade da cerâmica após corte e retifica .

6.6.2 - Rugosidade da Liga AISi 12

As peças metálicas de AISi12 utilizadas como intercamadas, não foram polidas antes da operação de limpeza. O processo de conformação a que foram submetidas, promoveu uma diminuição da rugosidade superficial original das peças após o corte. Na Tabela 6.4, são apresentados os valores das medidas de rugosidade de peças metálicas, escolhidas aleatoriamente, após o corte e após a operação de conformação mecânica a frio. Pode-se observar pelo exame da média das medições e pelo desvio padrão que a rugosidade foi sensivelmente diminuída e que o desvio padrão é pequeno. Comparando-se estes valores com dados da literatura [11, 89], os valores estão da mesma ordem de grandeza. Na Figura 6.10, os resultados desta última Tabela são apresentados na forma gráfica.

Tabela 6.4 - Resultados da rugosidade (μm) da amostras de AlSi12 após trabalho mecânico.

Amostras	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio. Padrão
1	0,27	0,28	0,18	0,24	0,06
2	0,40	0,42	0,33	0,38	0,05
3	0,34	0,21	0,27	0,27	0,07
4	0,20	0,23	0,25	0,25	0,07
5	0,16	0,36	0,25	0,26	0,10
6	0,31	0,18	0,23	0,24	0,07
7	0,28	0,18	0,19	0,22	0,06
8	0,22	0,31	0,19	0,24	0,06
9	0,58	0,39	0,18	0,38	0,20
10	0,18	0,23	0,19	0,20	0,03
11	0,53	0,45	0,23	0,32	0,19
12	0,16	0,20	0,28	0,21	0,06
Média 0,29 Desvio Padrão 0,06					

6.7 - Ensaio Mecânicos

Os ensaios mecânicos compõem um dos focos principais deste trabalho. No Capítulo anterior são apresentados todos os detalhes do procedimento de preparação e realização dos ensaios mecânicos de flexão em quatro pontos tanto para a caracterização da matéria prima como para as juntas obtidas por soldagem por difusão. Neste tópico são apresentados e discutidos todos os resultados dos ensaios mecânicos, incluindo o tratamento estatístico dos dados utilizando métodos de Chauvenet e Weibull, conforme apresentado anteriormente.

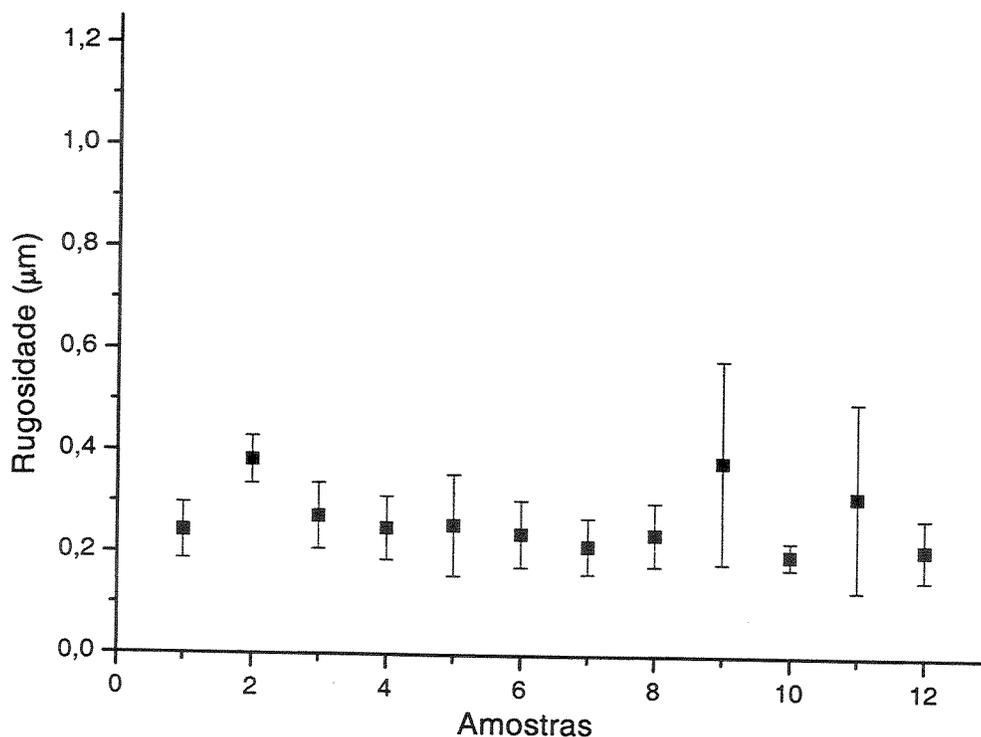


Figura 6.10 – Rugosidade da liga AlSi 12 após trabalho mecânico a frio.

6.7.1 - Corpos de Prova Cerâmicos

A fim de se obter parâmetros de comparação dos corpos de prova unidos por difusão, procurou-se avaliar a resistência mecânica de corpos e prova cerâmicos isoladamente. Deste modo, foram utilizadas amostras nas mesmas dimensões das empregadas nos ensaios de junção, as quais foram ensaiadas em flexão em 4 pontos. Os resultados dos ensaios, calculados conforme a equação 2.23, são mostrados na Tabela 6.5, juntamente com a média e o desvio padrão. Analisando os resultados, observa-se que o valor médio obtido (327,70 MPa) está próximo com o encontrado na literatura, [21, 73] conforme dados da Tabela 6. 6 para a alumina e considerando o

Tabela 6.5 – Resistência à Flexão em 4 Pontos dos Corpos de Prova Cerâmicos.

Corpo de prova	σ_F (MPa)
01	300,20
02	354,80
03	354,20
04	335,40
05	313,80
06	329,70
07*	140,00
08	264,80
09	335,10
10	374,70
11	333,00
12	309,10
Média	327,70
Desvio Padrão	30,07

ensaio de flexão, e que o desvio padrão obtido está na faixa bem aceitável, considerando um material cerâmico, atestando desta forma a qualidade do substrato empregado. O corpo de prova 07 não foi considerado no cálculo da média e do desvio padrão por estar trincado e pelo procedimento de Chauvenet, ele pode ser retirado da amostra sem comprometimento dos resultados, como foi discutido no item 4.3.

*Valor não considerado no cômputo da média e desvio padrão.

Tabela 6.6 – Valores típicos de resistência Mecânica para Cerâmicas ensaiadas em tração e em Flexão [90].

Cerâmicas	Resistência à Flexão (MPa)	Resistência à Tração (MPa)
Al_2O_3	350 – 580	200 – 310
BeO	172 – 275	90 – 133
ZrO_2	138 – 240	138
Si_3N_4	620 – 965	350 – 580

Outra forma de visualização dos resultados é através do gráfico da Figura 6.11, onde estão plotados os resultados da Tabela 6.6. Deste modo pode-se ter um visão geral dos resultados e das dispersão dos valores, onde se pode observar que dois valores se sobressaem aos demais pontos, um bem acima e outro bem abaixo da média, aumentando o desvio padrão da amostra.

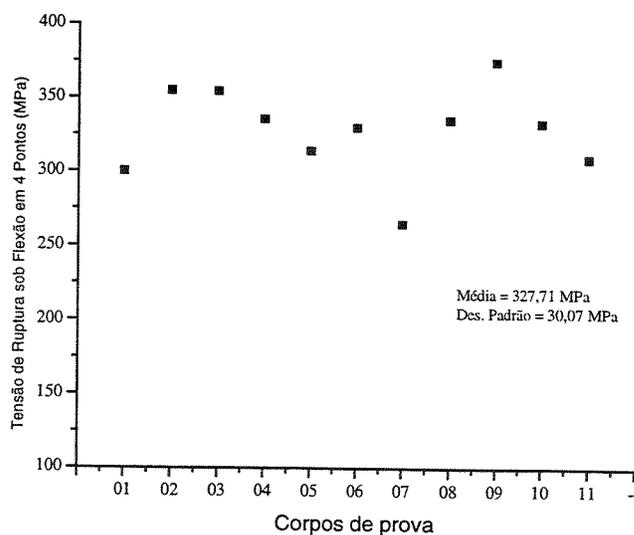


Figura 6.11 – Resultados da resistência à flexão em 4 pontos para os corpos de prova cerâmicos.

De acordo com o que foi apresentado no item 4.2, os materiais cerâmicos podem não ter seu comportamento mecânico completamente caracterizado através dos valores médios da resistência

mecânica juntamente com o desvio padrão. Deste modo, é prática usual a caracterização mecânica em termos de confiabilidade, utilizando a estatística de Weibull, descrita no referido item. A mesma linha de pensamento é adequada quando se considera a descrição das propriedades mecânicas em compósitos e em outras combinações envolvendo materiais cerâmicos. Desse modo, a Figura 6.12 traz os resultados da estatística de Weibull aplicados aos dados da Tabela 6.7 para o material cerâmico puro. Os parâmetros utilizados na construção do diagrama de Weibull estão mostrados na Tabela 6.7 e foram gerados a partir do referencial teórico mencionado, os resultados dos ensaios de flexão e utilizando o programa *Origin 6.0* para a realização dos cálculos e diagramas.

Tabela 6.7 - Parâmetros utilizados na elaboração do Diagrama de Weibull.

N	Ps	1/Ps	lnln(1/Ps)	σ_F (MPa)	ln(σ_F)
1	0,92	1,09	-2,44	264,8	5,58
2	0,83	1,20	-1,70	300,2	5,71
3	0,75	1,33	-1,25	309,1	5,73
4	0,67	1,50	-0,90	313,8	5,75
5	0,58	1,71	-0,62	329,7	5,80
6	0,5	2,00	-0,37	333	5,80
7	0,42	2,40	-0,13	335,1	5,81
8	0,33	3,00	0,10	335,4	5,82
9	0,25	4,00	0,33	354,2	5,87
10	0,17	6,00	0,58	354,8	5,87
11	0,08	12,00	0,91	374,7	5,93

Considerando que a estatística de Weibull será uma das ferramentas de análise dos resultados dos ensaios de resistência da juntas, deve-se fazer uma consideração quanto a utilização desta estatística para expressar a confiabilidade das juntas obtidas no presente trabalho. Uma vez que o número de amostras para cada condição é reduzido, os valores que expressão a

confiabilidade devem ser observados com ressalvas. Assim, para uma descrição mais adequada, refletindo o comportamento efetivo das juntas, deve-se ensaiar um número maior de amostras. Desse modo, os dados apresentados em todas as discussões envolvendo a estatística de Weibull devem ser usadas comparativamente entre si e não consideradas como um propriedade intrínseca das juntas obtidas.

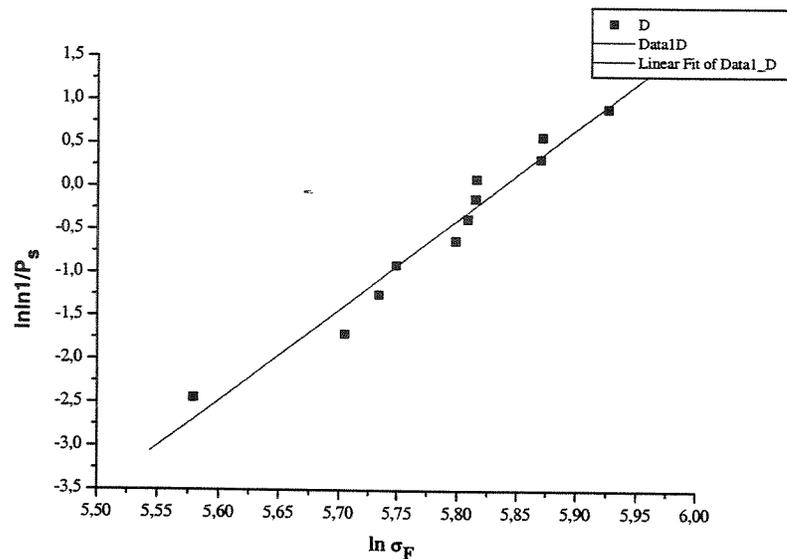


Figura 6.12 – Diagrama de Weibull para os resultados dos ensaios de flexão em quatro pontos para a alumina ($m = 3,8$)

O módulo de Weibull é um grandeza válida, uma vez que não depende do valor absoluto da resistência mecânica mas sim do espalhamento dos resultados. Outro aspecto diz respeito ao valor do módulo de Weibull, determinado na Figura 6.12, que se encontra dentro do intervalo típico dos materiais cerâmicos (entre 3 e 6).

6.7.2 – Corpos de Prova Metal/Cerâmica – Lote 2

Na Tabela 6.8 são apresentadas as condições experimentais por amostra, os valores dos resultados da resistência à flexão em 4 pontos, e o tipo de fratura observada nas amostras para todas as condições do Lote 2. A notação utilizada indica que o algarismo inicial, a esquerda, se

referem ao número da amostra e o algarismo após a barra se refere ao número da réplica dessa amostra. Após os ensaios mecânicos, as amostras foram examinadas ao microscópio óptico para a observação das interfaces, de onde se classificou os tipos de fraturas ocorridos. A fratura do tipo 1 indica que a ruptura ocorreu no metal, a do tipo 2 indica que o rompimento do corpo de prova se deu na interface. Os aspectos das fraturas serão discutidos detalhadamente na seção correspondente às microestruturas.

Tabela 6.8 – Condições experimentais e resultados para as junta metal-cerâmica obtidas por junção por difusão.

Amostra	Carga (N)	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Resistência a Flexão (MPa)	Tipo de Fratura
1/1	00	622	20	338,87	1
1/2	00	622	20	201,29	
1/3	00	622	20	354,89	
1/4	00	622	20	204,47	
2/1	92	621	20	246,72	1
2/2	92	621	20	216,59	
2/3	92	621	20	262,2	
2/4	92	621	20	113,37	
3/1	301	610	20	326,14	2
3/2	301	610	20	343,64	
4/1	301	617	20	148,5	1
4/2	301	617	20	143,8	
4/3	301	617	20	225,8	
5/1	301	576	20	216,17	2
5/2	301	576	20	165,36	
5/3	301	576	20	139,33	
6/1	301	584	20	169,6	2
6/2	301	584	20	167,88	
6/3	301	584	20	125,48	

Na Tabela 6.9, os resultados estão sumarizados, de modo que são apresentados os valores médios das réplicas de cada amostra e os respectivos desvios padrões. As condições de carga e temperatura das juntas também são apresentadas, considerando-se que o tempo de tratamento foi comum a todas as amostras e igual a 20 minutos. Essas informações do limite de resistência em função das amostras podem ser visualizadas na Figura 6.13

Tabela 6.9 Condições experimentais, valores médios e desvio padrão dos ensaios mecânicos para as amostras do Lote 2, para um tempo de tratamento de 20 minutos.

Amostra	Carga (N)	Temperatura (°C)	Médias (MPa)	Des. Padrão (MPa)
01	0	622	272,00	79,68
02	92	621	209,72	66,97
03	301	610	334,89	12,37
04	301	617	172,70	46,05
05	301	576	173,62	39,08
06	301	584	154,32	24,99

Um estudo da Figura 6.13 e da Tabela 6.9, conclui-se que o maior valor médio da resistên -

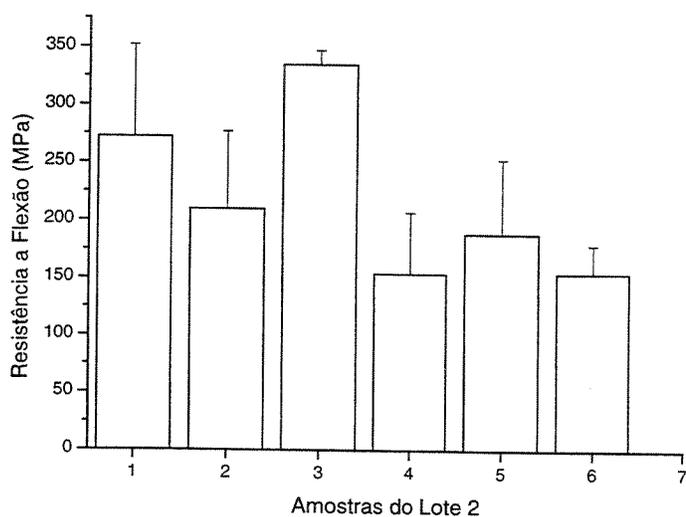


Figura 6.13 – Amostras do Lote 2 ensaiadas e os valores da resistência à flexão em quatro pontos.

cia mecânica foi a da amostra 03, com um valor de 334,89 MPa, equivalente ao valor da resistência mecânica da cerâmica pura, relativas ao Lote 1 de amostras, realizada em ensaio de flexão em quatro pontos e também em conformidade com os valores indicados na literatura. Este valor é a média de dois resultados e como se pode verificar pelo desvio padrão pequeno, são consistentes. As outras réplicas desta amostra se perderam no momento do corte.

As médias das amostras 01 e 02 também podem ser consideradas elevadas, pois estão acima de 250 MPa. Nessas duas amostras, pode-se observar que o desvio padrão é consideravelmente maior que o da amostra 03. As demais amostras apresentam valores médios menores de resistência à flexão. Apesar de uma das réplicas ter apresentado o maior valor absoluto, Tabela 6.8, a média das réplicas ficou abaixo da média da amostra 03.

Na Figura 6.14, são apresentados os resultados da Tabela 6.9 através do cruzamento da temperatura dos ensaios com a resistência à flexão, nas três condições de carga aplicada, sob o mesmo tempo de operação. Nessa Figura, fica nítida o maior valor da resistência média da amostra 03 sobre as demais. Ao se considerar a temperatura em que se realizaram os ensaios, tem

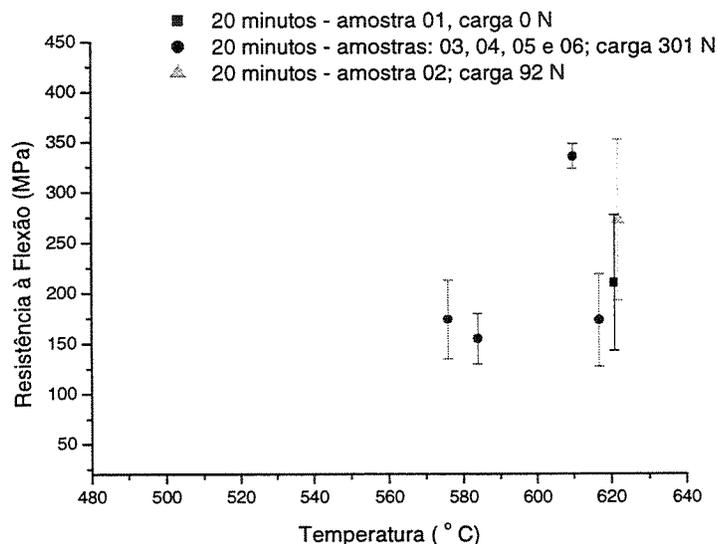


Figura 6.14 - Resistência à flexão em função da temperatura para as amostras do Lote 2, tempo de 20 minutos.

- se que o metal se encontrava totalmente na fase líquida, tal qual aconteceu com as amostras 01, 02 e 04, conforme os resultados da ATD realizada na liga metálica. Comparando-se com as demais amostras, observa-se que de modo geral, as juntas produzidas em temperaturas com metal na fase líquida apresentam maior resistência mecânica que as juntas obtidas em temperaturas inferiores, próximas ao eutético, conforme foi mostrado na Figura 3.1.

Fazendo uma análise da resistência em função da carga aplicada na amostra 01, considera-se que não houve aplicação de carga externa e sob a temperatura de aproximadamente 620 °C, a carga média obtida foi de 200 MPa, considerado um valor elevado e acima das três amostras sob carga de 301 N, mas com temperaturas inferiores. Comparando-se a resistência na faixa próxima a 620 °C, a mostra 01 se encaixa num valor intermediário, considerado elevado.

Na síntese desses resultados, observa-se não ser possível com estes valores, definir um padrão da influência desta variável na resistência das juntas.

Um outro resultado que pode ser tirado do gráfico da Figura 6.14 é que o desvio padrão dos resultados, de um modo geral, é grande, a menos da amostra 03 que apresentou somente duas réplicas com os valores próximos.

Tabela 6.10 – Parâmetros da estatística de Weibull para as amostras 03 e 04.

N	Ps	1/Ps	lnln(1/Ps)	σ_F (MPa)	lnσ_F
1	0,83	1,2	-1,71	143,8	4,97
2	0,67	1,5	-0,90	148,5	5,01
3	0,50	2	-0,37	225,8	5,41
4	0,33	3	0,09	326,14	5,79
5	0,17	6	0,58	343,64	5,84

Outra análise foi realizada com os resultados da resistência mecânica das amostras 03 e 04, obtidas nas mesmas condições experimentais, ou seja, faixa de temperatura, carga aplicada e tempo de operação. Utilizando a Tabela 6.10. gerada a partir dos dados da resistência da Tabela 6.9 e das equações do capítulo 5, obtém-se os parâmetros para a estatística de Weibull. Esse resultados estão mostrados na Figura 6.15, representando graficamente a relação $\ln \sigma_F$ versus $\ln \ln(1/P_s)$.

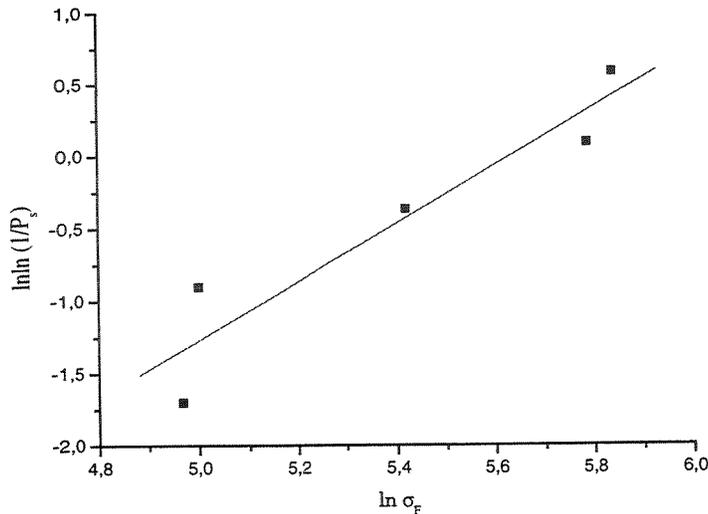


Figura 6.15. – Curva de Weibull para as amostras 03 e 04.

Apesar do pequeno número de pontos experimentais o que tornaria a estatística mais confiável, em termos da elaboração da regressão linear, mesmo assim, pode-se ter um idéia do comportamento da resistência das juntas, com relação ao espalhamento dos resultados. Extraíndo o coeficiente angular da reta na Figura 6.15 (m), obteve-se $m = 1,85$, comparável com valores obtidos na literatura para junções alumina - metal [11]. Este valor relativamente baixo para o módulo de Weibull está relacionado com o espalhamento elevado entre os valores nas condições consideradas, se for comparado com os obtidos com a cerâmica pura ($m = 3,8$).

Uma outra análise pode ser realizada utilizando os resultados da resistência a flexão e parâmetros da estatística de Weibull. Trata-se do cruzamento da resistência à flexão em função da probabilidade de sobrevivência P_s de uma amostra. Os dados de σ_F e P_s são obtidos diretamente da Tabela 6.10 e o resultado desta simulação está apresentado na Figura 6.16, onde se pode notar que o valor da resistência para uma probabilidade de sobrevivência de 50%, corresponde aproximadamente a 235 MPa, apresenta uma sensível diferença da média obtida a partir dos valores da resistência à flexão, que é 253,14 MPa.

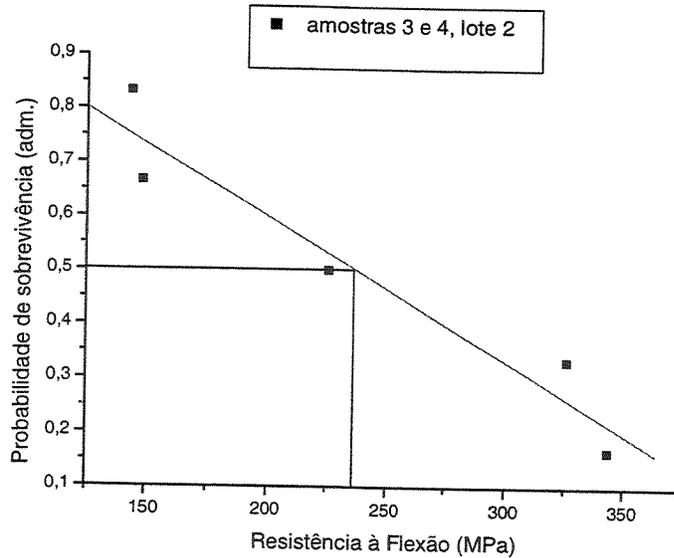


Figura 6.16 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para amostras obtidas na faixa de 610 °C, 20 minutos a 301 N.

Para este mesmo Lote, aplicou-se também a estatística de Weibull para outras duas amostras que apresentaram o maior número de réplicas, as amostras 5 e 6, produzidas nas mesmas condições de (carga 301 N, temperatura nominal 580 °C e tempo de 20 minutos), a fim de comparar os parâmetros característicos de cada condição em particular.

Desse modo, na Tabela 6.11 são apresentados todos os parâmetros para a estatística de Weibull a partir do número de amostras, resistência à flexão dos corpos de prova. Na Figura 6.17, está representada a relação entre $\ln \sigma_F$ e $\ln \ln (1/P_S)$, de onde se pode tirar o módulo de Weibull ($m = 4,8$). Consideravelmente acima do valor obtido para as amostras 03 e 04 ($m = 2,0$) o valor do módulo reflete o espalhamento dos valores obtidos nos ensaios. Deve-se ressaltar que deveriam ser utilizados uma quantidade maior de ensaios para confirmar a estatística e conferir maior precisão na elaboração da regressão linear, mas mesmo somente com os pontos obtidos experimentalmente, pode-se ter uma idéia da tendência do comportamento dos dados experimentais.

Tabela 6.11 – Parâmetros para a estatística de Weibull relativa as amostras 5 e 6 do Lote 2 (301 N, 580 °C e tempo de 20 minutos).

N	P_S	$1/P_S$	$\ln \ln 1/P_S$	σ_F (MPa)	$\ln \sigma_F$
1	0,86	1,17	-1,87	125,48	4,83
2	0,71	1,40	-1,10	139,33	4,93
3	0,57	1,75	-0,58	165,36	5,11
4	0,43	2,33	-0,17	167,88	5,12
5	0,29	3,50	0,23	169,6	5,13
6	0,14	7,00	0,67	216,17	5,38

Outra análise realizada foi a verificação da probabilidade de sobrevivência em função da resistência a flexão a partir dos dados apresentados na Tabela 6.11 A Figura 6.18 ilustra esta relação, de onde se pode observar que para uma probabilidade de sobrevivência de um corpo de prova ser de 50%, tem-se uma carga da ordem de 163 MPa, contra 163,9 MPa obtido pela média dos valores das amostras. Pode-se verificar que ambos valores praticamente coincidem, apesar da amplitude dos resultados obtidos.

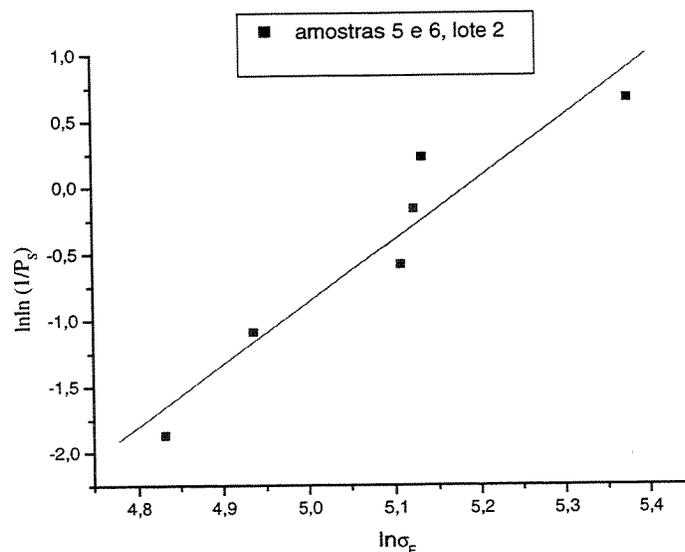


Figura 6.17 – Curva de Weibull para as amostras 5 e 6 do lote 2 (301 N, 580 °C e tempo de 20 minutos).

Comparando-se os módulos para as duas condições estudadas, pode-se dizer que eles estão dentro da faixa utilizada na literatura para as cerâmicas monolíticas, porém o valor mais baixo pode estar associado ao efeito da junção entre os componentes.

Com relação à probabilidade de sobrevivência, nota-se claramente que as amostras 3 e 4 apresentam não somente a resistência à flexão média maior, como também para uma mesma probabilidade de sobrevivência (50%), um valor relativo maior.

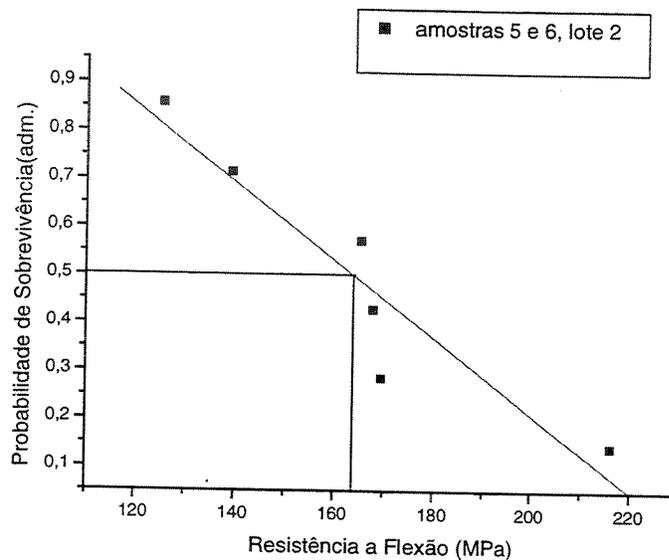


Figura 6.18-. Probabilidade de sobrevivência de um corpo de prova cerâmico em função da carga aplicada para as amostras 5 e 6 do Lote 2 (301 N, 580 °C e tempo de 20 minutos).

O Lote 2 teve como características gerais, de um lote exploratório, uma grande variação da carga aplicada, temperaturas elevadas de um modo geral e tempo de operação constante. Ao se observar os modos de fratura nos corpos de prova, constata-se que independente da carga aplicada, para temperaturas acima de 610 °C, observa-se na superfície de fratura que a espessura da camada da liga metálica diminuiu sensivelmente, passando de 1,2 para 0,05 mm, em média, como poderá ser observado na discussão da microestrutura.

A análise do tipo de fratura mostrou que 50% dos corpos de prova romperam na liga metálica (fratura do tipo 1). Em todas as interfaces dos corpos de prova, onde ocorreu a separação do metal, as interfaces cerâmicas apresentam a liga aderida a elas. Os ensaios mostraram também que a resistência a flexão foi bastante alta nestas condições apresentadas.

Por outro lado, a partir de 610 °C, constatou-se outro modo de fratura, onde predomina a fratura em uma das interfaces metal-cerâmica. Nesta face, observa-se a presença de uma região de cor diferente e que através de ensaios de microscopia eletrônica de varredura e microssonda eletrônica, constatou-se que possivelmente se trata de um processo de difusão de sobre o substrato cerâmico, resultado do processo de consolidação da junção metal-cerâmica. Nessa faixa de baixa temperatura, os valores de resistência à flexão são consideravelmente menores, exceto para as amostras da condição de 610 °C, que apresentou o maior valor para este lote de amostra, 334,89 MPa.

Cruzando-se as informações obtidas no espectro de ATD da amostra da liga metálica, conforme item 6.3, verifica-se que a liga está passando por um processo de transformação de fase, estando na fase líquida durante o processo de operação.

6.7.3 Corpos de Prova Metal/Cerâmica – Lote 3

O Lote 3 corresponde ao conjunto de peças produzidas após a definição das condições experimentais para a realização das soldas metal/cerâmica por difusão. Na Tabela 6.12, são apresentados as condições experimentais, todos os resultados dos ensaios mecânicos de flexão em quatro pontos, juntamente com as observações relativas ao modo de fratura observado nas junções após os ensaios. Os modos de fratura foram classificados conforme esta ocorreu na alumina (0), na liga metálica (1), interface (2), de modo misto (3) e se a interface não apresentou nenhuma resistência (4). A discussão sobre os modos de fratura e detalhes microestruturais serão discutidos no item pertinente a discussão das microestruturas. Ainda na Tabela 6.12, há uma coluna que indica a presença de decapagem na superfície dos componentes. Como foi mencionada no item relativa a limpeza, todas as interfaces foram limpas adequadamente, mas

realizou-se uma decapagem para ativação das interfaces cerâmicas e metálicas; desse modo as peças que foram decapadas estão indicadas.

Na Tabela 6.12 observa-se também a ausência de inúmeras amostras, ou mesmo de réplicas para uma dada amostra. Esse fato é decorrência de problemas gerados durante o próprio processo de obtenção das peças como a queda da peça do dispositivo durante a operação ou um posicionamento inadequado que provocou uma soldagem inclinada; outros acidentes ocorreram durante o corte das réplicas, mesmo com a utilização de uma serra de precisão e velocidades de corte bastante controladas, houve o rompimento de corpos de prova durante esse processo.

Tabela 6.12- Resultados Obtidos nos Ensaios de Flexão em 4 Pontos Para o Lote 3 [modos de fratura: alumina (0), liga metálica (1), interface (2), de modo misto (3) e se a interface não apresentou nenhuma resistência (4)].

Amostra	Carga	Tempe - ratura	Tempo	Resistência à Flexão - σ_F	Decapagem	Tipo de Fratura
n	(N)	(°C)	(min)	(MPa)		
7/1	301	501	30	49,4		2
7/2	301	501	30	44,3		
8	--	--	--	0		4
9/1	301	522	90	52,2		2
9/2	301	522	90	54,9		
9/3	301	522	90	47,7		
9/4	301	522	90	83,8		
10/1	301	509	30	39,5		2
10/2	301	509	30	71,7		
10/3	301	509	30	45		
10/4	301	509	30	36,5		
11/1	301	518	60	88,5		2
11/2	301	518	60	70,2		
11/3	301	518	60	79,1		

Continuação da Tabela 6.12

11/4	301	518	60	54		
12/1	301	510	60	123		2
12/2	301	510	60	75,4		
12/3	301	510	60	131		
12/4	301	510	60	77,4		
13/1	92	552	30	195,6	decapada	1
13/2	92	552	30	375,7		
13/3	92	552	30	232,5		
13/4	92	552	30	221,1		
14/1	92	512	30	22,0		2
14/2	92	512	30	66,7		
14/3	92	512	30	116,1		
14/4	92	512	30	52,4		
15	-	--	--	--		4
16/1	92	508	60	93,7		2
16/2	92	506	60	119,7		
16/3	92	506	60	49,5		
17	--	--	--	0		4
18/1	92	517	90	374,9	decapada	2
18/2	92	517	90	343,5		
18/3	92	517	90	344,2		
18/4	92	517	90	395,4		
19/1	92	505	90	300,1	decapada	2
19/2	92	505	90	396,7		
19/3	92	505	90	413		
19/4	92	505	90	346		
20/1	301	556	30	109,6	decapada	1
20/2	301	556	30	100,3		

Continuação da Tabela 6.12

20/3	301	556	30	121,2		
20/4	301	556	30	96,4		
21	301	562	30	27,2		1
22/1	301	509	30	203,4	decapada	2
22/2	301	509	30	249,6		
22/3	301	509	30	210,7		
22/4	301	509	30	50,7		0
23/1	301	500	30	161,1	decapada	1/2
23/2	301	500	30	118,3		1/2
23/3	301	500	30	199,5		1/2
23/4	301	500	30	226,5		1/2
24/1	301	600	60	79,7		3
24/2	301	600	60	59,2		
24/3	301	600	60	113,4		
24/4	301	600	60	72,6		
25	--	--	--	0		4
26/1	301	604	90	127,4	decapada	1
26/2	301	604	90	110,8		
27	--	--	--	0		4
28/1	92	559	30	213,2	decapada	1
28/2	92	559	30	379,3		
28/3	92	559	30	237,6		
28/4	92	559	30	328		
29/1	92	603	60	79	decapada	1
29/2	92	603	60	133,7		
29/3	92	603	60	68,9		
29/4	92	603	60	60,7		
30/1	92	593	60	56,5	decapada	1

Continuação da Tabela 6.12

30/2	92	593	60	22,2		
30/3	92	593	60	30,7		
30/4	92	593	60	50,0		
31/1	92	604	90	383,3	decapada	1
31/2	92	604	90	275,0		
31/3	92	604	90	332,9		
31/4	92	604	90	323,6		
32/1	92	597	90	161,9	decapada	1
32/2	92	597	90	134,6		
32/3	92	597	90	260,0		
32/4	92	597	90	99,2		

Para de tornar mais fácil o tratamento dos dados, criou-se a Tabela 6.13 onde estão mostrados, além das condições de ensaio, os valores médios e os desvios padrões para as amostras do Lote 3. Nessa Tabela, as amostras foram ordenadas de modo que se começa com a menor carga aplicada e dentro desta faixa, os tempos crescentes, independente da numeração das amostras.

Visando iniciar a discussão deste Lote, pode-se separar os resultados da Tabela 6.13 pela carga aplicada, tendo-se então dois grandes grupos que são discutidos inicialmente em separado e posteriormente comparados entre si.

A Figura 6.19 representa graficamente os valores médios e os respectivos desvios padrões dos dados da Tabela 6.13, da resistência à flexão em função da temperatura e a carga constante de 92 N. Nessa Figura, observa-se de maneira evidente que os maiores valores de resistência à flexão (faixa de 360 MPa) ocorrem nas amostras 18 e 19, obtidas na menor faixa de temperatura trabalhada (510 °C) e com o maior tempo de tratamento (90 minutos). Seguindo esta tendência, sob a mesma carga, a uma temperatura na faixa de 570 ° C, sob tempo de 30 minutos,

Tabela 6.13 – Médias e desvios padrões para as amostras do Lote 3.

Amostra	Carga (N)	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Médias (MPa)	Desvio Padrão (MPa)
14	92	512	30	64,30	39,24
13	92	552	30	256,23	81,13
28	92	559	30	289,53	77,59
16	92	506	60	84,60	49,64
29	92	603	60	85,58	32,95
30	92	593	60	39,85	16,08
18	92	517	90	364,50	25,278
19	92	505	90	363,95	51,248
31	92	604	90	328,76	44,38
32	92	597	90	163,97	69,01
7	301	501	30	46,85	3,606
10	301	509	30	48,18	16,07
20	301	556	30	106,88	11,04
21	301	562	30	27,2	--
22	301	509	30	221,23	24,84
23	301	500	30	176,35	47,09
11	301	518	60	72,95	14,68
12	301	510	60	101,70	29,41
24	301	600	60	81,23	23,07
9	301	522	90	59,63	16,37
26	301	604	90	119,11	11,38

obtiveram-se as segundas maiores médias de resistência à flexão, na faixa de 256 a 289 MPa. Na faixa de temperatura de 600 °C, outras duas amostras apresentam valores médios elevados de 150 a 325 MPa, mas apesar de terem sido produzidas juntas, as amostras 31 e 32 apresentam enorme variação de valores, o que torna difícil qualquer tentativa de explicação. As três amostras

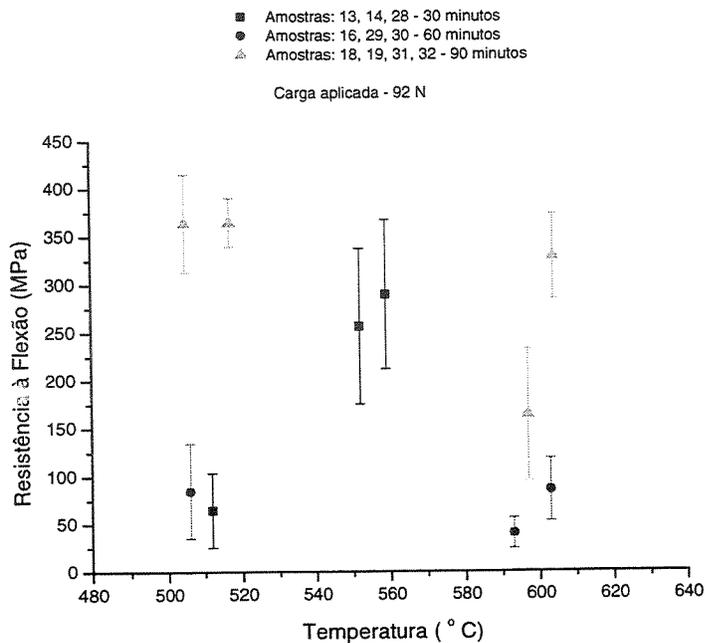


Figura 6.19. – Resistência a flexão de amostra do lote 3, em função da temperatura, para carga de 92 N.

ensaiadas sob um tempo de 60 minutos tanto na baixa temperatura como na alta, na faixa de 560 a 605 °C, apresentarem os menores valores de resistência mecânica, junto com um amostra realizada a 30 minutos. Desse conjunto de amostras, pode-se concluir baseados nos dados e no gráfico que os resultados mais consistentes de resistência mecânica ocorreram em temperaturas baixas ou médios sob tempos curtos ou longos. Nestas faixas de temperatura a liga metálica se apresentava no estado sólido, conforme ATD realizada previamente e que foi discutida no item 6.3.

Na Figura 6.19 são apresentados os resultados dos ensaios de flexão em quatro pontos para as amostras do lote 3, em função da temperatura, para uma carga constante de 301 N em todas as

amostras. Os resultados são apresentados considerando-se também os três tempos utilizados nos ensaios de soldagem por difusão (30, 60 e 90 minutos). Considerando-se como critério de interesse a resistência à flexão, a maior média (221,23 MPa) pertence a amostra 22, ensaiada na faixa de baixa temperatura (509 °C), sob o tempo de 30 minutos, seguida pela amostra 23 (176,35 MPa), produzida nas mesmas condições a menos da temperatura que foi de 500 °C . Em ambas

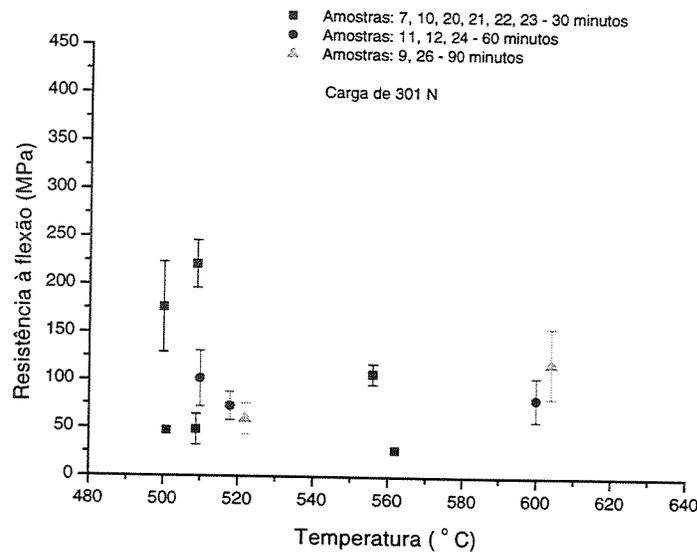


Figura 6.20 – Resistência a flexão de amostra do Lote 3, em função da temperatura, para carga de 301 N.

amostras, pode-se observar na Tabela 6.13 que os valores dos desvios padrões não estão exageradamente elevados, embora seja maior para a amostra 23 (47,093 MPa). Outras três amostras apresentaram médias acima de 100 MPa e para as quais se poderia considerar a resistência à flexão elevada; são elas em ordem crescente de resistência: amostra 12 - 101,7 MPa (510 °C, 60 minutos), amostra 20 - 106,88 MPa (556 °C, 30 minutos) e amostra 26 - 119,11 MPa (604 °C, 90 minutos), sendo esta última realizada com o metal na fase líquida, conforme indica ATD realizada. Nestas três amostras consideradas, pode-se verificar que o aumento do valor da resistência da ordem de 17,11% com o aumento da temperatura, mas o maior valor médio está 48,06 % abaixo do menor valor das amostras iniciais. As médias da demais amostras para esta carga de 301 N estão abaixo de 100 MPa, sendo dignas de menção as amostras 21 e 7 realizadas,

sob o mesmo tempo de 60 minutos e nas temperaturas de 562 e 501 °C respectivamente. Em ambas amostras, somente uma réplica foi ensaiada, resultado da quebra de todas as demais durante o processo de fabricação, indicando que algum problema possa ter ocorrido durante o processo. Em todas essas amostras, embora de considerável baixa resistência mecânica, o desvio padrão é relativamente pequeno como pode ser visto na Tabela 6.13.

Apesar do elevado valor da resistência à flexão, observa-se uma razoável dispersão dos valores das réplicas, representada pelo também elevado valores dos desvios padrões que serão discutidos mais a frente. A análise destes resultados em conjunto ainda revela que a maioria dos valores intermediários e inferiores da resistência à flexão se encontram na carga mais elevada. Desta comprovação experimental, pode-se tirar que a carga elevada não atuou no sentido de aumentar a resistência das juntas na três faixas de temperaturas e tempos estudados, a menos das amostras obtidas em baixas temperaturas (faixa de 500 ° C), no tempo de 30 minutos e sob a carga de 301 N.

Com relação aos gráficos das Figuras 6.18 e 6.20, considerando as cargas mais elevadas, houve uma menor dispersão dos resultados entre as réplicas, mas em contrapartida, 31% das amostras se perderam contra 25% das amostras obtidas na carga mais baixa. O número de perdas decorrentes de problemas no processamento, em ambos os casos é bastante elevado e teve como principais ocorrências os problemas de alinhamento e decorrente de quebra dos corpos de prova durante o procedimento de corte para a obtenção das réplicas.

Outra comparação pode ser feita, tomando-se os resultados da resistência à flexão em função da temperatura para os Lote 02 e Lote 3, e utilizando-se as Figuras 6.14, 6.18 e 6.19. Nesta situação, compara-se de modo integral todos os resultados obtidos, independentemente das condições de obtenção da junta metal – cerâmica. As comparações devem ser consideradas de modo relativo, baseando-se exclusivamente nos valores da resistência a flexão. Desse modo, as amostras obtidas nas temperaturas mais baixas, na faixa de 510 °C, sob carga de 92 N, no maior tempo de operação de consolidação da junta - 90 minutos, continua sendo absoluto. Para estas mesmas condições de carga e temperatura, mas para tempos diferentes 20 minutos para a amostra

do Lote 2 e 90 minutos para as amostras do Lote 3, os resultados da resistência a flexão são razoavelmente consistentes na faixa de 200 a 300 MPa.

Ao se comparar os resultados das amostras dos Lotes 2 e 3, sob a mesma carga aplicada de 92 N e sob tempos razoavelmente próximos 20 minutos (Lote 2) e 30 minutos, nota-se que os valores da resistência estão numa faixa de resistência muito ampla, entre 90 e 375 MPa aproximadamente, para a faixa de 595 a 620 °C, no Lote 3. Em função da grande variação dos resultados, não se pode concluir nada sobre os ensaios mecânicos, nesta condição de temperatura de processo na faixa de trabalho utilizada.

Comparando-se os valores de resistência das juntas do Lote 2 com as amostras do Lote 3, para a carga de 301 N, observa-se para tempos na faixa de 20 minutos (Lote 2) e 30 minutos (Lote3), aproximadamente 62 % dos valores de resistência à flexão estão na mesma faixa, ou seja, variando entre 125 e 250 MPa, independente da temperatura de operação (na faixa de 580 a 620 °C para o Lote 2 e na faixa de 510 °C para o Lote 3), podendo indicar, que para este nível de carga aplicado, a resistência à flexão não dependeu do tempo e da temperatura aplicados. Os restantes 38 % aproximadamente, estão com resultados ou muito acima (Lote 2) ou muito abaixo dos valores obtidos nesta análise.

Do mesmo modo que foi desenvolvido para as amostras do Lote 2, serão realizadas outras duas análises dos dados envolvendo a estatística de Weibull, que são o estudo do módulo de Weibull, m , e a tensão de resistência a flexão correspondente a uma porcentagem de sobrevivência de 50 % ($\sigma_{50\%}$), serão discutidas para as amostras do Lote 3.

De modo a não tornar a apresentação e discussão dos resultados um processo exaustivo, decidiu-se que as tabelas dos parâmetros e dos resultados dos cálculos para determinação do módulo m , assim como os gráficos correspondentes, estão colocados no Anexo 2 no final este trabalho. Este mesmo procedimento foi adotado com relação ao desenvolvimento dos cálculos e apresentação da resistência à flexão correspondente a uma probabilidade de sobrevivência de 50% ($\sigma_{50\%}$).

Tabela 6.14 – Módulo de Weibull m e $\sigma_{50\%}$ para as amostras do Lote 3

Amostras	Condição	m (Módulo de Weibull)	$\sigma_{50\%}$ (MPa)	$\sigma_{\text{médio}}$ (MPa)
13 e 28	30 min, 550 °C, 92 N	3,45	272,70	272,00
29 e 30	60 min, 600 °C, 92 N	1,71	62,76	62,71
18 e 19	90 min, 500 °C, 92 N	9,12	364,44	364,22
31 e 32	90 min, 600 °C, 92 N	1,94	246,91	246,37
7, 10, 22 e 23	30 min, 500 °C, 301 N	1,27	121,01	246,3
11 e 12	60 min, 500 °C, 301 N	3,13	87,50	87,32
20	30 min, 550 °C, 301 N	7,95	106,80	106,88
9	90 min, 500 °C, 301 N	2,72	59,57	59,63
24	60 min, 600 °C, 301 N	2,98	81,15	81,23

Na tabela 6.14, estão apresentadas as referências das amostras, agrupadas pelas condições em que foram obtidos, os respectivos valores do módulo de Weibull, e também os valores de resistência à flexão, correspondente a uma expectativa de sobrevivência de 50 %.

Uma análise geral da Tabela 6.14 revela que o módulo de Weibull apresenta uma variação de valores bastante ampla indo de 1,27 na condição de 500 °C a 30 minutos sob carga de 301 N, onde se trabalhou com 4 amostras num total de 14 réplicas, indicando um espalhamento dos pontos experimentais bastante elevado, até 9,12 para as amostras obtidas a 500 °C, por 90 minutos a 92 N, indicando um espalhamento menor entre os resultados. Detalhando essa análise, verifica-se que somente esta última condição e outra realizada a 550 °C, por 30 minutos com carga de 301 N apresentaram módulos tão elevados, embora com 8 e 4 réplicas respectivamente. As demais amostras ensaiadas apresentaram módulo com valores de m intermediário e de modo geral baixo indicando que houve grande dispersão nos dados experimentais.

A teoria estatística de Weibull pode ser utilizada como uma ferramenta para se entender melhor o comportamento mecânico de materiais cerâmicos, necessitando idealmente de aproximadamente 30 corpos de prova em cada condição de ensaio. A aplicação de Weibull em um número menor de corpos de prova compromete a confiabilidade da curva quando se necessita caracterizar e quantificar o comportamento mecânico de um componente cerâmico estrutural. No entanto, do ponto de vista científico, é possível aplicar-se Weibull para um número menor de corpos de prova.[91].

O módulo de Weibull m , representa o espalhamento dos dados obtidos experimentalmente, sendo que para as cerâmicas monolíticas ficou na faixa de 3,8, conforme apresentados e discutidos anteriormente, ficando bastante abaixo do valor apresentado pela literatura [64] informando que as cerâmicas estruturais apresentam em geral módulo de Weibull acima de 15 .

Analisando a quarta coluna da Tabela 6.14, que representa a tensão de resistência a flexão correspondente a uma expectativa de sobrevivência de 50 % do corpo de prova naquela condição experimental ($\sigma_{50\%}$), pode-se fazer os seguintes comentários:

a) os valores da tensão $\sigma_{50\%}$ variam desde 364,44 MPa para as amostras que efetivamente apresentaram maior resistência mecânica à flexão, até 59,57 MPa para as condições que apresentaram resultados menos satisfatórios. Ao se comparar esses valores com as médias estatísticas (coluna 5 da Tabela 6.14), verifica-se que de modo geral elas são muito próximas, a

menos naquela onde há mais pontos e a variação entre os valores é maior (amostras 7, 10, 22 e 23) de modo que o valor de $\sigma_{50\%}$ trabalha a favor da segurança (121,01 MPa contra 246,30 MPa).

b) a tensão $\sigma_{50\%}$ é uma função estatística, sendo assim, ela indica a probabilidade de sobrevivência dos corpos de prova em função da distribuição das diversas amostras ensaiadas e que geram uma tendência de comportamento ou uma expectativa sobre um determinado valor esperado. Novamente nesse caso, seria necessário um maior número de dados experimentais para se ter maior segurança do comportamento esperado. No caso das amostras 20, 9 e 24, que apresentaram poucas réplicas, os valores devem ser considerados somente como indicativos e utilizados para uma comparação relativa junto aos demais, somente de modo qualitativo.

c) Os valores obtidos para $\sigma_{50\%}$ e apresentados na Tabela 6.14 são muito representativos, proporcionalmente, aos valores efetivos obtidos nos ensaios de flexão em quatro pontos.

Em alguns grupos de amostras, quando se estudava o resultado sobre os gráficos de $\sigma_{50\%}$, verificou-se que as curvas obtidas não eram lineares, ou seja, diversas inclinações poderiam ser obtidas, assim serão tecidos comentários a respeito desses resultados de modo geral, tomando-se como exemplo as amostras 13 e 28. Os demais casos observados serão citados e os gráficos e tabelas correspondentes estão disponíveis no Anexo 2.

Assim sendo, a Tabela 6.15 apresenta os parâmetros utilizados para a elaboração dos gráficos para o cálculo do módulo m e também nos cálculos de $\sigma_{50\%}$, para as amostras 13 e 28. Os valores dessa tabela foram gerados a partir dos resultados originais dos ensaios de flexão em quatro pontos indicados na Tabelas 12 e 13.

Uma única inclinação na curva de Weibull, evidencia que o mecanismo responsável pela fratura foi o mesmo em todos os casos [64], como foi o caso obtido para as amostras 03 e 04 do Lote 2, obtidas em alta temperatura, visto na Figura.6.16 As amostras 31 e 32 na Figura A6 (Anexo 2) e outros dois casos geraram dúvidas devido a uma pequena variação nos pontos no caso das amostras 29 e 30, ver Figura A2 e também pela pequena quantidade de pontos como é o

caso da amostra 24, Figura A16. Em algumas situações, como pode ser observado nas Figuras 6.18, a amostras 05 e 06 do Lote 2, amostras 13 e 28 na Figura 6.20, 18 e 19 Figura A4, amostras 7, 10, 22 e 23 na Figura A8, amostras 11 e 12 na Figura 10, identifica-se mais de uma inclinação na

Tabela 6.15 -.Parâmetros de Weibull para as amostras 13 e 28 (30 min, 550 °C, 92 N).

N	P_s	$1/P_s$	$\ln\ln(1/P_s)$	σ_F (MPa)	$\ln\sigma_F$
1	0,89	1,13	-2,14	195,6	5,28
2	0,78	1,29	-1,384	213,2	5,36
3	0,67	1,5	-0,904	221,1	5,4
4	0,56	1,8	-0,534	232,5	5,445
5	0,44	2,25	-0,21	237,6	5,47
6	0,33	3	0,09	328	5,79
7	0,22	4,5	0,41	375,7	5,93
8	0,11	9	0,79	379,3	5,934

curva o que pode indicar que houve uma alteração no comportamento de fratura das amostras, levando a se considerar a possibilidade da existência de mais de um mecanismo envolvido no processo de fratura considerado.

Os gráficos que não indicaram mudança de inclinação, foram obtidos em temperaturas elevadas, em torno de 600 °C, onde o processo de difusão aparentemente controla o mecanismo, se sobrepondo a eventuais outro mecanismos. No caso baixa temperatura, pode estar ocorrendo de modo diferente, onde o processo controlado pela difusão é dominado por outras variáveis. Soma-se a isso que os melhores valores de resistência mecânica foram obtidos em temperaturas elevadas ou nas menores temperaturas.

Os valores dos ensaios mecânicos estão de modo geral bastante acima dos referendados pela literatura [50], muito embora as condições aqui desenvolvidas são bastante particulares, envolvendo ensaios que vão desde 0.8 T_M a 1,1 T_M e sob carga de 0 N a 301 N, muito acima dos

valores tidos como referência [44]. Outro fato é que os dados da literatura referem-se de modo geral a ligação alumina/alumínio puro, de menor resistência mecânica, já nesse trabalho com a liga eutética AlSi, a resistência mecânica da junta por si somente deve estar melhorada em função da presença do elemento de liga.

Os resultados obtidos nos ensaios mecânicos vão de encontro à discussão teórica apresentada, onde os primeiros estágios de ligação se iniciam quando os materiais são mantidos juntos na temperatura de ligação sob a ação de uma carga compressiva. Isso promove um aumento da área inicial de contato pela participação dos mecanismos de deformação plástica e fluência da liga de alumínio. Ambos mecanismos favorecem o estabelecimento de junções mecânicas de um único tipo de ligação.

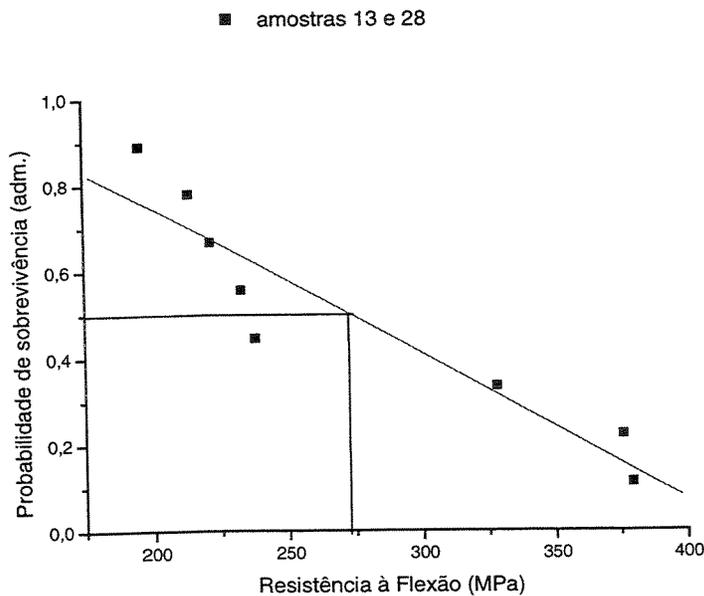


Figura 6.21 - Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para as amostras 13 e 28 (30 min, 550 °C, 92 N).

Pelos modelos teóricos apresentados [44, 50, 53] para longos tempos sob a temperatura de ligação, nos estágios intermediários, outros dois mecanismos atuam no processo de consolidação da ligação metal-cerâmica. Inicialmente, os elementos de liga existentes, como o silício que está dissolvido na matriz de alumínio, difundem-se até a interface e reagem com o oxigênio presente na atmosfera e da própria cerâmica.

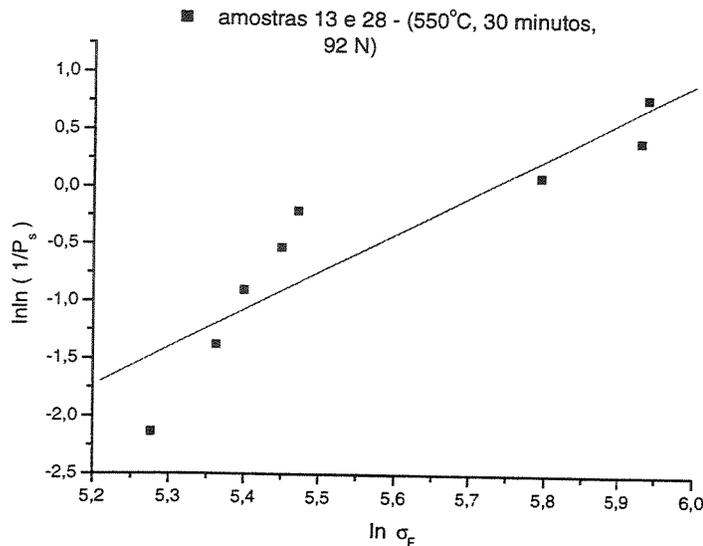


Figura 6.22- Curva de Weibull para as amostras 13 e 28 (30 min, 550 °C, 92 N)..

Uma vez formados os óxidos dos elementos de liga, no caso óxidos de silício, tem início os estágios finais que ocorrem após longos períodos de tempo, como identificado para as amostras em altas temperaturas e elevados tempos de permanência, justificando os elevados resultados dos ensaios mecânicos, onde esses óxidos reagem com a alumina, originando óxidos complexos. Tais óxidos são provavelmente do tipo spinel ($Al_2O_3.XO$), sendo que sua formação já foi detectada em outros tipos de junções alumina-metal [92, 93]. Como será discutido no próximo item, esperava-se que esses a óxidos constituíssem uma fase ou uma camada de reação com alguns microns de espessura, mas não foram identificados até o momento na forma de um filme contínuo. Devido a pouca quantidade desses óxidos formados nas amostras e à sua complexidade, torna sua correta identificação bastante difícil. A camada quando se forma, possivelmente é formada por vários tipos desses óxidos, em proporções variadas. A baixa cinética dessas reações na temperatura de

ligação e a própria estrutura fechada da alumina, contribuem para explicar um pouco o pequeno conteúdo dessa provável mistura de óxidos.

Alguns autores [94,95], sugerem que a formação de uma camada de reação explique a elevada resistência mecânica, obtida na junção alumina-liga de alumínio comparada com a obtida nos sistemas alumina-alumínio puro. Nesse sistema sugere-se que o único mecanismo responsável pela resistência da junta soldada é uma ligação mecânica, tomado efeito por mecanismos de escorregamento plásticos e de fluência do metal, no interior dos vazios presentes na cerâmica. Os valores de resistência mecânica obtida nesse trabalho foram muito superiores aos dados de literatura [88, 89], considerando uma liga de alumínio com poucos elementos de liga e a própria alumina, sugerindo que esse mecanismo de ligação mecânica pode se apresentar muito resistente em função das variáveis de processo como foi descrito nesse trabalho.

Considerando que deve haver um compromisso que assegure a formação de uma interface confiável com um esforço residual mínimo, embora a concentração de esforços aumente com a temperatura de ligação, para cada sistema cerâmica – metal existe um valor ótimo de temperatura que maximize a resistência da interface. De certa forma, aumentando-se a temperatura de ligação, controla-se o tempo para prevenir o desenvolvimento de produtos de reações danosos nos sistemas reativos [50], como o caso AlSi/alumina. Isso pode explicar a diminuição geral da resistência mecânica das juntas obtidas nas temperaturas na faixa de 550 °C, independente da carga e tempo, aparecendo também uma zona de reação danosa para a resistência das juntas. A espessura e a natureza das zonas de reação podem afetar drasticamente a distribuição de tensões residuais e assim a resistência mecânica da junta.

Os resultados gerais obtidos nesse trabalho vão ao encontro a referências da literatura onde citando Nicholas [43], relata que todas as variáveis de processo alteram a resistência mecânica das juntas, sendo que o maior efeito é indicado pela temperatura; no caso da carga aplicada acima de 50 MPa e tempos acima de 30 minutos não representaram aumento significativos na resistência das juntas.

Notavelmente, se a amostra está sujeita a carregamento de cisalhamento (esforços cortantes), a fissura tende a desviar da interface da cerâmica, resultando em valores menores de resistência interfacial [65].

Considerando também que a amplitude e distribuição das tensões residuais nas junta dependem dos parâmetros como CET e o módulo de elasticidade dos materiais envolvidos; como também a geometria da junta, a temperatura de ligação e as espessura das camadas de reação também contribuem de forma decisiva para o crescimento das trincas. Como a presença de tensões residuais não somente limita a resistência da junta como também aumenta a dispersão da resistência, as altas concentrações de tensões residuais são geralmente encontradas próximas às interfaces e das superfícies livres. Como nesse trabalho utilizou-se materiais dissimilares, com propriedades de modo geral bastante diferentes, particularmente o coeficiente de expansão térmico, que varia de um fator 3 como no caso da alumina e das ligas de alumínio, de modo que no resfriamento certamente apareceram tensões residuais, podendo afetar a integridade mecânica da junta. Estando essas tensões nas regiões das interfaces, a probabilidade de uma ruptura frágil é maior, como pode ocorrido nas amostras que apresentaram modo de fratura característico de ruptura frágil, embora com elevado valor de resistência mecânica.

Por outro lado, em temperaturas menores a ductilidade da liga AlSi atuou no sentido de diminuir o efeito dessas tensões por deformação plástica. A aplicação da ligas de alumínio pode estar comprometida naquelas aplicações em temperaturas que ultrapasse 350 °C, que é o limite de operação para as ligas de Al forjadas.

Outro fator que pode contribuir para a baixa resistência da juntas obtidas na faixa dos 550 °C são as deformações interfaciais como as partes não ligadas ou ligadas fracamente, provocando uma dispersão substancial e redução na resistência média das juntas.

6.8 - Resultados da Análise Microscópica

Neste item serão discutidos os resultados obtidos através da análise das interfaces após a ruptura dos corpos de prova nos ensaios de flexão em quatro pontos, além do estudo das superfícies de fratura de diversos corpos de prova.

As amostras foram separadas em cinco grandes grupos que englobam todas as condições experimentais dos ensaios de soldagem por difusão, rompidos por flexão em quatro pontos. O primeiro lote de amostras engloba as amostras obtidas nas condições exploratórias, com altas temperaturas na faixa dos 600 °C, tempo de 20 minutos para todas as amostras e carga aplicada variando de 0 a 301 N. O segundo grupo de amostras contempla aquelas produzidas na faixa de 500 °C, sob carga de 301 N e tempos variando de 30, 60 e 90 minutos (amostras 7, 11 e 9 respectivamente). O terceiro grupo discute as amostras 20, 24 e 26, obtidas na faixa temperatura de 550 a 600 °C, sob carga de 301 N e tempos de 30, 60 e 90 minutos. Já amostras 16 e 18 foram obtidas na faixa de temperatura de até 517 °C, com carga de 92 N e nos mesmos tempos 60 e 90 minutos. O último grupo compreende as amostras 13, 29 e 31, obtidas na faixa de temperatura de até 604 °C, durante os mesmos tempos das anteriores, com carga de 92 N. As amostras citadas foram escolhidas dentro do grupo de réplicas da mesma condição de obtenção e são representativas das condições de experimentais.

O grupo inicial de amostra foi obtido através do levantamento das condições iniciais e exploratórias para a realização dos ensaios para a obtenção das juntas metal/cerâmica. Tipicamente, todas as amostras foram realizadas em temperaturas elevadas, onde pela previsão do diagrama de fases Al-Si, o componente metálico se apresentava no estado líquido durante o tempo de 20 minutos em que o processo foi mantido.

Desse modo na Figura 6.23, tem-se uma microfotografia obtida por MEV da interface após a fratura do corpo de prova 03. Na região inferior da Figura 6.23, tem-se o componente cerâmico e a interface pode ser observada no centro da Figura; na parte superior, o metal apresenta-se parcialmente aderido ao substrato cerâmico da região inferior e livre na região superior, resultado da separação interfacial ocorrida durante o ensaio de flexão em 4 pontos. Observa-se que o desprendimento do metal da interface cerâmica, em muitos pontos da amostra, apresenta a superfície formada por poros e ramificações. Nota-se também na parte superior do componente metálico, por isso afastado da interface, aparentemente uma outra textura do metal de solda, de modo mais liso que aquele presente na interface com a cerâmica.

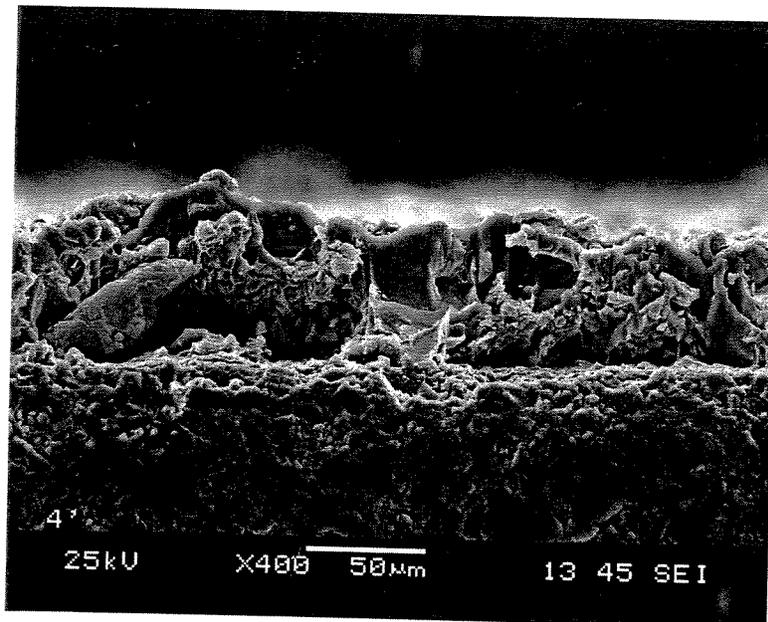


Figura 6.23 – Interface de fratura do corpo de prova 03, obtido através de soldagem, por difusão nas condições: carga de 301 N, temperatura de 610 °C e tempo de 20 minutos.

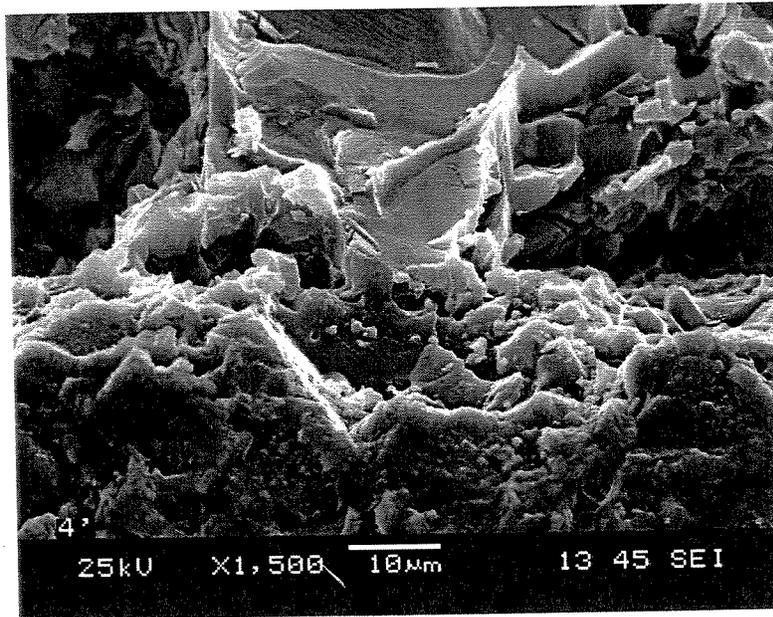


Figura 6.24 Imagem da superfície de fratura da amostra 03, na mesma região da amostra anterior, porém com aumento maior.

Analisando uma região particular dessa mesma amostra, mas com aumento maior, como mostrado na Figura 6.24, pode-se observar em primeiro plano a superfície cerâmica, envolvida em alguns pontos pelo que parece ser a liga metálica. Na parte superior, observa-se com maiores detalhes em relação à imagem anterior, o resultado da fratura sobre o material metálico, onde junto à interface o material se mostra mais poroso, como que tivesse moldando os grãos cerâmicos, e logo acima, o metal se apresenta em superfícies mais planas. Essas constatações foram comprovadas através da medida do tamanho dos grãos cerâmicos da matéria prima, utilizando as imagens obtidas no MEV. Na região central da figura observa-se nitidamente, o comportamento tipicamente frágil da estrutura da liga de alumínio. Isso pode ser afirmado através da análise da superfície de fratura, onde se pode observar tipicamente as ‘marcas de praia’ características desse tipo de fratura.

Ainda com relação à amostra 03, na Figura 6.25 observou-se uma região da amostra aonde o metal de solda não se desprendeu de uma das superfícies, mostrando seu aspecto original, sem polimento. Apesar da interface não se apresentar totalmente nítida, observa-se o aspecto da liga metálica com rugas e dobras, provavelmente devido ao efeito da fusão e solidificação posterior, sob carga sob efeito de solidificação lenta. Os veios escuros (setas claras) presentes ao longo de

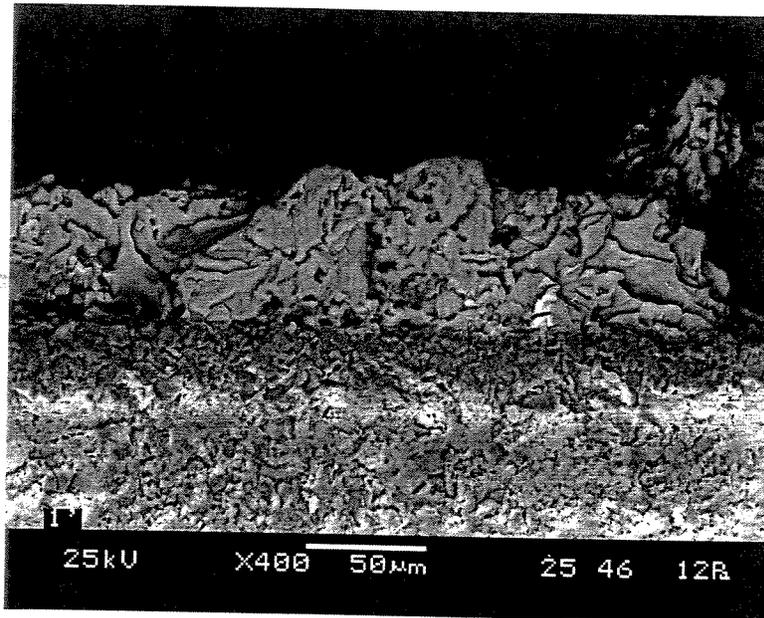


Figura 6.25 – Interface de solda por difusão entre alumina e a liga metálica AlSi 12 da amostra 3, onde a parte inferior representa a alumina.

todo o componente metálico, sem direção preferencial indicam a fase rica em Si, presente no eutético, comprovada através de análise por microsonda eletrônica. Esta região também faz parte da amostra 03, mas foi observada numa região onde a fratura ocorreu na outra interface, mantendo essa região observada, com a interface intacta.

Estudando ainda a amostra 03, agora observando a face de modo vertical, na Figura 6.26, tem uma imagem panorâmica de toda a superfície, de onde se pode tirar três regiões para observações mais particularizadas, através de aumentos maiores. Nessa Figura, na lateral inferior

à esquerda, tem-se uma parte do metal de solda que permaneceu ligado à superfície cerâmica, do mesmo modo que na central-inferior-direita, que se projeta por quase toda a lateral direita. Pode-se observar nessa imagem que ainda há pequenas e isoladas partes de metal aderido a superfície cerâmica, assim como há falhas na região do metal aderido na cerâmica. Observando-se a superfície metálica, observa-se que ela não se apresenta lisa e sim rugosa, com o formato aparente da superfície cerâmica que foi removida.

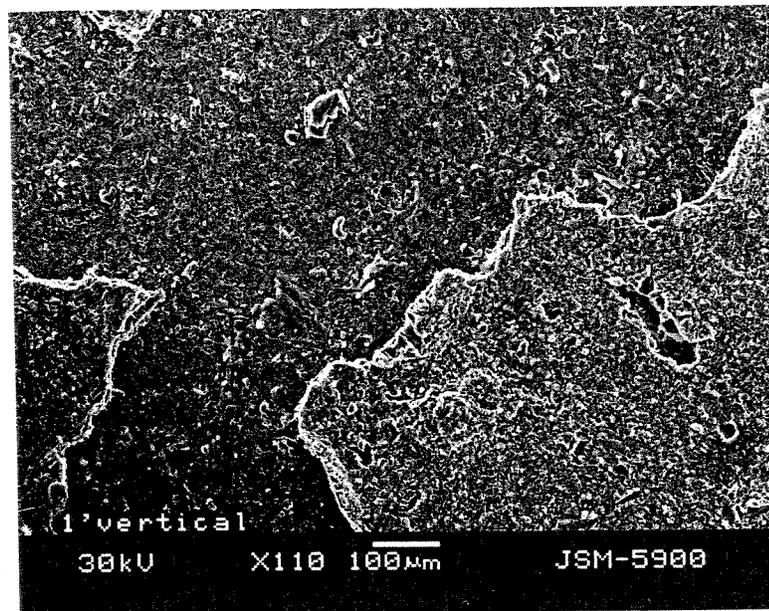


Figura 6.26 - Imagem obtida por MEV da superfície de fratura do corpo de prova 03, onde se tem partes da liga de Al sobre a alumina na região à direita da amostra.

Os corpos de prova obtidos na condição 03, apresentaram o tipo de fratura na interface metal-cerâmica, como pode ser observado na Figura 6.26. A análise da superfície de fratura mostra a presença de regiões em diferentes planos, de modo bem representativo sobre toda a superfície da amostra, sendo que a análise química dessas regiões foi realizada através de microsonda eletrônica em diferentes pontos. Na Figura 6.27, observa-se uma região próxima à borda da amostra, onde se pode notar a presença de diversas fases, diferenciadas por tons mais escuros. Na Figura 6.28 são indicadas diferentes regiões onde se procedeu à análise química,

tendo-se como resultado que as regiões **a** e **c** são equivalentes tanto na presença dos mesmos elementos quanto nas quantidades relativas de Al, Si, O (ver espectros relativos no ANEXO 1A). Nesse caso, há maior ocorrência de Al e Si, indicando provavelmente o domínio da fase metálica sobre a cerâmica. No ponto **b**, o aspecto polido e facetado da superfície poderia indicar que se tratava exclusivamente da fase cerâmica, mas a análise pela microsonda indicou teores relativos elevados de Al e O e muito pouco Si, indicando além da fase cerâmica, há presença também de fase metálica AlSi. No ponto **d**, conforme o resultado da análise, os componentes indicados são representativos da fase cerâmica, embora a observação visual, neste caso não forneça dados suficiente para uma definição completa. A Figura 6.29, mostra a seqüência de análises realizadas em outras regiões características da amostra, onde os pontos **e** e **f** compõem a fase cerâmica e a região onde se encontra o ponto **g** há ocorrência de Al, O e Si em quantidades apreciáveis, determinando que esta estrutura corresponde à liga metálica.

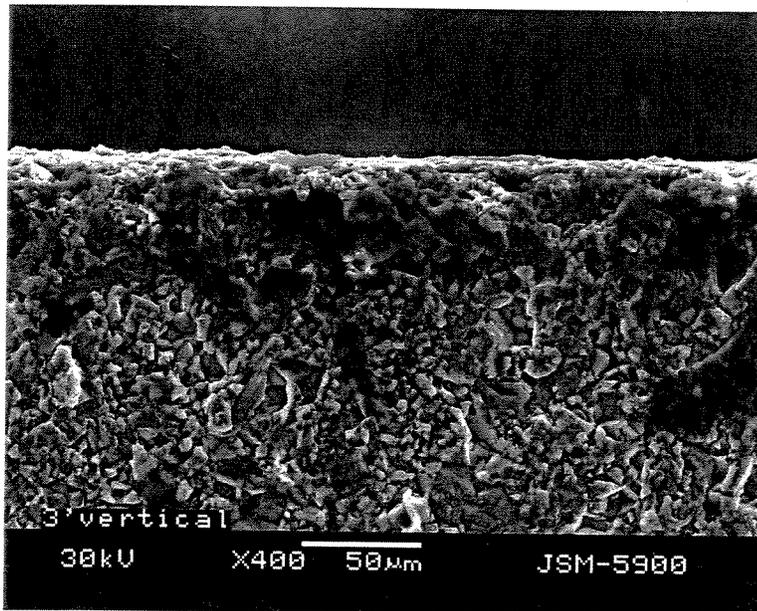


Figura 6.27 – Presença de diversas fases próximas a interface de fratura da amostra 03.

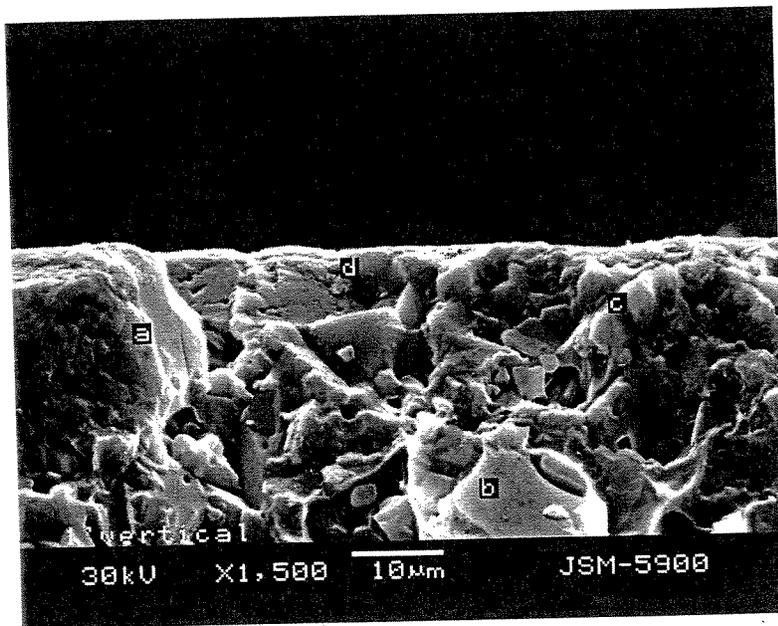


Figura 6.28 - Detalhe da interface de fratura da amostra 03, retirada da mesma região da Figura 6.26.

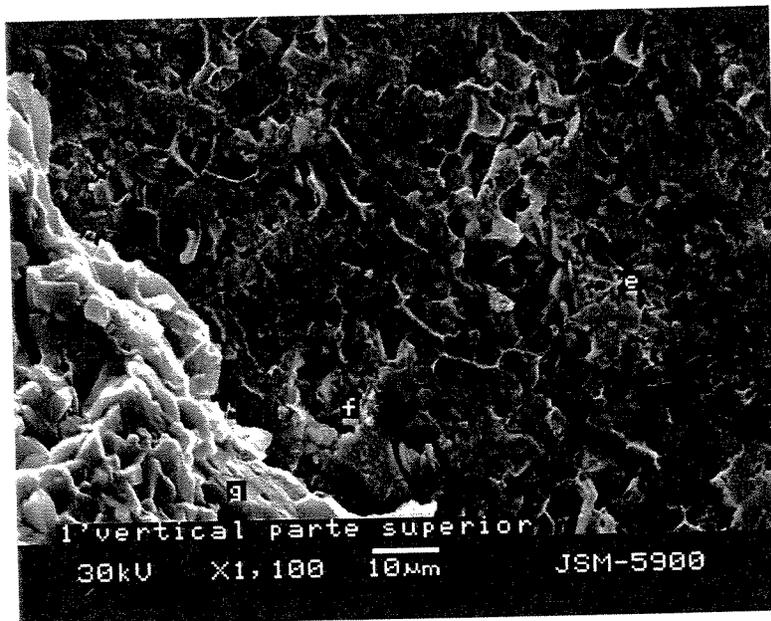


Figura 6.29 - Detalhe da interface de fratura da amostra 03, mostrando outros aspectos da fratura na mesma região da Figura 6.26.

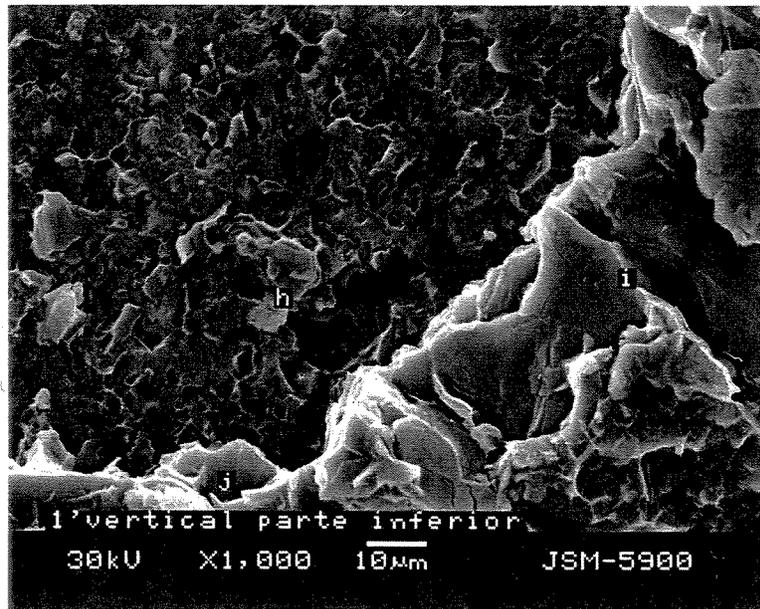


Figura 6.30 - Detalhes da interface de fratura da amostra 03, onde h é alumina, i e j são regiões da liga metálica.

A Figura 6.30 mostra outros ângulos da interface de fratura da amostra 3, onde nas regiões i e j se caracterizam pela liga metálica com um aspecto predominante frágil e com trincas, diferente da região h, de aspecto contínuo, como as demais observações as alumina.

Observando a superfície de fratura amostra 04, Figura 6.31, obtida a 600 °C, 20 minutos e 301 N, pode-se observar a presença de diversas regiões distintas. Por toda a superfície, observa-se a presença de estrias, resultado do processo de retífica com disco diamantado que o material cerâmico sofreu após o corte dos corpos de prova. Fazendo uma análise da superfície através de microsonda eletrônica nas diferentes regiões, verificou-se que a região (a) é formada essencialmente por óxido de alumínio, não se constatando nenhum traço de Si nos ensaios realizados. Já a região (b) medida sobre uma estrutura aparentemente circular, indica a presença de Si e oxigênio além do alumínio, indicando a presença de uma estrutura mista metal/cerâmica no ponto estudado. A região (c), com um aspecto diferente das demais regiões também foi analisada, mas os resultados das análises por microsonda indicaram somente a presença de alumínio, sem oxigênio ou silício, indicando que esta região provavelmente continha somente a fase metálica rica em Al. A região (d), com uma geometria regular, aparenta estar acima do plano

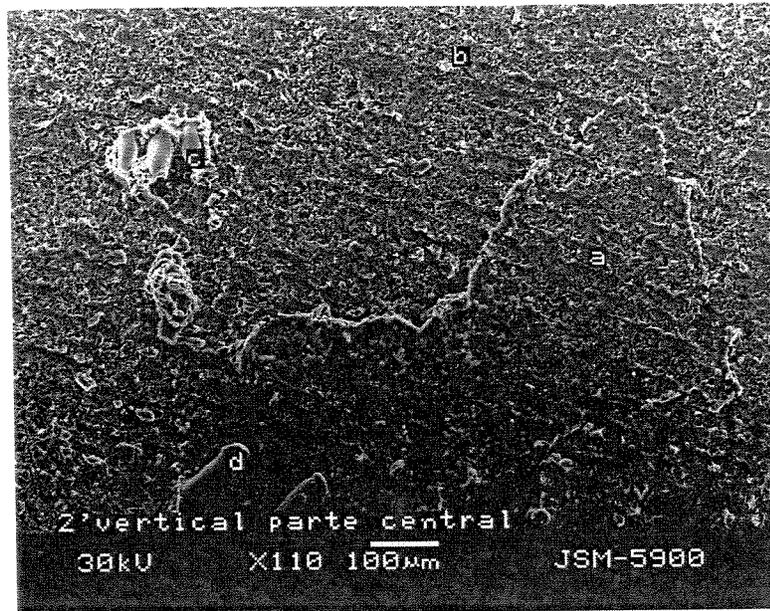


Figura 6.31 – Imagem da superfície de fratura da amostra 04 (600 °C, 20 minutos e 301 N) obtida por MEV.

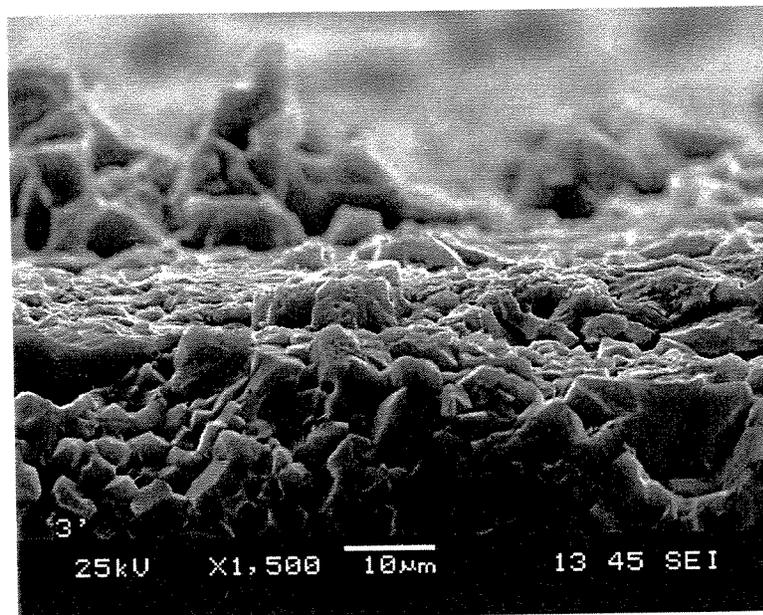


Figura 6.32 – Microestrutura na interface de fratura da amostra 04 com grãos da alumina em primeiro plano.

onde se encontram as marcas da retífica, e sob a análise da microsonda, constatou-se a presença essencialmente de alumínio, indicando provavelmente, tal qual a região (c), a presença de uma única fase metálica. Nessa mesma amostra, fazendo-se uma observação a partir da tangente da fratura, Figura 6.32, observa-se que há partes formando um alto relevo sobre a superfície de fratura, resultado do processo de separação das superfícies metal/cerâmica ocorrido durante o ensaio de flexão em quatro pontos; em primeiro plano observa-se os grãos da alumina. Essas regiões podem, provavelmente corresponder a regiões como aquelas observadas na Figura 6.31.

Observando a superfície de fratura da amostra 01, obtida em pressão muito baixa 0 N, numa temperatura consideravelmente elevada 620 °C, num tempo de 20 minutos, nota-se que houve algum tipo de aderência do metal sobre a cerâmica, como pode ser visto na Figura 6.33, com o formato de ilhas nas regiões a esquerda e a direita na Figura. Estas informações puderam ser comprovadas através de microanálise realizada em diversas regiões que estão indicadas nas

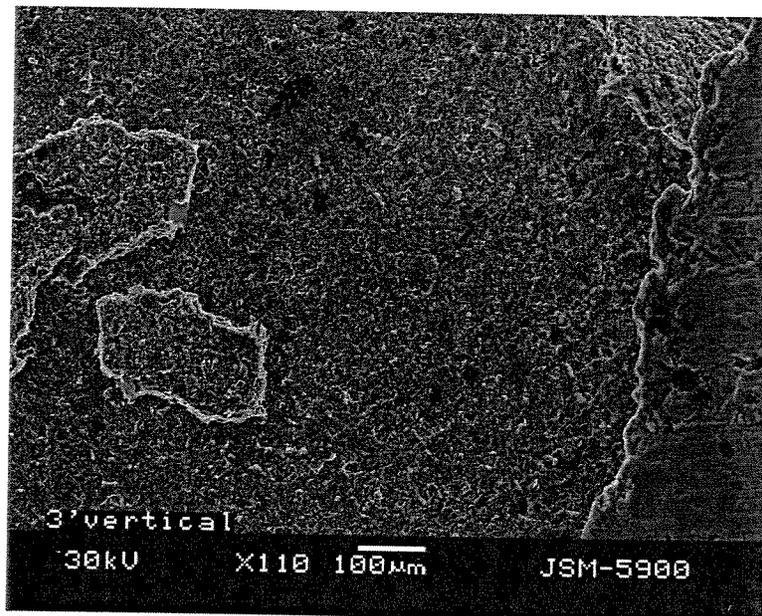


Figura 6.33- Superfície de fratura da amostra 01 obtida sem aplicação de pressão, na temperatura 620 °C, sob tempo de 20 minutos.

Figuras 6.34 e 6.35. Na região a da Figura 6.34, a análise química comprovou a existência de Al e Si em quantidade muito superior ao O, podendo indicar realmente que se trata do metal de solda; por outro lado, observa-se o aspecto muito característico de uma superfície metálica bastante diferente da superfície cerâmica da Figura 6.34. Por outro lado, as regiões b e c indicaram através da microanálise presença quase que exclusivamente do Al, sem Si ou O, indicando poder tratar-se da fase metálica rica em Al.

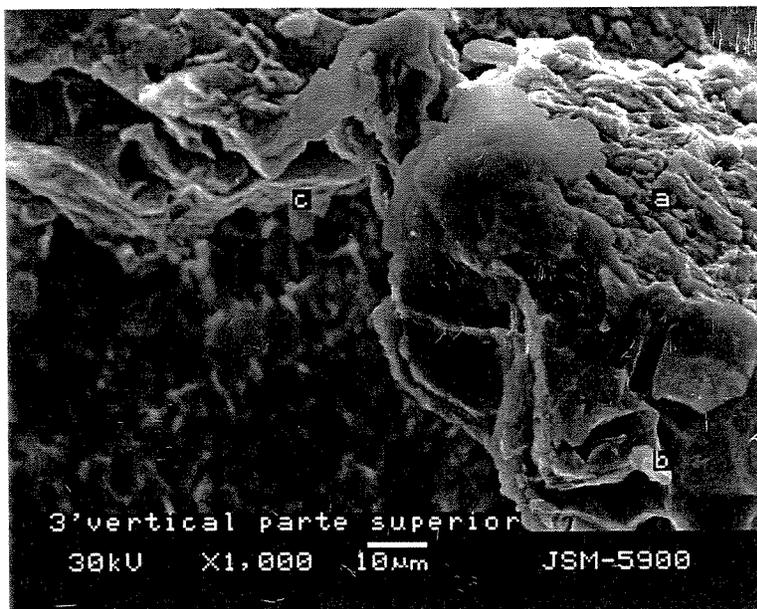


Figura 6.34 – Região de microanálise da amostra 01, onde a é a liga de Al, b e c são regiões da fase metálica rica em Al.

Na Figura 6.35, a região d, com um formato diferenciado do restante da superfície e como resultado da microanálise, os elementos presentes foram Al e Si essencialmente, confirmando novamente a ligação da liga metálica com a cerâmica; já as regiões e e f apresentam oxigênio, sugerindo que compostos cerâmicos e metálicos existem numa região muito próxima e de modo menos intenso na região f. Todos os espectros citados estão no ANEXO 3A.

Na Figura 6.36, tem-se a mesma amostra 01, numa posição a 90 ° em relação a imagem da Figura 6.35, mostrando no primeiro plano a interface formada pelo material cerâmico na parte

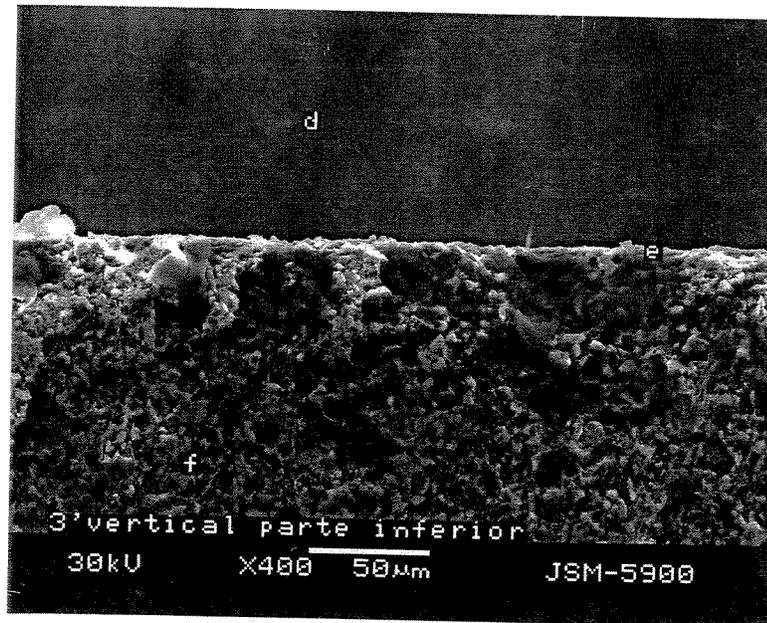


Figura 6.35- Região de microanálise da amostra 01, onde d é a liga AlSi, e e f é alumina.

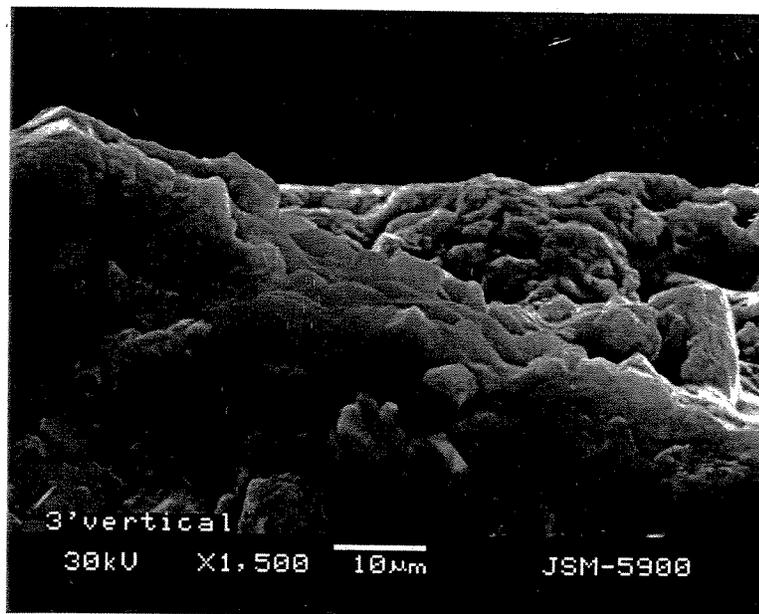


Figura 6.36 - Amostra 01 (sem carga, 620 °C por 20 minutos), imagem do plano perpendicular a fratura, com o material cerâmico em primeiro plano.

inferior, a liga metálica ao centro e a superfície da amostra na região superior. Nessa imagem pode - se destacar as diferentes estruturas dos diferentes materiais , sendo a cerâmica mais compacta e a estrutura metálica com mais poros, particularmente nessa região. O fato da amostra ter sido obtida em alta temperatura (620 °C, por 20 minutos), provocou a fusão e a resolidificação da liga metálica.

Maiores detalhes dessa região são apresentados na Figura 6.37, onde o metal está na região superior da imagem. Nessa Figura, distingue-se muito claramente a diferença estrutural do dois materiais que compõem a junta e a maior quantidade de poros no material metálico. Apesar da presença dos poros a resistência mecânica dessa junta foi muita elevada, da ordem de 272 MPa, mas é bastante difícil observar-se claramente a interface entre os dois materiais e dessa forma se proceder a algum tipo de análise puntual.

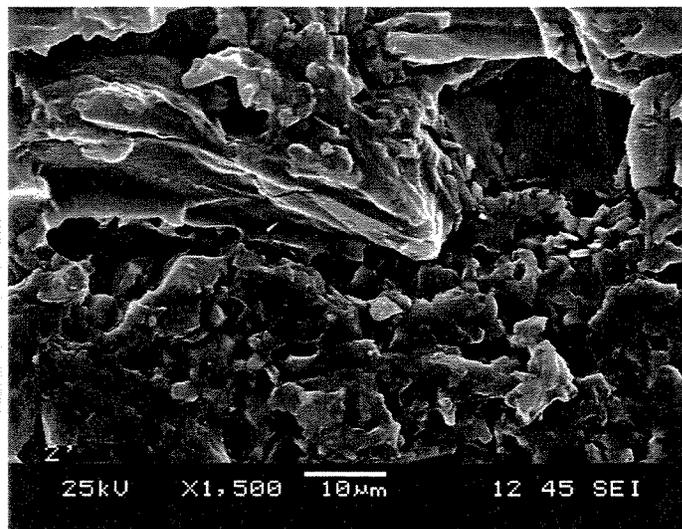


Figura 6.37 – Detalhe da superfície de fratura da amostra 01, observando-se a porosidade do metal de solda .

Analisando outro grupo de amostras, começando pela 7 (carga de 301 N, a 500 °C e 30 minutos), pode-se observar na Figura 6.38 , uma imagem da interface metal-cerâmica, onde o corpo cerâmico está na região inferior da interface, a qual não está totalmente separada da cerâmica. Observa-se que no corpo de prova cerâmico há diversos poros, característica dos materiais cerâmicos em geral. Apesar da carga aplicada, não houve registros de trincas nos corpos de prova cerâmicos na região da interface, sendo que a mesma se apresenta contínua. Com relação ao componente metálico, observa-se também que ele se apresenta homogêneo, em trincas

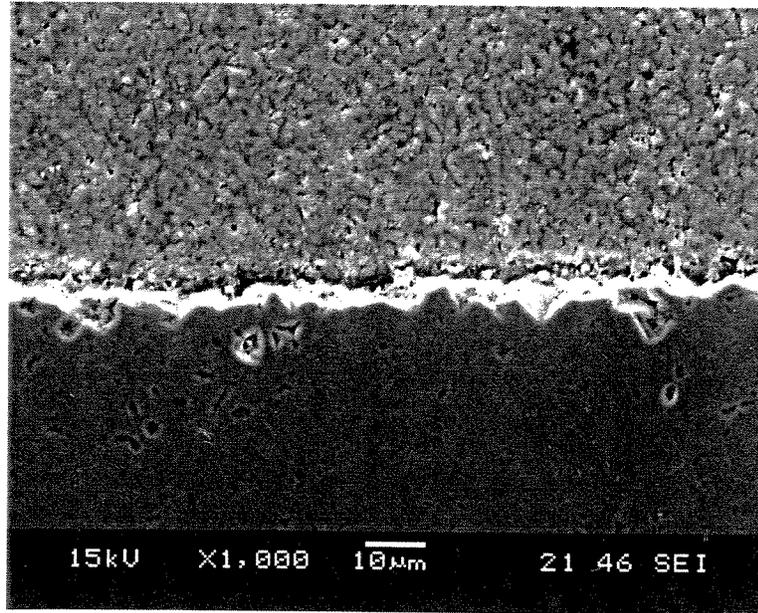


Figura 6.38 - Interface de soldagem por difusão de amostra obtida a 501°C a 30 minutos sob carga de 301 N, onde a alumina é vista par parte inferior da fotografia.

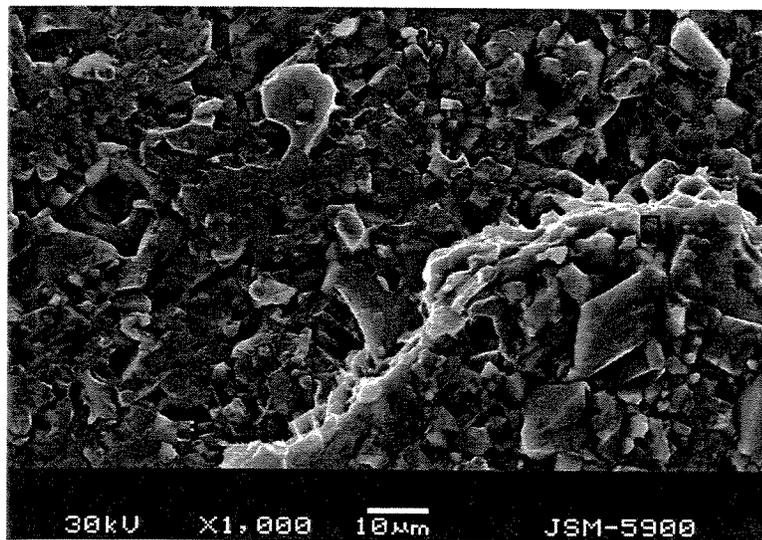


Figura 6.39 - Superfície da cerâmica após ensaio de flexão em 4 pontos para a mesma amostra anterior.

ou outros defeitos. A análise da interface indicou que os corpos de prova fraturados nesta condição apresentaram fratura na interface, entre os dois materiais, havendo indícios de partes metálicas aderidas à superfície cerâmica. Esta interface aparentemente frágil corresponde aos valores de uma resistência a flexão em 4 pontos muito baixa (46,85 MPa) comparada com os melhores resultados. A superfície de fratura pode ser vista na Figura 6.39.

Na amostra 11 (518 °C, 60 minutos, 301 N), o aspecto microestrutural da região da fratura é muito semelhante ao da amostra 07, tanto no que diz respeito ao modo de fratura que também ocorreu na interface, como na integridade dos componentes formadores da junta. Por outro lado, um aumento de 30 minutos no tempo de permanência, e 16 °C na temperatura, representaram um aumento da ordem de 51% na resistência mecânica da junta (72,95 MPa). A Figura 6.40, apresenta a interface entre a liga de alumínio, na região superior e a alumina. Observa-se nessa Figura os poros comuns dos materiais cerâmicos e a microestrutura típica da liga AlSi.

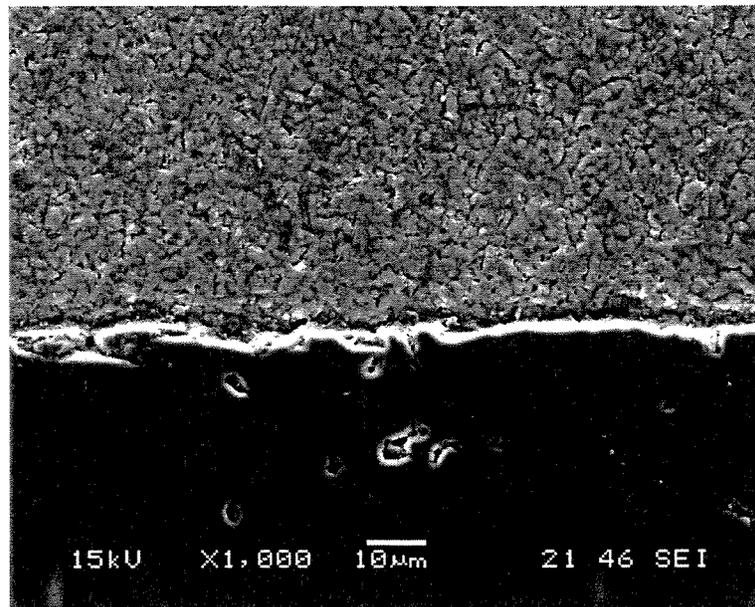


Figura 6.40 - Imagem de microscópio eletrônico de varredura da interface de junção alumina-AlSi12, obtida do corpo de prova 11 (518 °C, 60 minutos, 301 N). A parte superior representa a liga metálica.

A amostra 9, cuja microfotografia está ilustrada na Figura 6.41, representa a imagem da interface da junção obtida por soldagem por difusão entre alumina e AlSi12, obtida na mesma carga das duas amostras anteriores, mas com um tempo maior, de 90 minutos, e a 22 °C acima da temperatura do corpo de prova 06. Apesar do tipo de fratura também ter ocorrido na interface de ligação metal-cerâmica, como nas demais amostras, uma das interfaces se mostra íntegra sem trincas, contínua e aparentemente com o metal aderido na superfície cerâmica. Ainda nessa Figura, o componente cerâmico é visto na região inferior da Figura, onde se observa que há a ocorrência de pequenas partes cerâmicas que penetram na superfície metálica. Na região central, se encontra o componente metálico com um afastamento da superfície metálica, provocado pela ação dos esforços mecânicos do ensaio de flexão; observa-se na região central, ligeiramente à direita, a presença de um grão cerâmico incrustado na liga metálica. Com relação à resistência mecânica, apesar de estruturalmente a junção apresentar as mesmas características das duas amostras anteriores, a resistência mecânica apresentou um valor intermediário (59,63 MPa).

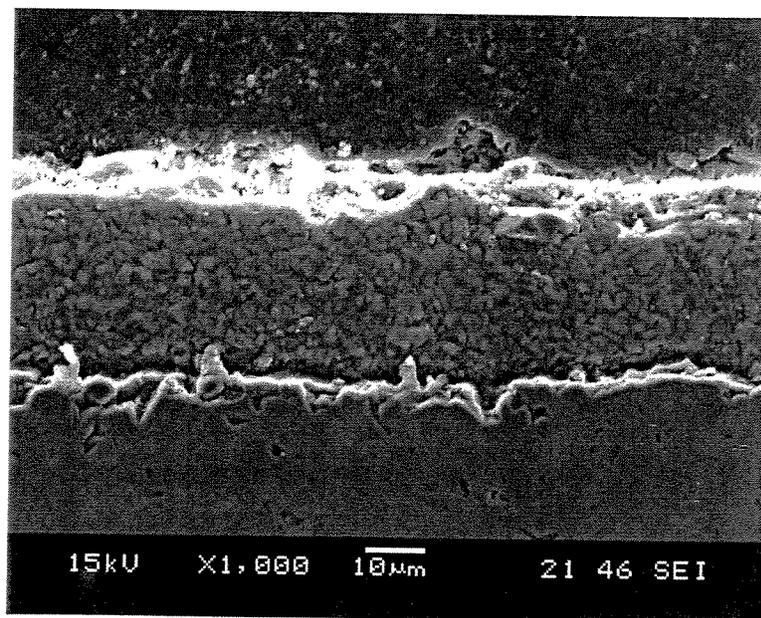


Figura 6.41 - Interface de junção da amostra 09 (301 N, 522 °C e 90 minutos). A região central da amostra representa o componente metálico.

Não foi possível estabelecer uma relação direta da microestrutura com os valores de resistência mecânica para esse conjunto de amostras, através das técnicas utilizadas, uma vez que nenhuma fase nova ou situação anormal pode ser identificada, apesar de todas terem sido elaboradas sob altas cargas (301 N) e baixas temperaturas (entre 500 e 522 °C) e a resistência mecânica baixa.

Estudando agora outro conjunto de condição de obtenção de juntas, serão discutidos os resultados da amostra 20, representando a condição de 301 N, temperatura de 556 °C e um tempo de 30 minutos, tendo como resultado es ensaios mecânicos, valor médio de 106,88 MPa, valor considerado intermediário. Estudando uma imagem representativa da interface da junção, Figura 6.42, observa-se uma interface contínua, sem trincas aparentes, descontinuidades ou outros tipos de defeitos; também não se observou a presença de outras fases ou mesmo segregações de elementos químicos, através da técnica de imagem de RX. Esses resultados são aparentemente conclusivos para as técnicas de análise utilizadas no estudo das interfaces, porém, técnicas como difração de raios X ou microdifração de raios X, poderiam no futuro ser testadas para tentar investigar e identificar, de maneira mais minuciosa as ligações entre os materiais da interface.

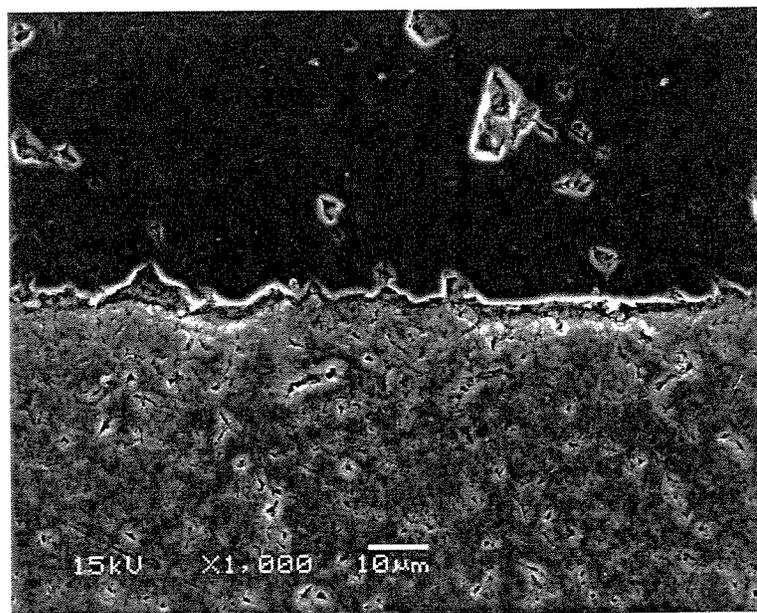


Figura 6.42 – Imagem da interface de soldagem por difusão da amostra 20 (carga de 301 N, temperatura de 556 °C e tempo de 30 minutos). A alumina está na parte superior.

Considerando agora a amostra 24, representante do grupo de amostras obtidas na condição de 301 N, na temperatura de 600 °C, sob um tempo de operação de 60 minutos; mas o valor médio dos ensaios de tração foi de 81,23 MPa, um valor considerado relativamente baixo, quando comparado com outros resultados de diferentes condições de ensaio.

Estudando a interface de soldagem, como mostra a Figura 6.43, essa se apresenta contínua e sem defeitos, no componente cerâmico (parte superior da Figura), estão presentes poros intergranulares, característicos do material, embora não tenham sido notadas trincas, apesar da carga e temperaturas elevadas.

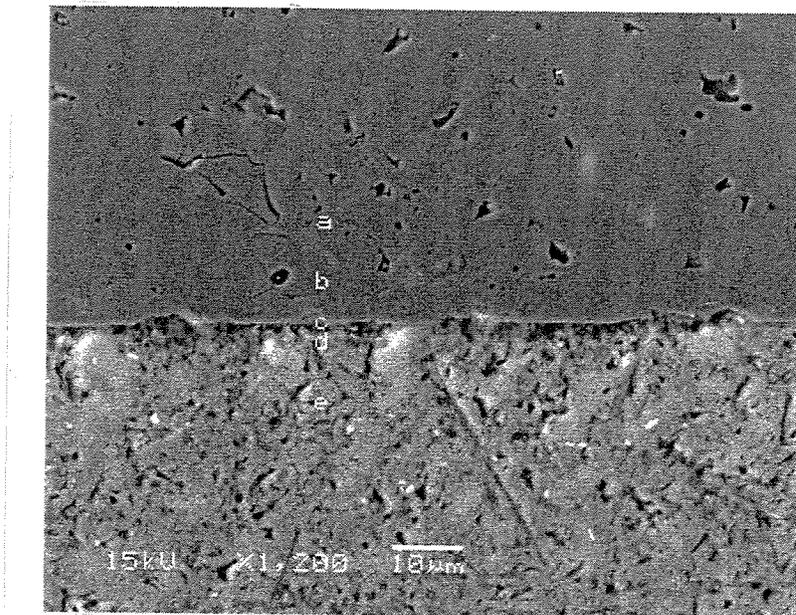


Figura 6.43 – Interface de soldagem da amostra 24 obtida a 600 °C, 301 N, sob um tempo de 60 minutos. A alumina está na região superior da fotografia.

No componente metálico, também não se observaram poros, mas o que se tem é a distribuição de fases, principalmente aquelas ricas em Si, comprovada pela análise de imagem de RX, (Figura 6.44), tipicamente do eutético AlSi; por outro lado, a observação mais cuidadosa nessas imagens, sugere a presença de Si não ligado ao Al nem ao O, portanto Si metálico, na interface com a alumina. A presença desse elemento segregado na interface não foi detectado em outra condição de ensaio e poderia estar relacionado com o baixo desempenho da resistência mecânica da interface.

Outra característica dessa amostra é que a superfície foi polida numa politriz de precisão, na tentativa da observação de maiores detalhes superficiais e que pode ter contribuído para a identificação da fase citada.

A presença de Si em pontos isolados da amostra, como visto no mapeamento do silício, Figura 6.44, poderia estar associada a difusão deste na alumina, apesar da estrutura da alumina ser muito fechada, dificultando a difusão de elementos químicos na estrutura. Esses fatos poderiam ser comprovados termodinamicamente, mas ausência de dados a respeito do sistema estudado é muito grande, dificultando a compreensão do fenômeno completo ocorrido na interface.

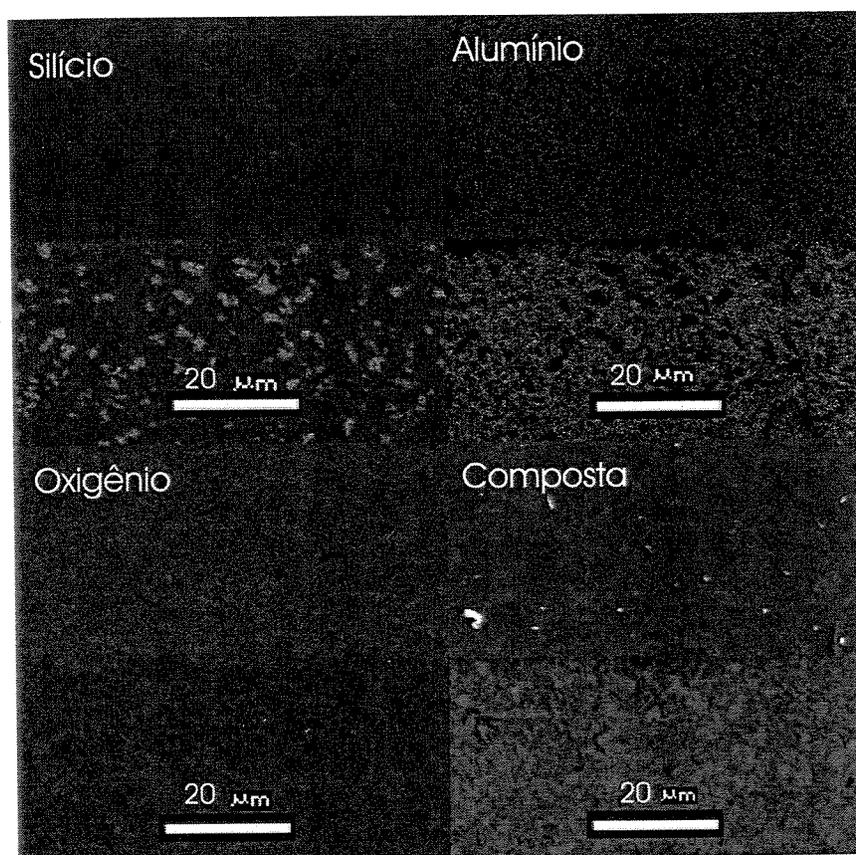


Figura 6.44 – Imagem de raio X da amostra 24 para mapeamento de Al, Si e O.

Na interface observada, procedeu-se a uma série de análises pontuais, iniciando no componente cerâmico, passando pela interface e terminando dentro do componente metálico, uma extensão de aproximadamente 20 μm . Os resultados dessas análises indicaram a presença de Si a aproximadamente 5 μm da interface, no lado cerâmico, além da presença também na interface. Essa outra análise realizada pela microanálise pontual, constatou efetivamente a presença de Si no componente cerâmico. Como a imagem de RX mostrou, o Si está presente de modo descontínuo e pontual, podendo ser resultado de difusão na região interfacial. Os espectros dessas análises estão no ANEXO 3B.

Apresenta-se e se discute nesse parágrafo, os resultados da análise da interface de soldagem da amostra, 2, que compõe o grupo de corpos de prova produzidos sob carga de 301 N, sendo que a temperatura da operação foi de 604 °C, e o tempo de tratamento elevado, 90 minutos. Retomando o valor médio dos resultados dos ensaios mecânicos, 119,11 MPa, este está muito acima daquele obtido na condição anteriormente estudada, embora somente o tempo de operação tenha sido alterado. Na Figura 6.45 está mostrada uma imagem da interface onde se identificou que o material cerâmico trincou no sentido longitudinal, possivelmente sob a ação da carga aplicada atuando sobre um concentrador de tensão preexistente. A região se apresenta bastante

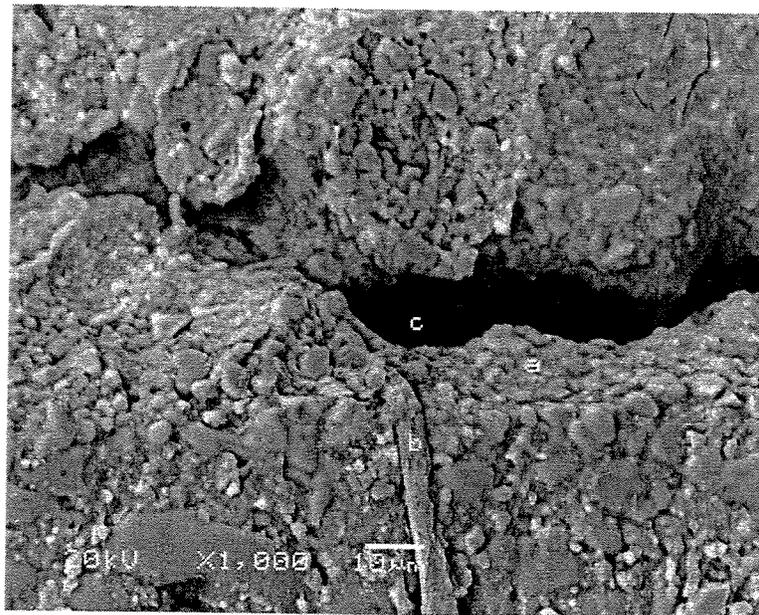


Figura 6.45 – Imagem da interface de fratura da amostra 26 obtida sob carga de 301 N, na temperatura de 604 °C, e sob tempo 90 minutos. Observa-se a presença de trincas na interface

complexa, mas observa-se a interface na região central da Figura. Com a realização de microanálise puntual em diferentes regiões, pode-se esclarecer alguns detalhes da superfície. No ponto **a**, análise acusou a presença de muito Al, pouco Si e O em maior quantidade, indicando provavelmente a distribuição dos elementos por toda a região, ficando difícil identifica-los em separado. No ponto **b**, percebe-se que houve o preenchimento de uma trinca do material cerâmico pelo componente metálico, em função da elevada temperatura que fundiu a liga, aumentando sua fluidez e que sob a ação da elevada carga, favoreceu a ocupação do vazio na estrutura cerâmica.

A análise química indicou que o veio em destaque na trinca apresenta, de modo semiquantitativo, mais Si que O. Na região próxima ao ponto **c**, além de Al, os outros componentes identificados Ca em grande quantidade e Ba, são componentes até então não observados na análise, fazem parte da composição da massa cerâmica, atuando como ligantes e fundentes.

Todos os espectros relativos às análises mencionadas, estão relacionados no ANEXO 3C.

O que se pode perceber nessa amostra ao se estudar a borda da trinca, é que a interface entre os dois materiais está sempre visível, dando a entender que não há uma perfeita interação entre os elementos. Resultando numa interface heterogênea.

Trabalhando agora com outro conjunto de amostras, estudou-se a amostra 16 (carga de 92 N, temperatura de 559 °C e tempo de 60 minutos), que apresentou, valores bastante baixos de resistência mecânica (da ordem de 84 MPa), quando comparada com as demais amostras. O tipo de fratura observada foi do tipo 2, ou seja, a ruptura dos corpos de prova quando submetido aos ensaios de flexão em quatro pontos se deu na interface metal-cerâmica. Na Figura 6.46, pode ser observada a superfície de fratura dessa amostra, onde se tem uma superfície praticamente homogênea, sem defeitos, mas também com pouca quantidade de fase metálica aderida a cerâmica. Esses fatos puderam ser comprovados por análise de microsonda eletrônica, conforme indicados nos pontos **a**, **b**, **c** e **d**, cujos espectros estão relacionados no ANEXO 3D. Da análise desses espectros, a região indicada por **a** é formada essencialmente por alumínio, pouco silício e

oxigênio em quantidade relativamente maior, indicando possivelmente a formação da liga metálica mais a cerâmica do substrato. Já a região **b**, aparecendo no interior da região **a**, somente em alguns pontos, é formada essencialmente por Si e alumínio, não se verificando nesse ponto a presença de oxigênio; deve ser destacado que a quantidade de Si indicada é muito superior á de Al, segundo a análise semiquantitativa. A região predominante por toda a amostra está representada pelo ponto **c**, a qual é formada por Al e O, não se constatando a presença de outros elementos químicos. Através das análises realizadas não é possível a determinação ou a confirmação dos compostos químicos presentes, mas acredita-se que seja realmente a alumina. As pequenas regiões representadas por **d**, apresentaram espectro semelhante à região **a**, contendo predominantemente Al e O e Si em menor escala. O fato que realmente chama a atenção nessa superfície, foi a forma superficial que o metal aparenta ter se ligado à superfície cerâmica, conferindo uma resistência interfacial bastante baixa.

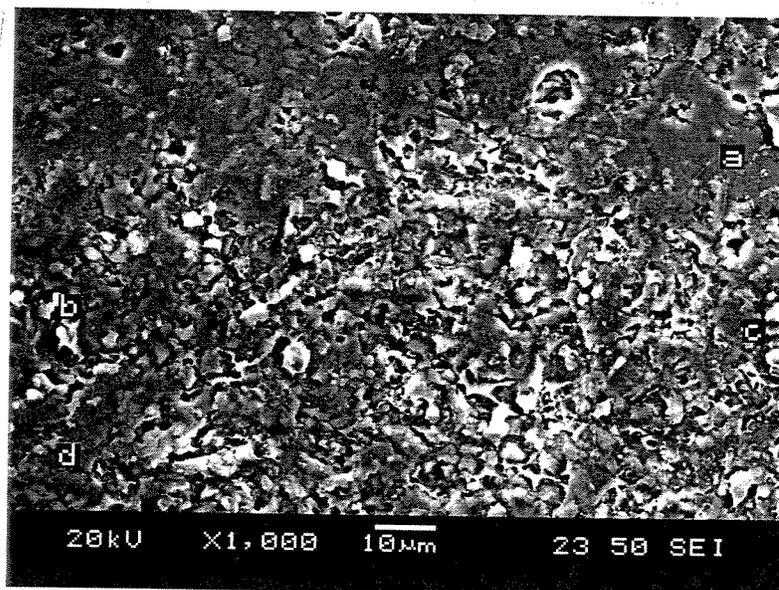


Figura 6.46 – Superfície de fratura da amostra 16, obtida sob carga de 92 N, temperatura de 559 °C e tempo de 60 minutos; nota-se a presença de diversas fases na superfície.

Considerando a amostra 18, obtida na mesma condição de carga, em temperatura 10 °C acima e num tempo de 90 minutos contra 30 da amostra 16, obteve-se um comportamento mecânico totalmente diferente daquele obtido na amostra anterior. A resistência mecânica medida nos ensaios de tração em quatro pontos passou de 84,6 MPa para 364,5 MPa. Analisando a interface de fratura, observa-se que ambos conjuntos de corpos de prova apresentaram o mesmo tipo de ruptura, ou seja, na interface, embora numa escala de valores muito diferente. Outro aspecto de fabricação que sem dúvida deve ter contribuído foi a limpeza química realizada no componente metálico amostra 18 e que não foi realizada na amostra 16. Tal procedimento atua no sentido da remoção da camada de óxidos superficiais, além de ativar quimicamente a superfície, potencializando-a para a realização de ligações químicas.

Na Figura 6.47 pode-se observar o aspecto superficial dos grãos cerâmicos, os quais apresentam alguma variação de tamanho sendo que o diâmetro médio está na faixa dos 5 µm.

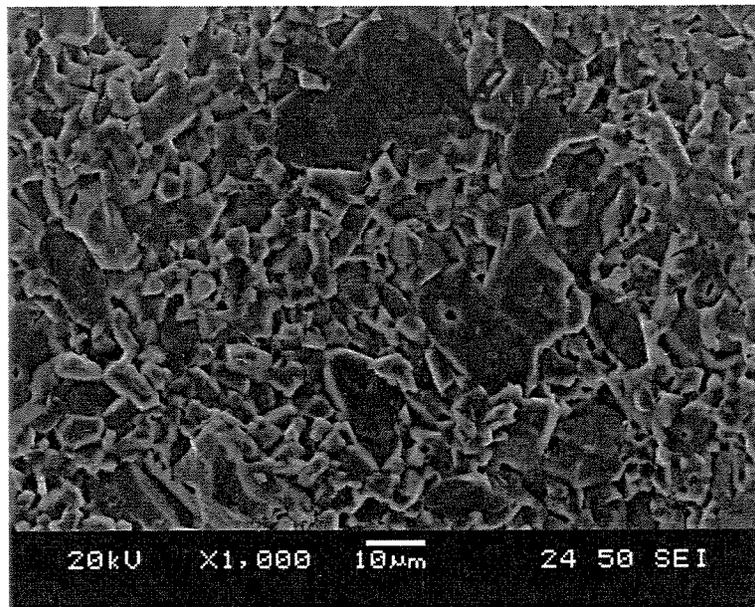


Figura 6.47 – Superfície do material cerâmico da interface de soldagem da amostra 18 (carga de 92 N, temperatura de 569 °C e tempo de 90 minutos).

Observando-se outras regiões da amostra, como mostrado na Figura 6.48, observou-se a presença de regiões diferenciadas em relação à amostra anterior. Realizada microanálise em diferentes pontos da superfície, verificou-se que a regiões **a** e **c** apresentam praticamente as mesmas composição e relação dos elementos, sendo predominante o Al, Si e O em quantidades muito reduzidas (ver ANEXO 3E), indicando muito provavelmente tratar-se do substrato cerâmico juntamente com componentes da liga metálica, que podem ter se ligado quimicamente ao substrato em função do tempo de permanência sob carga em alta temperatura. A região indicada **b** apresentou Al e Si, mas não se detectou a presença de O nas análises realizadas, indicando tratar-se essencialmente da liga metálica. Estas regiões foram observadas sempre próximas das regiões indicadas **d**, cuja microanálise indicou o elemento Si como predominante, depois Al e O em menor quantidade, indicando provavelmente que em função do elevado tempo de tratamento possa ter ocorrido a segregação desse elemento por difusão.

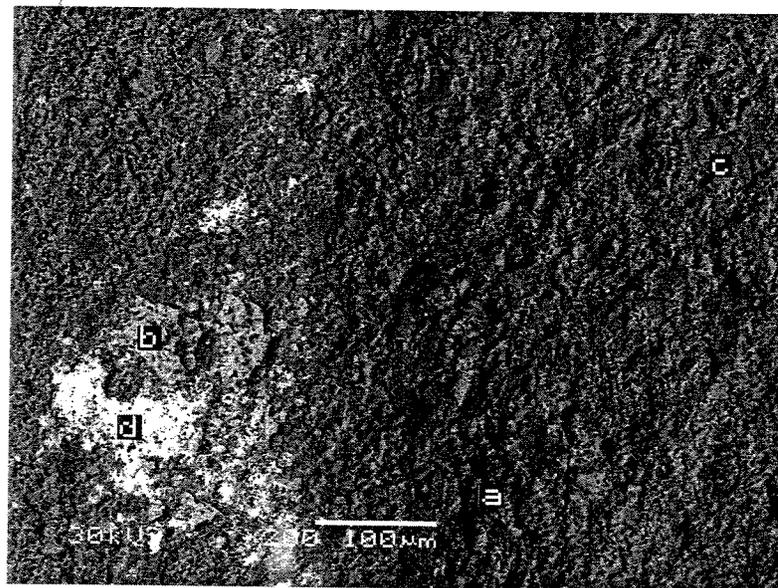


Figura 6.48 – Superfície de fratura da amostra 18, mostrando a presença de diversas fases. A fase clara, **d**, é uma fase rica em Si.

As observações obtidas através de microanálise, foram também confirmadas através de outra técnica de microscopia eletrônica de varredura, ou seja, imagem de RX. O resultado de tal técnica aplicada à mesma região da Figura 6.48 pode ser visto na Figura 6.49, onde em a se observa a presença do Al disperso por toda a amostra, mas ocorre uma maior concentração na mesma região onde na parte b está presente a totalidade do Si. Na parte c pode-se ter uma idéia da distribuição do O disperso, praticamente por toda amostra, a menos na região rica em Al e Si. Na parte d, observa-se uma imagem composta pela superposição das imagens anteriores, formando o conjunto.

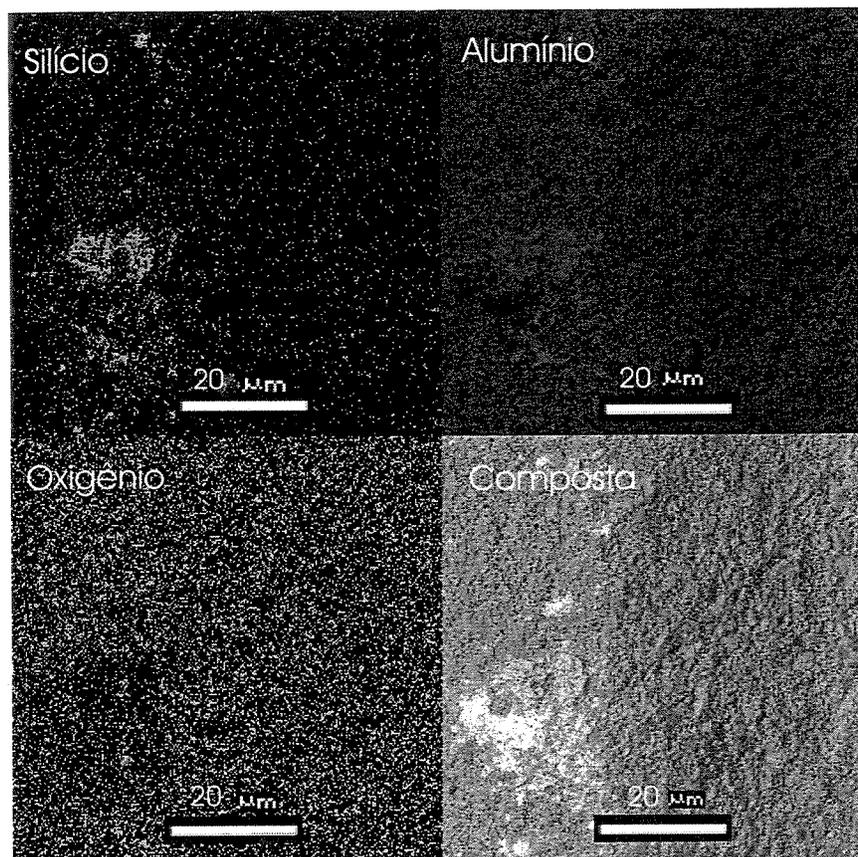


Figura 6.49 – Imagem de RX, mostrando o mapeamento dos elementos Al, Si e O para a superfície de fratura da amostra 18.

A provável segregação do Si deve ter ocorrido no estado sólido, uma vez que as imagens da superfície do Al mostrada na Figura 6.5, utilizado como elemento de ligação, não indicam a presença do elemento com a distribuição como revelada na Figura 6.49, sendo que a fase eutética é muito peculiar. Por outro lado, a temperatura de tratamento é relativamente baixa para ter promovido a fusão (550 °C) da liga e um rearranjo do soluto no estado líquido.

Estudando agora a amostra 13, representando as amostras obtidas sob carga de 92 N, em temperatura de 550 °C e tempo de 30 minutos, obteve-se excelentes resultados nos ensaios mecânicos (média 256,23 MPa).

Na Figura 6.50 está apresentada um vista lateral da região da fratura, onde se observa na parte inferior da figura a alumina e na região superior a liga de adição. Observa-se alguns pontos de ruptura na camada de ligação (a e b), muito provavelmente como resultado do ensaio de flexão. Ainda na região da fratura, observa-se grão do material cerâmico presos na camada metálico c.

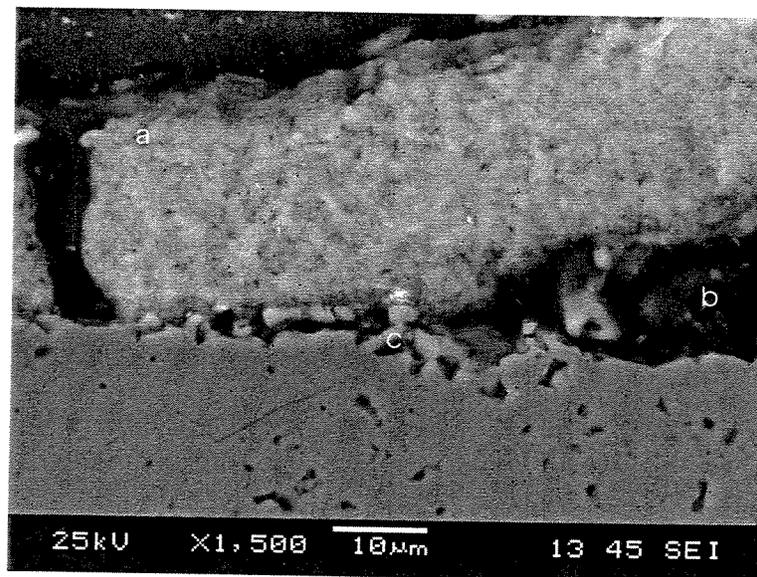


Figura 6.50 – Vista lateral da superfície de fratura da amostra 13, obtidas sob carga de 92 N, em temperatura de 550 °C e tempo de 30 minutos.

Esta região também foi utilizada para a realização de um mapeamento de elementos utilizando imagem de raios X, de modo que na Figura 6.51, nos quadros **a**, **b**, **c** e **d**, pode-se observar os resultados dessa análise. No quadro **a**, tem-se o panorama da distribuição de O na área observada; claramente pode-se notar a interface entre os materiais, a qual limita de modo visível a presença de O em maior quantidade no material cerâmico que no metálico (superior). No quadro **b**, tem-se a distribuição do Si, distribuído de modo segregado e não uniforme sobre a liga metálica; por outro lado, é praticamente improvável a existência de Si no componente cerâmico, de acordo com as informações indicadas, pois a contagem desse elemento é praticamente desprezível no componente cerâmico. O mapeamento do Al na amostra indica de modo bastante inequívoco a presença do elemento em ambos materiais base; próximo a extremidade superior do componente metálico há uma indicação da diminuição da presença do Al, coincidindo com o aumento do O na mesma região, que poderia fazer parte da outra extremidade cerâmica a que estaria ligada anterior ao ensaio. No quadro **d**, tem-se a imagem composta das imagens anteriores individuais.

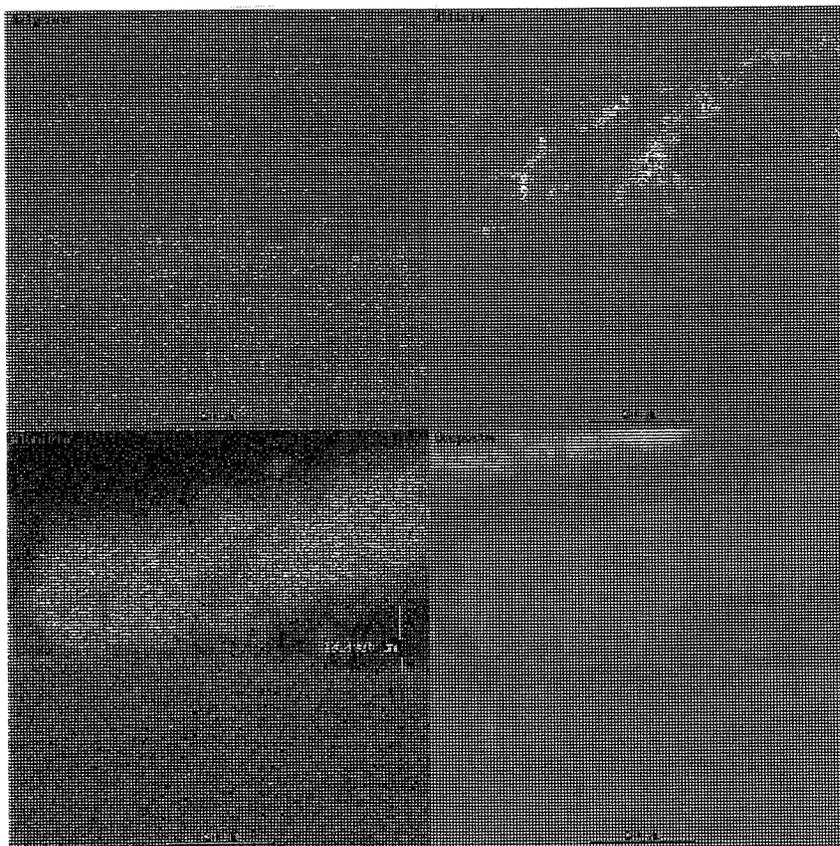


Figura 6.51- Imagem de mapeamento de raios X da amostra 13. Observa-se nitidamente a interface entre a liga de alumínio e a alumina em todas as análises.

Considerando a Figura 6.51, procedeu-se a uma série de análises por microsonda em linha, distanciando os pontos em aproximadamente 5 μm . Como pode ser visto nos gráficos da Figura 6.52, houve a ocorrência de elevado teor de Si no lado metálico, acima até que o Al, indicando muito provavelmente que análise caiu sobre um dos pontos de segregação de Si. Na seqüência das outras análises, Figura 6.53, observa-se que a medida que se aproxima da interface, o teor de Si diminui e o de O aumenta.

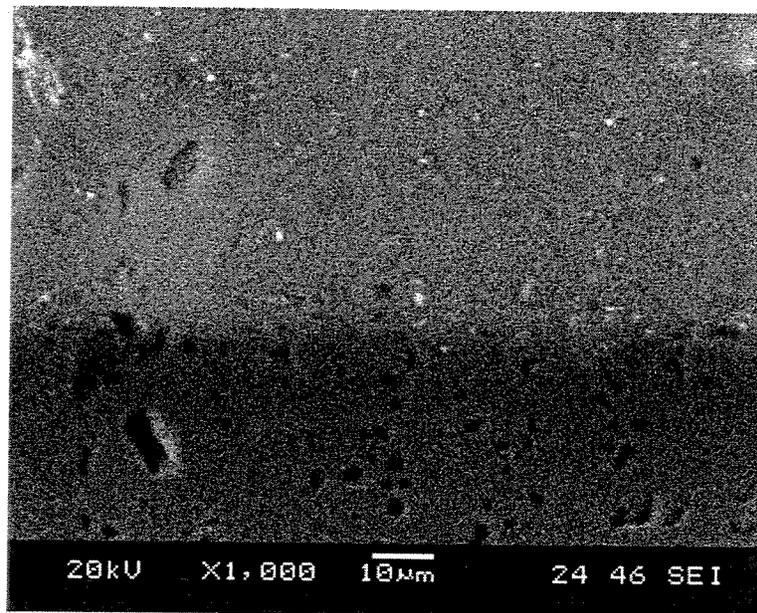


Figura 6.52 – Região de microanálise pontual na superfície de fratura da amostra 13.

Pelo método de análise utilizado, não foi possível quantificar os teores dos elementos presentes nas regiões estudadas.

Analisando outra amostra (29), obtida sob a mesma carga da anterior, mas com tempo de 60 minutos e temperatura de 603 °C, obteve-se uma resistência da interface de 85,58 MPa, muito inferior que a amostra 13. Quando se observa a interface de ligação, como mostrado na Figura 6.54, verifica-se que os grãos cerâmicos estão mais destacados do que aqueles presentes no centro da amostra; no lado direito da interface tem-se indício da presença de trincas na região cerâmico. Também bastante destacado nessa interface é a presença de uma fase descontínua e delgada, não

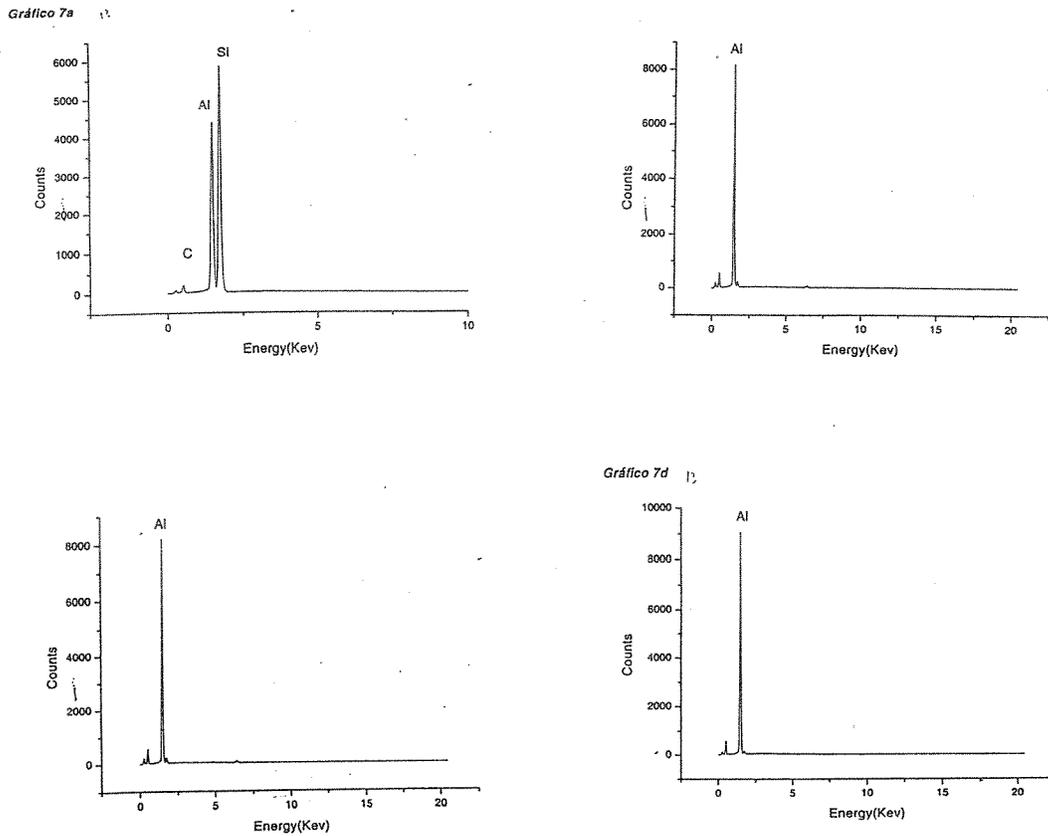


Figura 6.53 –1-2-3-4 Resultados da microanálise puntual da amostra 13, na região da Figura 6.52.

observada na amostra obtida em menor tempo de tratamento, porém, este tipo de fase está presente em outras amostras trabalhadas no mesmo tempo de 60 minutos, coincidentemente também tiveram resultados mecânicos pobres. As indicações **a**, **b**, **c** e **d** na Figura 6.54, indicam as regiões onde se efetuou microanálise pontuais, de onde se tirou que a região **a** é rica em Si e contém pouco Al, o mesmo ocorrendo com a região **b**, localizada na interface. As análises realizadas nos pontos **b** e **d** confirmam o aspecto visual da alumina, onde se constatou essencialmente Al e O. Realizada uma análise dessa região por imagem de Raios X, onde se priorizou o estudo dos elementos Al, Si e O, tem-se uma constatação da segregação, principalmente do Si, formando uma fase cp, p Al, como está mostrado na Figura 6.55. Na imagem do Si, observa-se que ele se concentra por toda região destacada na interface.

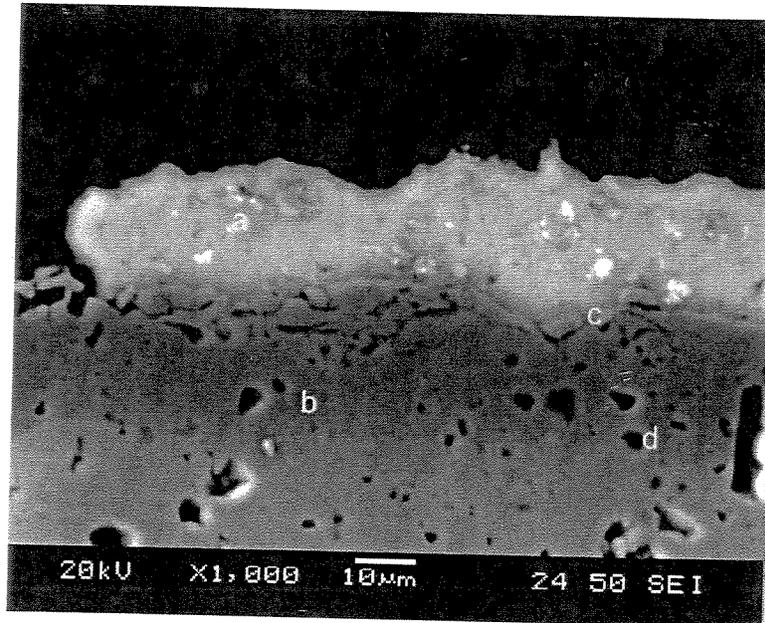


Figura 6.54- Interface de soldagem da amostra 29 obtidas sob carga de 92 N, em temperatura de 603°C e tempo de 60 minutos.

A região **a** é uma fase rica em Si, principalmente do Si, formando uma fase com o Al, como está mostrado na Figura 6.55. Na imagem do Si, observa-se que ele se concentra por toda região destacada na interface, principalmente; o Al também está presente nessa região e também por toda as demais regiões de ambos lados da interface; o O está presente sobretudo ligado ao Al formando a cerâmica, em menor quantidade na fase metálica e na fase estudada.

No quadro **d**, faz-se a composição das imagens relativas aos diferentes espectros dos elementos. Essa última análise reforça a proposição da formação de uma fase na interface em função de variações das condições experimentais, nesse caso em alta temperatura e tempo de 60 minutos.

Como discutido previamente, o estudo pormenorizado da fase pode ser feito utilizando outras técnicas como microdifração de RX.

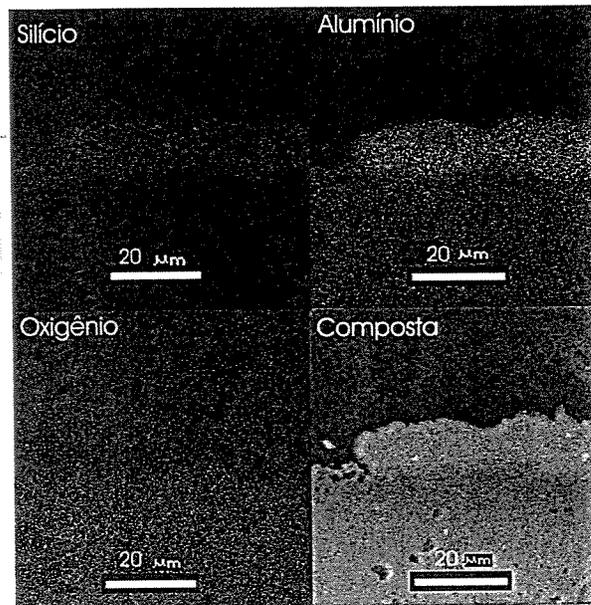


Figura 6.55 – Imagem de RX da interface da amostra 29, mostrando o mapeamento dos elementos Al, Si e O.

A última amostra envolvendo carga de 92 N e temperatura na faixa de 600 °C, foi o corpo de prova realizado sob o tempo de 90 minutos, foi a de número 31, onde se obteve uma resistência na interface da ordem de 328,76 MPa, valor considerado bastante elevado e próximo a resistência da cerâmica monolítica no ensaio de flexão em quatro pontos. Apesar de mantidas duas condições e aumentado o tempo de tratamento, pode-se prever que houve uma mudança no processo de consolidação da ligação entre os materiais, em relação ao caso anterior, resultando numa diferença muito acentuada na resistência mecânica. Uma indicação disso é a alteração do modo de fratura, onde essa ocorreu na cerâmica, preservando a junção em todas as réplicas desse conjunto. Na Figura 6.56, está apresentada uma imagem da interface de ligação entre o material metálico ao centro e as duas peças cerâmicas acima e abaixo, podendo se observar a sanidade das interfaces, onde nenhum defeito está aparentemente visível. Observa-se também que a intercamada metálica se apresenta com espessura da ordem de 20 μm de modo uniforme.

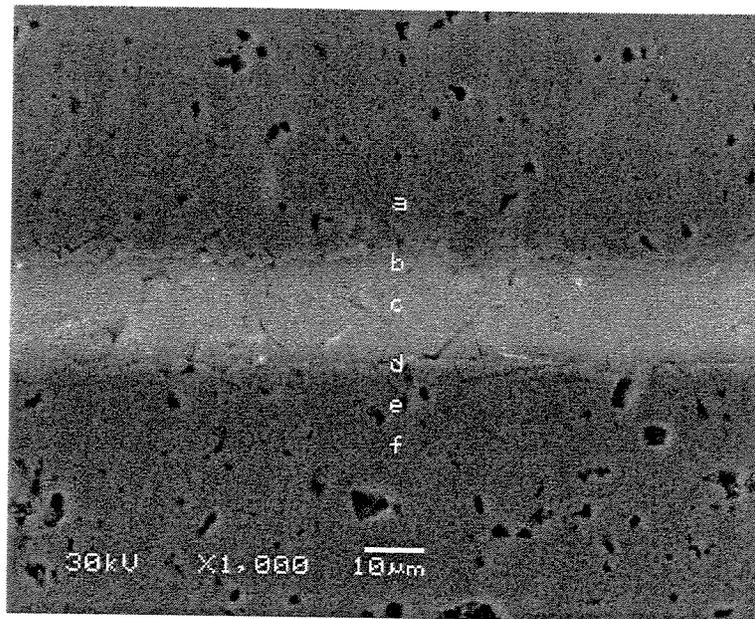


Figura 6.56 – Imagem da interface de ligação metal/cerâmica da amostra 31, obtida sob carga de 92 N e temperatura de 600 °C, sob o tempo de 90 minutos .

Utilizando essa mesma região procedeu-se a dois diferentes tipos de análise por diferentes técnicas de MEV, sendo uma a microanálise puntual em linha, onde os pontos analisados distam em média 10 μm , permitindo análise química qualitativa, cruzando as interfaces a fim de se verificar a presença de elementos difundidos; a segunda técnica é a imagem de RX, onde se tem um mapeamento dos elementos químicos presentes e sua distribuição na região considerada. Desse modo a microanálise puntual indicou no ponto **a** somente Al e O, característicos da alumina, já o ponto **b** muito próximo da interface, apresenta também Si além do Al e muito pouco O, caracterizando uma região de transição entre os materiais; o ponto **c** apresentou quase que exclusivamente Al e Si, elementos da camada metálica; o ponto **d** também na região de transição apresentou Si e O, esse em maior quantidade se comparado a região equivalente ao ponto **b**; no ponto **e** praticamente não existe Si e a indicação de O também é muito baixa, mas no ponto **f** afastado da interface foi detectada a presença de Si bem acima da quantidade de O, indicando que pode ter havido alguma presença isolada do elemento na alumina. Todos os espectros relativos a essas análises estão no ANEXO 3F. Já a imagem de Raios X para a mesma região pode ser visualizada na Figura 6.57, onde no quadro Al tem-se o mapeamento desse elemento, distribuído por toda amostra, porém mais intenso na região da intercamada metálica; o mapeamento do Si a direita, mostra que o elemento se concentra praticamente também na região da liga metálica, porém existe algumas regiões que indicam a presença do elemento no domínio

da fase cerâmica, afastado da interface (região centro-direita inferior). A presença de Si nessas regiões, confirmando a análise pelo outro método. No quadro relativo a imagem do O, as

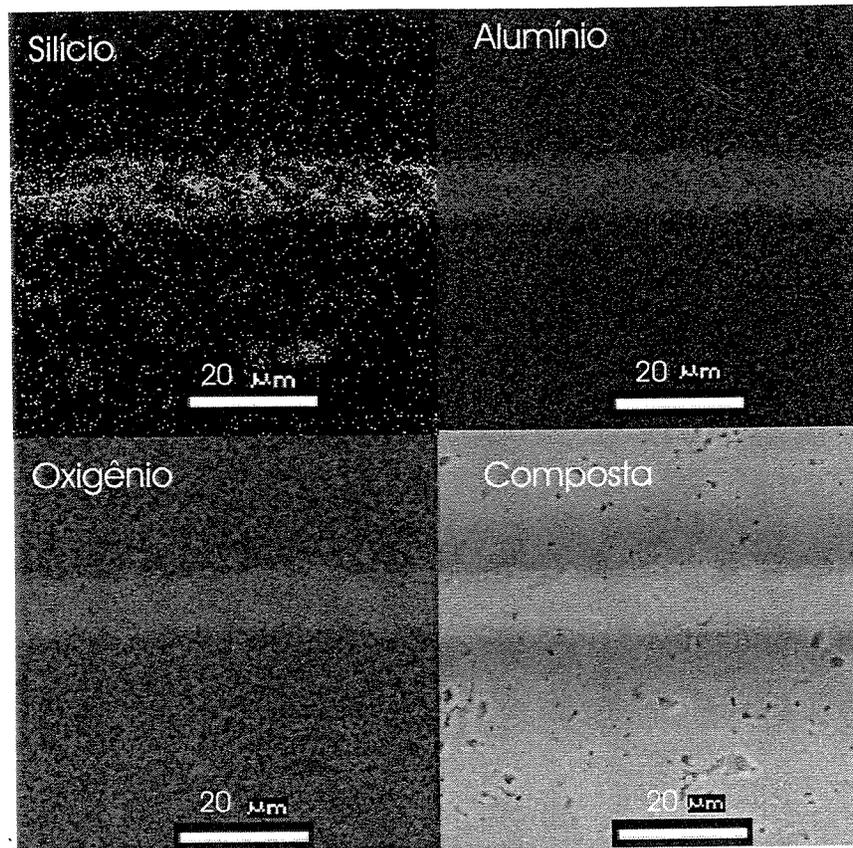


Figura 6.57 – Imagem de Raios X da interface de soldagem da amostra 31, no mesmo campo da figura anterior.

regiões cerâmicas são bastantes destacadas da metálica pela forte indicação desse elemento presente em ligação com o Al; ao passo que na região da fase metálica a presença do O é meramente esparsa. No quadro composto (d), forma-se a imagem completa das anteriores, correspondendo praticamente àquela da Figura 6.56.

Conforme discutido no item anterior, esperava-se a observação de uma camada de óxidos na interface de união entre os materiais, o que estaria de acordo com o previsto na literatura, justificando a elevada resistência mecânica nas condições de elevada temperatura e tempo. Nas condições que se obteve os melhores resultados de ensaios mecânicos, ou seja, em baixas cargas, baixas temperaturas e elevadas temperaturas, não se observou a presença de um filme de óxidos.

Por outro lado, algumas amostras apresentaram na análise por imagem de RX, a presença de um filme descontínuo na interface, rico em Si e com pouco O. Tais amostras não apresentaram desempenho mecânico como os dos demais lotes, pelo contrario, foram de modo geral os piores resultados e sempre estão associadas com o tempo de 60 minutos. Como tal fase não foi identificada nas amostras de baixo e elevado tempo de exposição, acredita-se tratar de uma fase metaestável e que poderia ser melhor caracterizada com o auxílio de difração de RX.

Apesar de inúmeros casos de investigação das interfaces não terem sido observadas camadas de reação ou difusão, nos elementos que compõem as juntas, a ligação entre os materiais pode ocorrer com ou sem transferência de massa através da interface. Nesse caso, a ligação pode ser resultado do transporte de cargas através da interface com o estabelecimento de ligações tipo Van der Waals, ou seja, uma ligação física. Nos casos onde se identificou a presença de uma camada de reação, entre alumina e liga de Al, formando uma interface reativa, que vai depender das condições termodinâmicas do sistema, levando a transferência de massa entre as espécies atômicas dos materiais originais, se difundindo através da interface promovendo as ligações químicas, conforme indica a literatura [29].

Com foi observado em praticamente todas as interfaces, não foram identificadas junções incompletas, inclusões de óxidos trincas e vazios. Esse resultado é consequência do desenvolvimento do processo sob vácuo, o qual protege as superfícies contra a oxidação e outras contaminações ou que sublimam ou que poderiam se dissolver e difundir no material.

Uma ferramenta importante para o embasamento, discussão e compreensão dos resultados seria através de dados termodinâmicos para o sistema AlSi / alumina. A literatura [26, 49, 50], fornece informações para uma série de sistemas, mas particularmente para o referido nesse trabalho, as informações são verdadeiramente escassas. Mas de modo geral, uma interface estável requer ΔG positivo. Agora, para um certo número de sistemas de cerâmicas e metais, o trabalho de aderência (W_{ad}), conforme discutido anteriormente, varia com a temperatura, determinando assim uma temperatura mínima para alcançar a ligação. Tais ligações químicas quando presentes

diminuem a energia livre do sistema, melhorando a resistência da ligação, segundo Ellsner [52]. Não foram identificados dados relativos a energia interfacial alumina/ligas de alumínio, mas o estudo do comportamento dos valores dessa propriedade entre alumina e outros metais, tendem a aumentar com a energia coesiva do metal, que está diretamente relacionada com sua temperatura de fusão. Em outras palavras, considerando a liga de alumínio, que apresenta consideravelmente baixa temperatura de fusão (590 °C), espera-se que a energia necessária para se estabelecer uma interface com o substrato cerâmico seja pequena. Esse resultado vai ao encontro do porque das juntas obtidas em baixa temperatura apresentarem, de modo geral, elevada resistência mecânica, favorecidas possivelmente pela baixa energia para estabelecer as interfaces reativas. Por outro lado as juntas obtidas em temperaturas elevadas, onde o metal se encontrava no estado líquido, outro mecanismo de ligação pode estar envolvido, resultando inclusive num tipo de fratura tipicamente frágil como foi observado nas microestruturas obtidas em temperaturas elevadas.

Agora, as interfaces cerâmica – metal podem fraturar de uma forma dúctil ou quebradiça, dependendo dos materiais envolvidos e do tipo da interface constituída. Se uma zona de reação está presente, as propriedades mecânicas também influenciam no modo de fratura.

Analisando agora o tipo de fratura, observou-se dois tipos de fratura. Conforme Evans [51] o sistema $Al_2O_3 - Al$ (não reativo) apresenta fratura dúctil, o que pode ser observado numa série de amostras. Como foi discutido anteriormente, as fraturas frágeis diferem das dúteis no sentido em que nenhum metal fica junto a cerâmica, indicando que a fissura se propagou na interface plana por ruptura de ligação. Uma vez que o sistema estudado é formado por uma cerâmica quebradiça e um metal dúctil, o comportamento da fratura vai depender do estado de tensões na interface, considerando a energia de fratura do metal e da cerâmica, que são influenciados novamente pelas condições termodinâmicas do sistema. Como o limite de escoamento das ligas de Al é relativamente baixo, pode ocorrer uma interação plástica entre as microfissuras da interface, levando a uma fratura dúctil envolvendo os vazios presentes na interface. Nos casos observados de fratura frágil, o metal fundiu, solidificou e possivelmente as condições termodinâmicas do sistema se alteraram. Isso provocou também, alterações no estado de tensões local, de modo que o campo de tensões das fissuras na interface pode ter interagido com os poros presentes no material

cerâmico. Citando Howe [16], estes poros apresentam um carregamento do modo de fratura diferente do metal, promovendo o desvio das fissuras de volta para a interface, resultando que cavacos do material cerâmico permaneçam aderidos a superfície de fratura.

Como previsto no referencial teórico, os materiais cerâmicos apresenta m elevado espalhamento dos resultados, agora considerando o efeito de uma camada metálica, os índices de Weibull obtidos par diferentes conjuntos de amostras vão de encontro a essa obserevação. Por outro lado ajudaram no esclarecimento da variação de valores obtidos entre diferentes condições experimentais, sugerindo a existência de um alteração dos mecanismos envolvidos no processo de formação das juntas e conseqüentemente refletindo nos resultados mecânicos das mesmas.

Estas informações são a base da explicação da variação da resistência à flexão em função da temperatura, onde diferentes mecanismos podem estar atuando diferentemente em baixa e alta temperatura, ao passo que nas temperaturas intermediárias a transição entre eles afeta sobremaneira a resistência das juntas, do mesmo modo que o tempo de 60 minutos.

Capítulo 7

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

7.1 Conclusões

1. A escolha do ensaio de flexão em quatro pontos para a caracterização da resistência mecânica das juntas e o tratamento dos dados utilizando as estatística de Weibull, resultou num sincronismo importante para a medição e tratamento estatístico dos resultados, além de indicar a possibilidade de mais de mecanismo envolvido no processo de fratura das junções.
2. Os métodos de investigação superficial das fraturas e análise das interfaces foram procedimentos fundamentais para a tentativa de entender e explicar o correlacionamento entre propriedade e microestrutura.
3. O projeto e a construção do forno à vácuo, contribuíram decisivamente para o aprimoramento técnico e organizacional necessários para o estudo proposto neste trabalho. Essa experiência contribuiu para o projeto e operação de um segundo equipamento no DEMa-UFSCar, também dedicado à soldagem por difusão.

4. Os valores obtidos nos ensaios de flexão em quatro pontos nos corpos de prova cerâmicos monolíticos, foram muito próximos aos da literatura para esse mesmo tipo de ensaio, atestando a qualidade do material utilizado. Através da estatística de Weibull, considerando o módulo m , pode-se verificar que a dispersão dos valores dos ensaios mecânicos estão também dentro dos padrões aceitáveis, embora um número maior de corpos de prova é recomendado.
5. O segundo lote de amostras, caracterizou-se por ter sido realizado em tempo constante e temperaturas elevadas. Como resultado geral, obteve-se resistência mecânica muito elevada nas temperaturas acima de 600 °C, com a liga metálica na fase líquida; obteve-se fratura tipicamente frágil. Para esses resultados certamente influenciaram a elevada temperatura que favoreceu as ligações químicas fortes, sem a presença de componentes interfaciais frágeis. A análise das interfaces e da superfície de fratura pelos métodos convencionais de microscopia eletrônica utilizados, indicaram que de modo geral as interfaces de soldagem foram contínuas e não apresentaram defeitos.
6. As variáveis que mais influenciaram os resultados nesse trabalho, foram a temperatura, o tempo e a carga aplicada. As temperaturas determinante foram as mais elevadas e as menos elevadas, independentes do tempo e da carga. Por sua vez, tempos baixos e elevados favoreceram os resultados mecânicos e os tempos de 60 minutos, apresentaram os piores resultados mecânicos, junto com as temperaturas medianas. Com relação a carga aplicada, os resultados indicaram que quanto menor a carga, melhores os resultados mecânicos.
7. Algumas amostras apresentaram após análise por imagem de RX, um filme descontínuo na interface, rico em Si e com pouco O. Tais amostras não apresentaram desempenho mecânico como os dos demais lotes, pelo contrario, foram de modo geral os piores resultados e sempre estão associadas com o tempo de 60 minutos. Como tal fase não foi identificada nas amostras de baixo e elevado

tempo de exposição, acredita-se tratar de uma fase metaestável e que poderia ser melhor caracterizada com o auxílio de difração de RX. O desempenho mecânico pode estar associado com às características estruturais e químicas da camada de reação, em função do tempo de permanência na temperatura selecionada.

8. Os estudos mais encontrados na literatura, foram relativos aos de processos de difusão indireta através de intercamadas metálicas envolvendo aços inoxidáveis, titânio e suas ligas e carbetos de silício com metais refratários. Apesar disso, o método desenvolvido nesse trabalho envolvendo a união entre a liga AlSi12 e alumina, através do processo de soldagem por difusão, foi bem sucedido e poderá ser utilizado como alternativa para os processos de brasagem metal-cerâmica.
9. A análise do tipo de fratura mostrou que 50% dos corpos de prova romperam na liga metálica (fratura do tipo 1).
10. Pela observação geral dos resultados de tensão em função da temperatura, sob diversas cargas aplicadas e também diferentes tempos, não se pode concluir uma lei de formação para os valores obtidos. Mas conclui-se que pode ter havido sim, uma alteração nos mecanismos de fratura e refletindo no comportamento mecânico das juntas, em função dos resultados obtidos através da estatística de Weibull.

Sugestões para Trabalhos Futuros

Os resultados obtidos e as justificativas apresentadas, permitem fazer algumas sugestões que irão compor as próximas etapas na seqüência desse projeto, visando o desenvolvimento de um processo de união cerâmica/metal confiável mecanicamente, estanque para aplicações em ultra alto-vácuo, utilizando componentes nacionais.

Desse modo algumas propostas são:

- estudar a possibilidade de utilização de união metal/cerâmica utilizando lasers;
- aumentar o número de ensaios nas condições que apresentaram os melhores resultados mecânicos, particularmente os realizados nas temperaturas mais baixas;
- desenvolver protótipos para ensaios de estanqueidade sob ultra alto-vácuo;
- melhorar o ferramental do suporte dos corpos de prova no forno;
- introdução de haste cerâmica para aplicação de carga em alta temperatura;
- utilização de técnicas de difração e microdifração de raio X na investigação dos constituintes das interfaces;
- aprofundar o estudo teórico para esclarecimento das condições termodinâmicas dos sistemas estudados.

CAPÍTULO 8

Referências Bibliográficas

- [1] Richardson, D.W, *Modern Ceramic Engineering*, 2nd. Editon, Marcel Dekker, New York, USA, 1992, Cap. 2, pp. 45-50.
- [2] American Society for Metals, *Metals Handbook*, 9 ed., ASM, 1979. vol. 2, p.124-138.
- [3] Sukanuma, K. Reliability Factors in Ceramic/Joining. Mater. Res. Soc. Symp., 1993, *Proceeding. 314*, pp. 51 – 60.
- [4] Loth, N. L. and Wu, Y. L. Diffusion Bonding of Ceramic to Metals. Mater. Manuf. *Proceeding*, 1993, pp.159 –181.
- [5] ASM International. *Engineered Materials Handbook*, Materials Park ,1993, v. 4 – Ceramics and Glasses, pp. 191-204.
- [6] Boyce M. P. Gas Turbine Engineering Handbook, Gulf Pub. Company, Houston, USA, 1982.

- [7] Sheppard, L. M. Advanced in Automotive Ceramics. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 1990, v. 69, (6), pp.1011 – 1021.
- [8] Angus, J. P. Aeroengine Ceramics – The Vision, the Reality and the Progress. *J. Aeroesp. Eng.* 1993, v. 207, (2), pp. 83 – 86.
- [9] Ding, L. New Technique for Making Composite Materials – Field Assisted Diffusion Bonding of Alumina to Aluminum. *Rare Metals*, (English Edition), 1992, v. 11, (1), pp. 66-67.
- [10] Martinez, M. A., Rodrigues, J., Navarro, C., Cortez, R., Sanches-Galdez, V. Welding of Dense Alumina and Aluminum by Plastic Deformation and Diffusion, *Jorn. Mater. Sc.* 1992, v. 27, (15), pp. 4230-4236,.
- [11] Travessa, D. N. *Ligação por Difusão de Al₂O₃ ao Aço Inoxidável AISI 304, com Intercamadas de Alívio de Tensões*, São Carlos: DEMa UFSCAR, 1998, 206 p Tese (Doutorado).
- [12] Loh, N. L., Wu, Y. L. Khor, K. A. Shear Bond Strength of Nickel/Alumina Interfaces Diffusion Bonding by HIP, *Jour. Mat. Process.Tech.* 1993, v. 37, (1-4), pp. 711-721.
- [13] Suganuma, K., Takagi, M., Miyamoto, Y., Koizumi, M., Okamoto, T. and Nakata, H. Joining of Silicon Nitride to Molybdenum under High Pressure. *J. Ceram. Soc. Jpn.* 1988, v. 9), (11), pp. 1051 – 1056.
- [14] Kohl, Walter H. *Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices*, 1995, American Vacuum Society, 633 p.
- [15] Ferrante, M., Paulin, P. I., Jorge, A. M., Pigoretti, E. e Bagnato O. R. Junção Metal/Cerâmica, Parte II: Resultados Experimentais sobre SiC, Al₂O₃ e AlN. *Cerâmica*, Nov./Dez, 1995, v. 41, (272), p. 121-125.

- [16] Howe, J. M. Bonding, Structure and Properties of Metal/Ceramic Interfaces: Part 2 Interface Fracture Behaviour and Property Measurement, *Int. Mater. Rev.* 1993, v. 38, (5), p. 257 – 271.
- [17] AWS Committee on Brazing and Soldering, *Brazing Handbook*, 4 ed., American Welding Society, 1991, 493 p.
- [18] Rong, H. Diffusion Bonding Behavior of Austenitic Stainless Steel Containing Titanium and Alumina. *Jour.Mater. Scie.* 1992, v. 27, (23), p. 6274-6278.
- [19] Dagleish, B. J., Trumble, K. P. and Evans, A. G., *Acta Metall.* 1989.v. 37, p.1923.
- [20] ASM, *Metals Handbook*, 9 ed M. Park, USA, 1979, vol 2 – Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Pure Metals, p 3-236.
- [21] Chiang, Y. M., Birnie III, D., Kingery, W. D. *Physical Ceramics*, John Wiley & Sons, 1997, 525 p.
- [22] ASM Engineered Materials Reference Book, ASM, 1989, 518 p.
- [23] American Welding Society, *Brazing Handbook*, ASM, 1991, pp. 9-41.
- [24] Cam, G. Kocak, M. Progress in joining of advanced materials – Part 2: Joining of metal matrix composites and joining of other advanced materials. *Sci. Technol. Welding Journ.* 1998, v. 3, (4), pp. 159-175.
- [25] Ellis M.B.D. Joining of aluminum based metal matrix composites. *Int. Mater. Ver.* 1996, v. 41, (2), pp. 41-58.
- [26] Schwartz, M. M. *Ceramic Joining*. ASM International, Materials Park, USA, 1990. 196 p.

- [27] Suganuma, K. Miyamoto Y. and Koizumi, M. Joining of Ceramics and Metals. *Ann. Rev. Mater. Sci.* 1988, v.18, pp. 47 – 63.
- [28] Nicholas, M. G. and Mortimer, D. A. Ceramic/Metal Joining for Structural Applications. *Mater. Sci. Technol.* 1985, v. 1, (9), pp. 657 – 665.
- [29] Okamoto, T. Interfacial Structure of Metal-Ceramic Joints. *ISIJ Int.* 1990, v. 30, (12), pp. 1033 – 1034.
- [30] Iseki, T. and Nicholas, M. G. The Elevated Temperature Strengths of Alumina-Aluminum and Magnesium-Aluminum Samples. *J. Mater. Sci.* 1979, v. 14, (3), 687-92.
- [31] Reimanis, I.E. Pore Removal During Diffusion Bonding of Nb-Al₂O₃ Interfaces. *Acta Metall. Mater.* 1992, v. 40. Suppl. pp. S 67-74.
- [32] Backhaus-Ricoult, M. Solid State Reactions Between Silicon Carbide and (Fe-Ni-Co) Alloys: Reaction Path, Kinetics and Morphology. *Acta Metall. Mater.* 1992, v. 40, Suppl., pp. S95-103.
- [33] Morizumi, S., Kikuchi, M., Nishino, T. K. *Mat. Sc.* 1981, v. 16, pp. 2137.
- [34] Elssner, G. *Designings Interfaces for Technological Applications: Ceramic-Ceramic, Ceramic-metal Joining.* 1.ed. Elsevier, 1989. Cap. 6: Bond Strength of Ceramic/Metal Joints, pp. 342-363.
- [35] Rühle, M., Burger, K. and Mader, W. J. *Microsc. Spectrosc. Electron.* 1986, v.11, pp. 163.
- [36] Bagnato, O. R. Estudo de Juntas Metal - Cerâmicas Brasadas com Metal Ativo para Aplicações em Ultra-Alto Vácuo. Campinas: DEMA-FEM-UNICAMP, 1992, 106 p. Dissertação de mestrado.

- [37] Bagnato, O.R., Zavaglia, C. A. C. e Ferrante, M. Avaliação da Qualidade de Juntas Metal-Cerâmicas Brasadas com Metal Ativo para Aplicações em Ultra-AltoVácuo, *Proceedings do Simpósio Franco Brasileiro de Ciência dos Materiais*, UFOP-Ouro Preto MG, 1992, pp.11-15.
- [38] Bagnato, O. R., Ferreira M. J. Passantes Elétricos para Aplicações em Ultra-Alto Vácuo. *Anais do XI Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Indústria e na Ciência*, CBRAVIC, São Carlos – SP, 1994.
- [39] Bagnato, O. R. and Zavaglia C. A. C. The Influence of Thermal Cycling on the Properties and Microstructure of Alumina/kovar Brazed Joints. *Proceedings 50^o Congresso Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais, da Associação Brasileira de Metais*, ABM, São Paulo, 1994.
- [40] Bagnato, O. R., Moro, J. R. e Trav-Aierold, V. Brasagem em alto vácuo de filmes de diamantes auto-sustentáveis em substrato metálico. *Anais do 13 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*, Curitiba PR, 1998.
- [41] Lee, H., Lee, S. M., Adda, E. T., Kim, B., Weiss, S., Perry, S. S. and Rabalais, J. W. *Nucl. Instr. And Meth In Phys. Res. B*, B157, 1999, pp.226.
- [42] Simmons, G. and Seanor, R. Aluminum-ceramic expands applications. *Adv. Mater. and Proc.*, ASM, 1994, v.12, pp.35-37.
- [43] Nicholas, M. G., and Crispins, R. M. In: *Ceram. Eng. Sci. Proceedings*. 1989, v. 10, pp.160.
- [44] Akelsen, O. M. Diffusion Bonding of Ceramics. *Journal. Mater. Sci.* 1992, v. 27, (3), pp. 569 – 579.

- [45] Kazakov, N. F. *Diffusion Bonding of Materials*. Moscow, Mashinostroyeniye, URSS, 1976, 283 p.
- [46] Derby, B. In: *Diffusion Bonding*. 1 ed. Reading: Ed. R. Pearce, 1987. pp. 195.
- [47] Norma BS, British Standard 499, 1988, 4 p.
- [48] Rice, R. W., Enlor, J. H., Lau, J. W., Luh, E. Y. and Dolher, L. E. Hot Pressing – A New Route to High – Performance Ceramic Multilayer Electronic Packages. *Ceram. Bull.*, v. 71, n. 7, p. 751 – 755, 1992.
- [49] Derby, B. The Formation of Metal/Ceramic Interfaces by Diffusion Bonding. *Acta Scr. Metall. Proc. Ser.* v. 4, p.161 – 167, 1990.
- [50] Howe, J. M. Bonding, Structure and properties of Metal/Ceramic Interfaces: Part 1 Chemical Bonding, Chemical Reaction, and Interfacial Structure. *Int. Mater. Rev.* v. 38, n. 5, p. 233 – 256, 1993.
- [51] Evans, A. G. and Dalglish, B. J. The Fracture Resistance of Metal-Ceramic Interfaces. *Mater. Sci. Eng.* v. 162A, n. 1-29, p.1-13, 1993.
- [52] Ellsner, G. and Petzow, G. Metal/Ceramic Joining. *ISIJ Int.* v. 30, n.12, 1011-1032, 1990.
- [53] Hill, A. and Wallach, E. R. Modeling Solid-State Diffusion Bonding. *Acta Metall.* v. 37, n. 9, p. 2425 – 2437, 1989.
- [54] Kazakov, N. F. Diffusion Bonding of Metals and Nonmetals. In: TRANSACTIONS OF PNILDSV; PNILDSV, Moscow, 1979, v. 1-9.
- [55] Kazakov, N. F. Diffusion Bonding. *Welding in Mechanical Engineering*. Ed. Mashinostroyeniye, v. 1, 1978.

- [56] Kazakov, N. F. Diffusion Bonding of Materials. Ed. Mashinostroyeniye, Moscow, 1976.
- [57] Kvasnitsky, V. F., Kokh, B. A. and Sofonova, A. I. Diffusion Bonding of High Temperatures Alloys. Ed. Znaniye, Leningrad, 1969.
- [58] Kherenov, K. K. Welding, Cutting, Brazing and Soldering of Metals, Ed. Mashinostroyeniye, Moscow, 1973.
- [59] Kocherguin, K. A. Pressure welding. Ed. Mashinostroyeniye, Leningrad, 1972.
- [60] Kazakov, N. F. The Formation of a Joint in Diffusion Bonding. Ed. Svarochnoye proizvodstvo. 1973, n°9, pp. 48-50.
- [61] Kazakov, N. F. Diffusion Bonding in Vacuum. Ed. Mashinostroyeniye, Moscow, 1968.
- [62] Samsonov, G. V., Burykina, A. P. Yevtushenko, O. The Electron Mechanism of Diffusion Bonding. Ed. Ävtomaticheskaya svarka. 1966, n° 10, pp. 30-34.
- [63] Konyushkov, G. V., Kopylov, Yu. N. Diffusion Bonding in Electronics. Ed. by N. F. Kazakov. Energiya, Moscow, 1974.
- [64] Klomp, J. T. and With, G. Strong Metal-Ceramic Joints. *Mater. Manuf. Processes*. v. 8, n. 2, 129-157, 1993.
- [65] Woeltjen, C., Shih, C. F. and Suresh, S. Cyclic Near Tip Fields for Fatigue Cracks Along Metal-Metal and Metal-Ceramic Interfaces. *Acta Metall. Mater.* v. 41, n. 8, p. 2317-2335, 1993.
- [66] Cawley, J. D. Metal-Ceramic Joining. *TMS*, Chicago, USA, 1991, 3-22.

- [67] Kim, Y. C., Yamamoto, T. and North, T. H. Generation and Reductions of Residual Stresses in Ceramic-Metal Joint. *Trans. JWRI*, v. 21, n.2, p. 285 – 291, 1992.
- [68] Bacon, G. E. Neutron Diffraction. Oxford, UK, Ed. Clarendon Press, 1975.
- [69] Garcia, A., Spim, J. A. E., Santos, C. A. dos, *Ensaio de Materiais*, ed. LTC, 2000, Cap. 6: Ensaio de Flexão, p. 103 – 117.
- [70] Davidge, R. W. *Mechanical Behavior of Ceramic*. Ed. Cambridge University Press, Cambridge UK 1979, p. 132 – 156.
- [71] Epstein, S. G. Aluminum and its Alloys. The Aluminum Association, Washington, 1980.
- [72] Murray, J. L. and McAlister, A. J. *Binary Alloy Phase Diagrams*. ASM, 1996, vol. 1, 2nd ed., p. 221-223.
- [73] Gitzen, W. H. Alumina as a Ceramic Material, *ALCOA Research laboratories* East. St. Louis, Ill, Am. Cer. Soc., 1978, p 157-163.
- [74] Kohl, W. H. *Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices*. AIP Pres, NY – USA, 1994, p. 100 –102 e 607 – 609.
- [75] Baur E. and Brunner, R., *Z. Elektrochem.*, Germany, 1934, v. 40, n. 3, 154-158.
- [76] Chase, M. W. Jr., Curnutt, J. L. McDonald, R. A. and Syverud, A. N. *J. Phys. Chem. Ref. Data*, v.7, n. 3, p.793-940 1978.
- [77] Wriedt, H. A. *Binary Alloy Phase Diagrams*, 2nd ed, ASM International, 1993, v. 1, p.190-194.

- [78] Sosman, R. B. *The Phases of Silica*, Rutgers University Press, New Brunswick, NJ, 1965, p. 38, 47-53, 69, 72, 80-81.
- [79] Jackson, K. A. *Bull. Alloy Phase Diagrams*, v. 9, n. 5, p. 548-549, 1988.
- [80] Richet, P. Bottinga, Y., Denielou, L., Petitet, J. P., and Tequi, C. *Geochim. Cosmochim. Acta*, v. 46, p. 2639-2658, 1982.
- [81] Walker, R. F. *Kinetics of High-Temperature Processes*. Ed. W. D. Kingery, Technology Press, MIT and John Wiley, 1959, p.228-238.
- [82] Montgomery, D. C., Runger, G.C. *Applied Statistics and Probability for Engineers*. John Wiley and Sons, 1994.
- [83] Buton, S. T. Metodologia para Planejamento Experimental e Análise de Resultados, Apostila, UNICAMP, 2000, p. 20-21.
- [84] Norma JIS R 1601 – 1981. *Testing Method for Flexural Strength (Modulus of Rupture) of High Performance Ceramics*, Japanese Industrial Standard, 1981.
- [85] Holman, J. P. *Transferência de Calor*. McGraw-Hill do Brasil, 1998, 436 p.
- [86] Bagnato, O. R. e Carvalho, M. Forno Horizontal de Alto Vácuo para Operações de Brasagem e União por Difusão. In: Anais do XVIII CBRAVIC, Petrópolis RJ, julho/1997.
- [87] Barrand, P. and Gadeau, R. *Utilización del Aluminio y sus Aleaciones*. v. 6 – Enciclopedia del Aluminio, Ed. Urmo, Bilbao, 1969.
- [88] Yamada, T., Horino, Yoko, M. K. Satoh and Kohno, M. A. Hermetic Seal of Ceramic and Metals Joints by an Al-Si Interlayer. *Journal of Materials Science Letters*. v. 10, 1991, p. 807- 809.

- [89] Ureña, A. Gómez de Salazar, Quiñones, J. M. J. Interface reactions and bonding strength in aluminum alloy (AA 7075)-alumina diffusion bonds. *Journal of Materials Science*. v. 27, 1992, p. 5291 –5296.
- [90] Ferrante M. *Seleção de Materiais*. Ed. EDUFSCar – 1996, p. 126.
- [91] Nascimento, R. M. *Uniões Al_2O_3/Al_2O_3 e Fe-Ni-Co/ Al_2O_3 Produzidas por Brasagem com Metal Ativo*, UFSC, Dissertação de Mestrado, 1997, 116 p.
- [92] Sakata, K., Houma K., Ogawa K., Watanabe O. and Nii, K. *Journal Materials Science*, v. 21, 1986, p. 4463.
- [93] Beraud, C., Courbiere, M., Esnouf, C., Juve, D. And Treheux, D. *Journal Materials Science*, v.24, 1989, p. 4545.
- [94] Nicholas, M. G. And Crispin, R. M. *Journal Materials Science*, v.17, 1982, p. 3347.
- [95] Heidt, G. and Heimke, G. Ber. Deitsch. Keram. Ges. v.50, 1973, p.303.

ANEXOS

ANEXO 1 – Tabelas e Gráficos do módulo de Weibull e de $\sigma_{50\%}$.

Tabela A1 –Dados para cálculo do módulo de Weibull e de $\sigma_{50\%}$ para as amostras 29 e 30.

N	P_s	$1/P_s$	$\text{Lnln}(1/P_s)$	σ_F (MPa)	$\ln F$
1	0,88889	1,125	-2,13891	22,2	3,10009
2	0,77778	1,28571	-1,38105	30,7	3,42426
3	0,66667	1,5	-0,90272	50	3,91202
4	0,55556	1,8	-0,53139	56,5	4,03424
5	0,44444	2,25	-0,20957	60,7	4,10594
6	0,33333	3	0,09405	68,9	4,23266
7	0,22222	4,5	0,40818	79	4,36945
8	0,11111	9	0,7872	133,7	4,8956

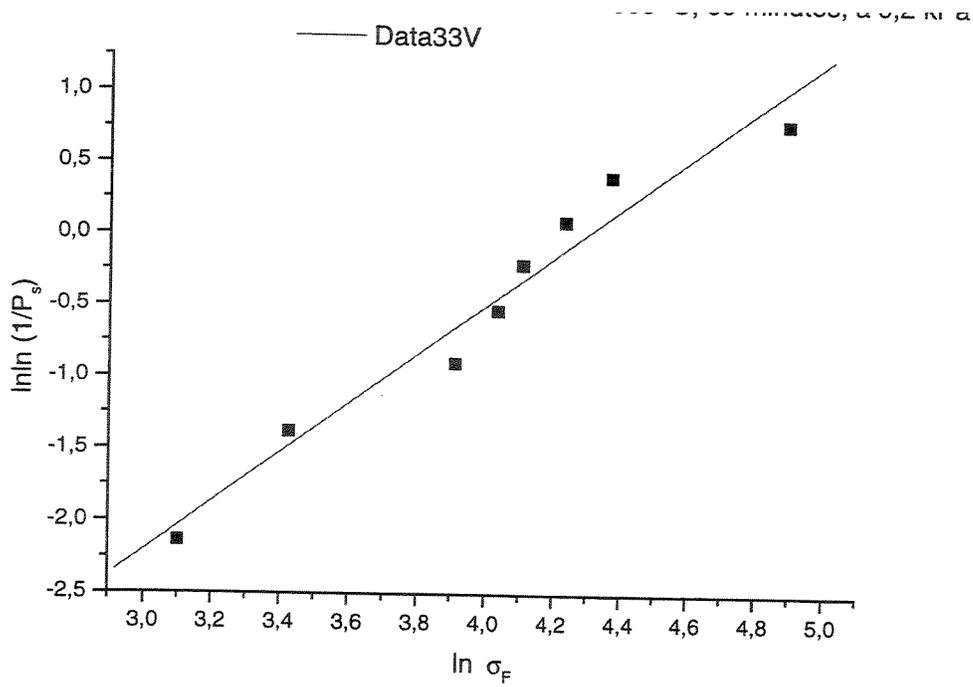


Figura A1- Curva de Weibull para as amostras 29 e 30.

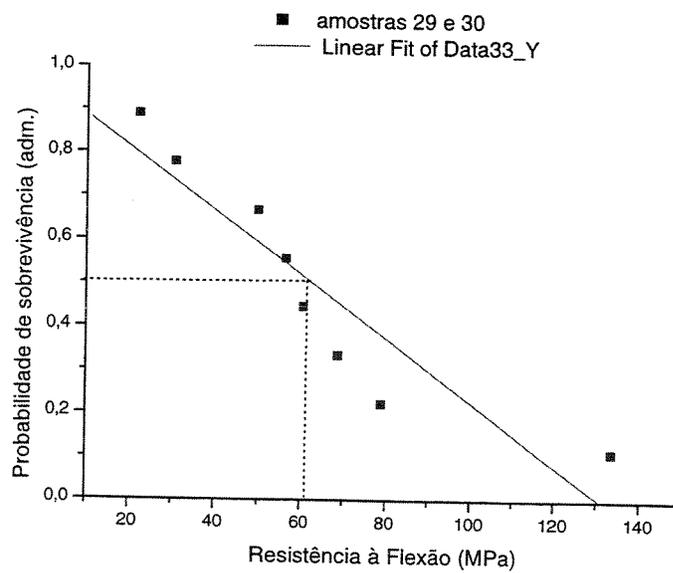


Figura A2 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para as amostras 29 e 30.

Tabela A2 –Dados para cálculo do módulo de Weibull e de $\sigma_{50\%}$ para as amostras 18 e 19.

N	P_s	$1/P_s$	$\text{Lnln}(1/P_s)$	σ_F (MPa)	$\ln F$
1	0,88889	1,125	-2,13891	300,1	5,70412
2	0,77778	1,28571	-1,38105	343,5	5,83919
3	0,66667	1,5	-0,90272	344,2	5,84122
4	0,55556	1,8	-0,53139	346	5,84644
5	0,44444	2,25	-0,20957	374,9	5,92666
6	0,33333	3	0,09405	395,4	5,9799
7	0,22222	4,5	0,40818	396,7	5,98318
8	0,11111	9	0,7872	413	6,02345

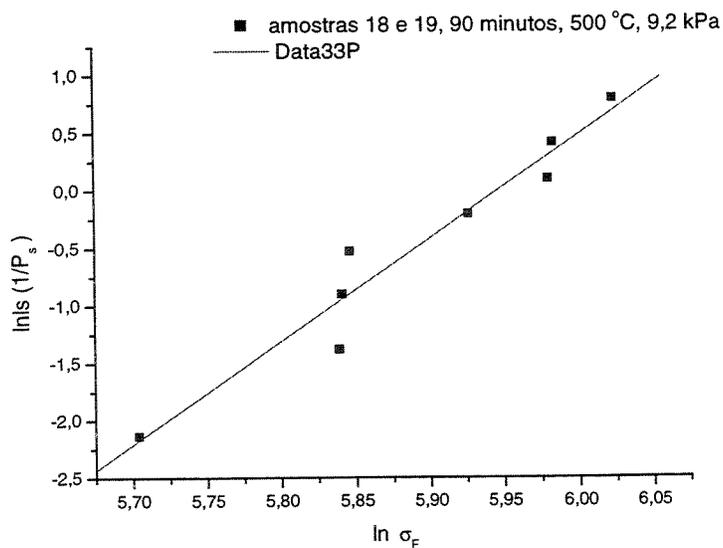


Figura A3- Curva de Weibull para as amostras 18 e 19.

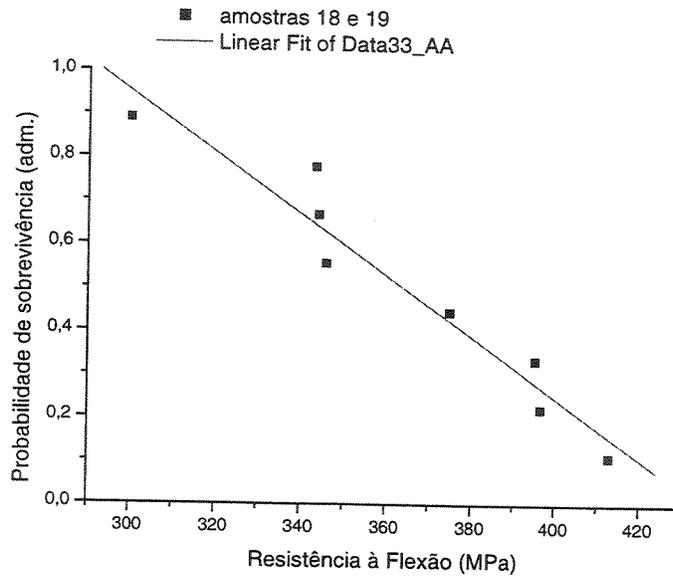


Figura A4 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para as amostras 18 e 19.

Tabela A3 –Dados para cálculo do módulo de Weibull e de $\sigma_{50\%}$ para as amostras 31 e 32.

N	P_s	$1/P_s$	$\text{Lnln}(1/P_s)$	$\sigma_F(\text{MPa})$	$\ln\sigma_F$
1	0,88889	1,125	-2,13891	99,2	4,59714
2	0,77778	1,28571	-1,38105	134,6	4,90231
3	0,66667	1,5	-0,90272	161,9	5,08698
4	0,55556	1,8	-0,53139	260	5,56068
5	0,44444	2,25	-0,20957	275	5,61677
6	0,33333	3	0,09405	323,6	5,77951
7	0,22222	4,5	0,40818	332,9	5,80784
8	0,11111	9	0,7872	383,3	5,94882

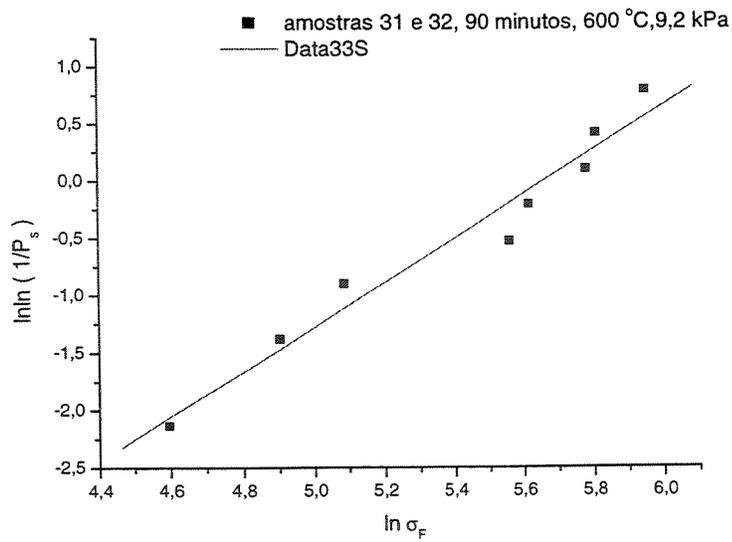


Figura A5- Curva de Weibull para as amostras 31 e 32.

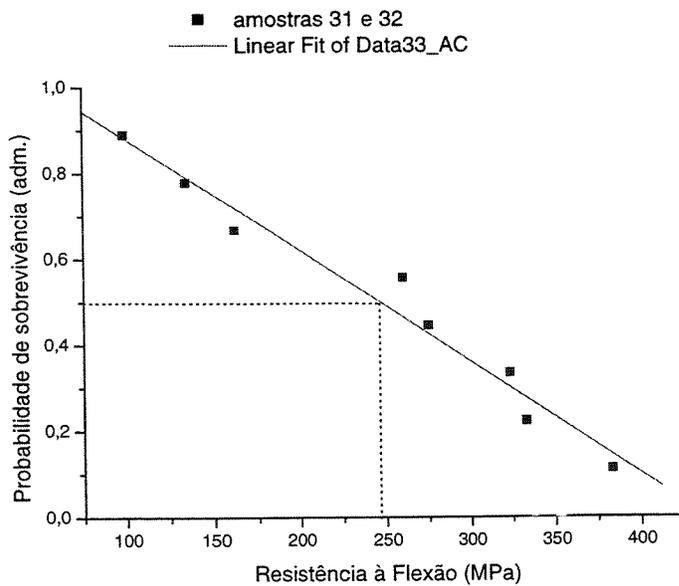


Figura A6 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para as amostras 31 e 32.

Tabela A4 –Dados para cálculo do módulo de Weibull e de $\sigma_{50\%}$ para as amostras 7, 10, 22 e 23.

N	P_s	$1/P_s$	$\ln \ln(1/P_s)$	$\sigma_F(\text{MPa})$	$\ln \sigma_F$
1	0,93333	1,07143	-2,67375	36,5	3,59731
2	0,86667	1,15385	-1,94421	39,5	3,6763
3	0,8	1,25	-1,49994	44,3	3,79098
4	0,73333	1,36364	-1,17068	45	3,80666
5	0,66667	1,5	-0,90272	49,4	3,89995
6	0,6	1,66667	-0,67173	50,7	3,92593
7	0,53333	1,875	-0,46425	71,7	4,27249
8	0,46667	2,14286	-0,27162	118,3	4,77322
9	0,4	2,5	-0,08742	161,1	5,08203
10	0,33333	3	0,09405	199,5	5,29581
11	0,26667	3,75	0,27896	203,4	5,31517
12	0,2	5	0,47588	210,7	5,35044
13	0,13333	7,5	0,70057	226,5	5,42274
14	0,06667	15	0,99623	249,6	5,51986

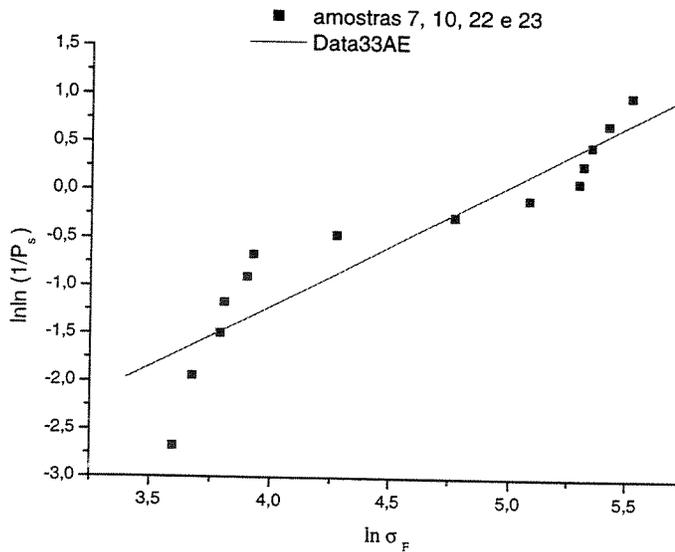


Figura A7- Curva de Weibull para as amostras 7, 10, 22 e 23.

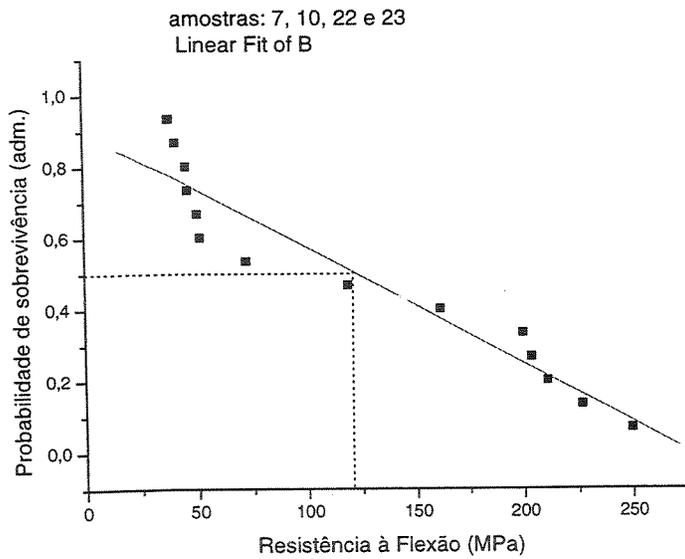


Figura A8 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para as amostras 7, 10, 22 e 23.

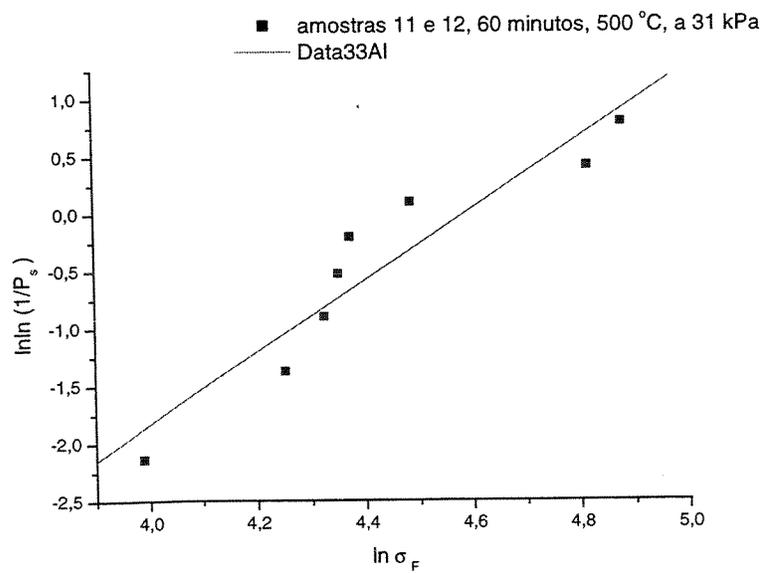


Figura A9- Curva de Weibull para as amostras 11 e 12.

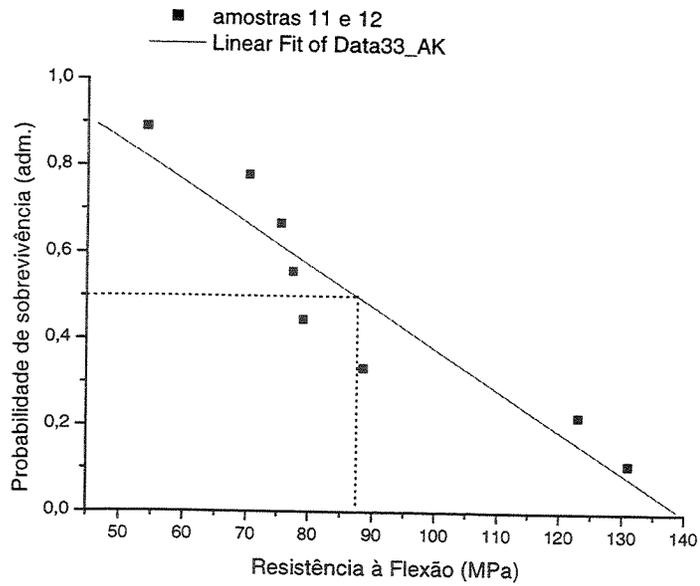


Figura A10 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para as amostras 11 e 12.

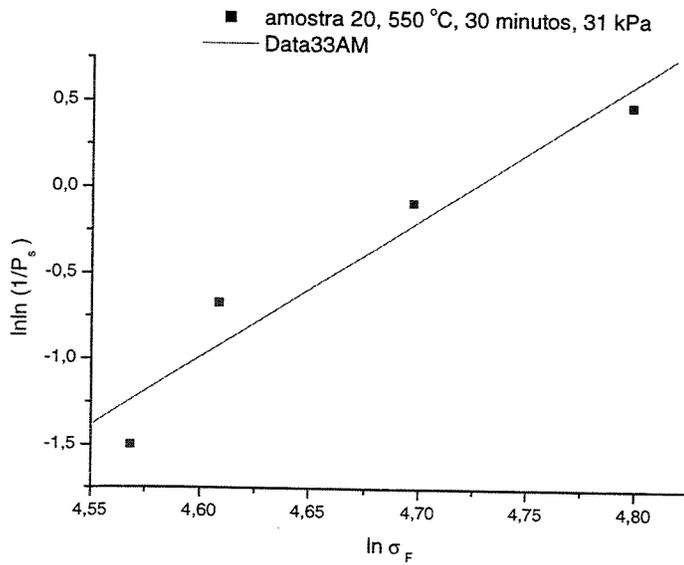


Figura A11- Curva de Weibull para a amostra 20.

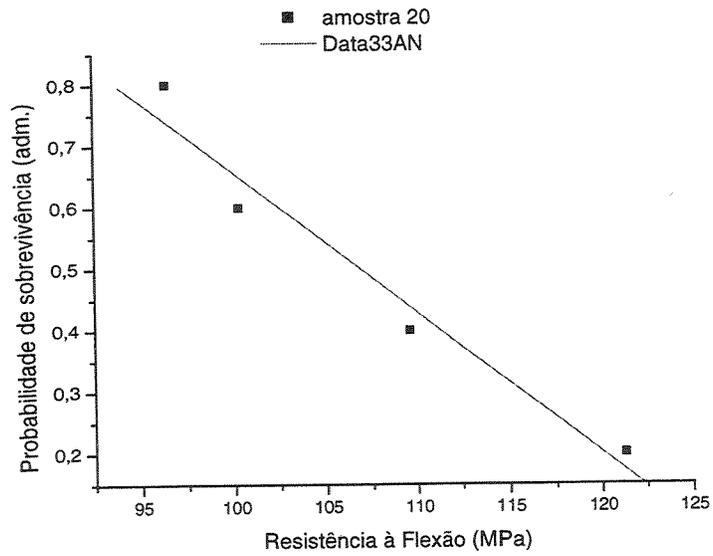


Figura A12 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para as amostras 20.

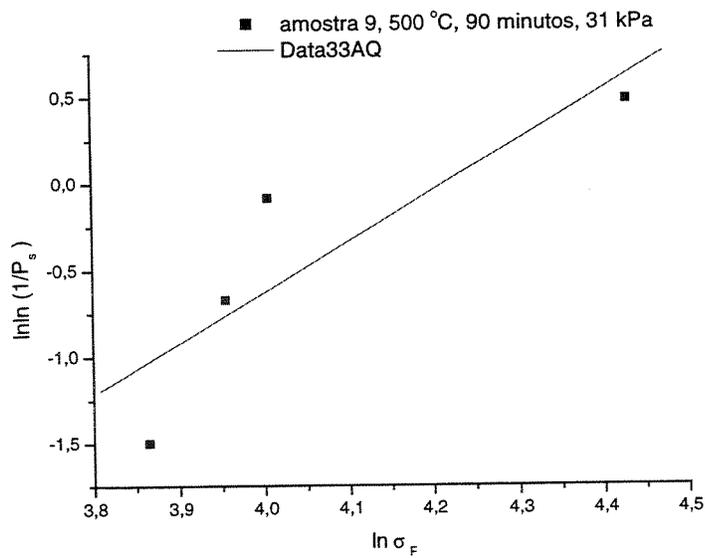


Figura A13- Curva de Weibull para a amostra 9.

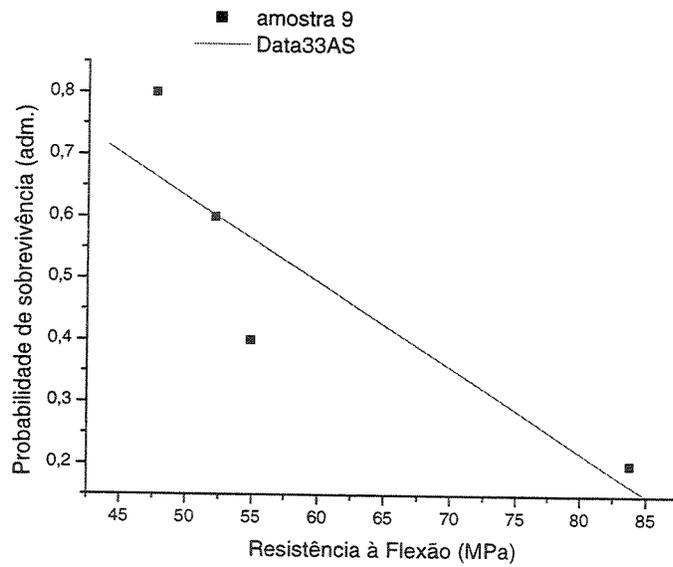


Figura A14 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para a amostra 9.

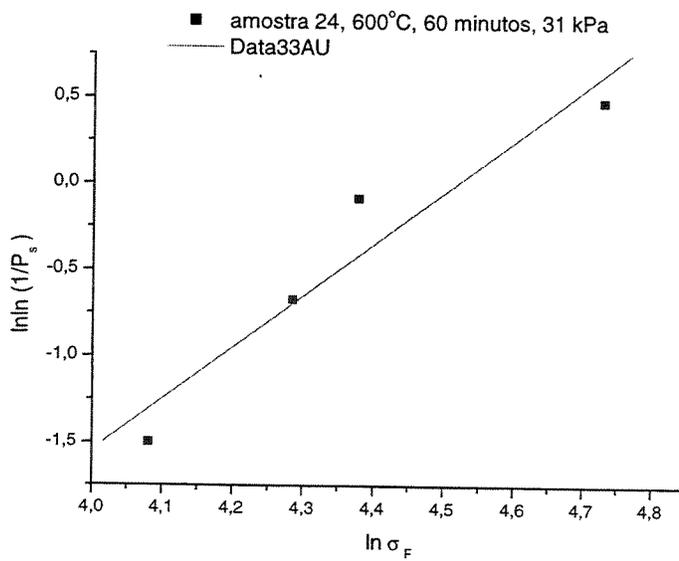


Figura A15- Curva de Weibull para a amostra 24.

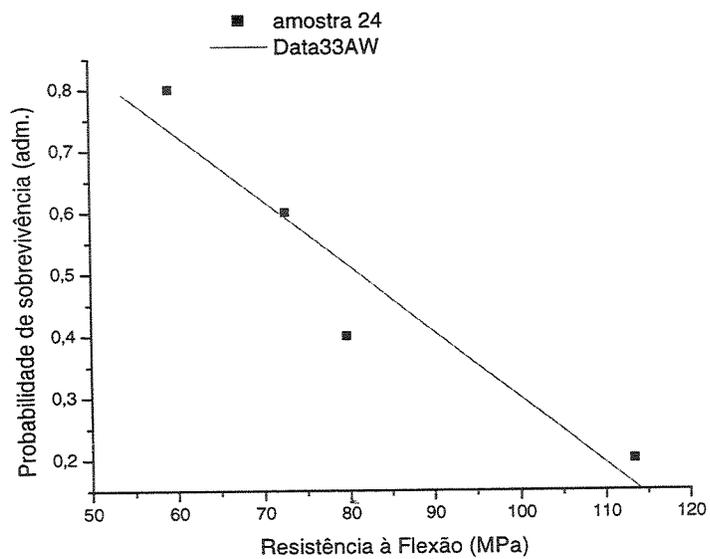
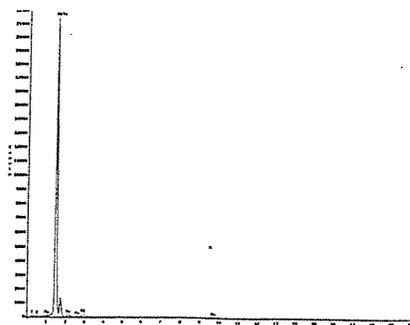
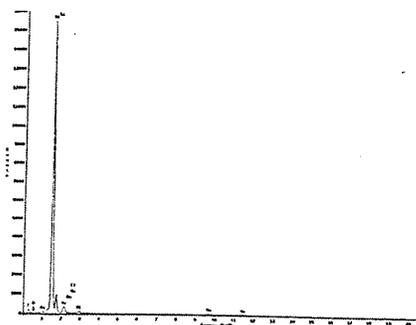
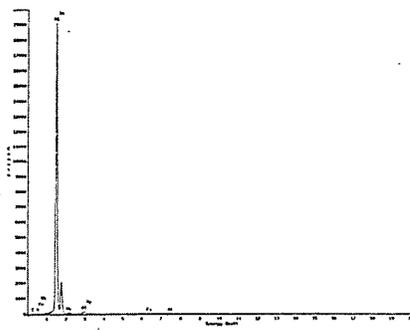
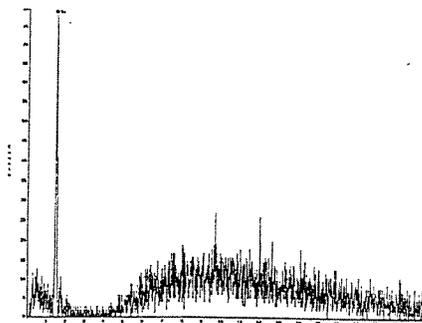
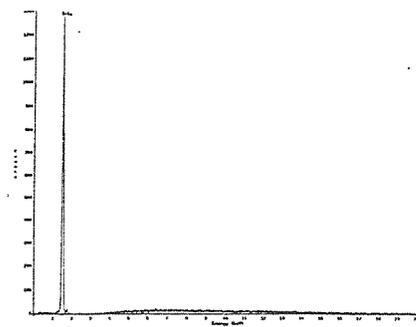
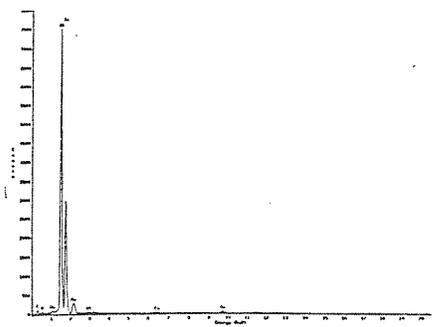


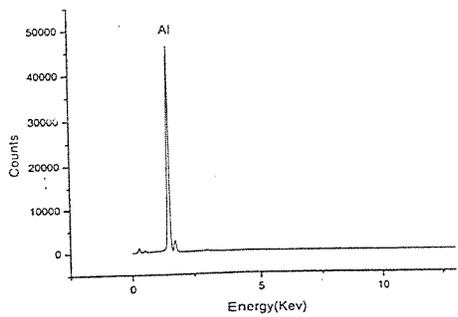
Figura A16 – Probabilidade de sobrevivência em função da resistência à flexão para a amostra 24.

ANEXO 2 - Espectros das microanálises nas interfaces de fratura das junções metal-cerâmica obtidas por difusão.

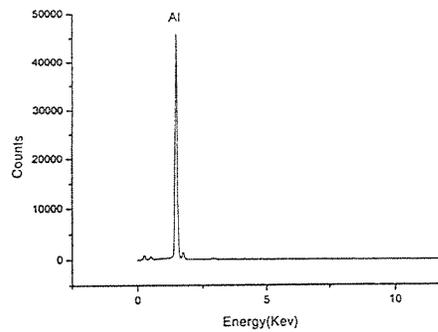
3A Espectros da amostra 01



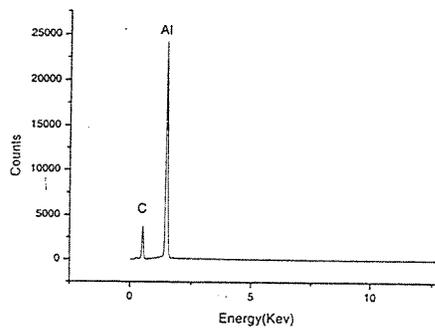
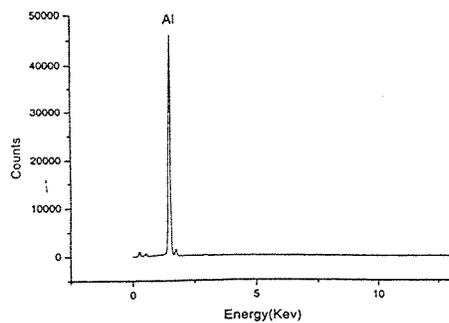
3B Espectros da amostra 24



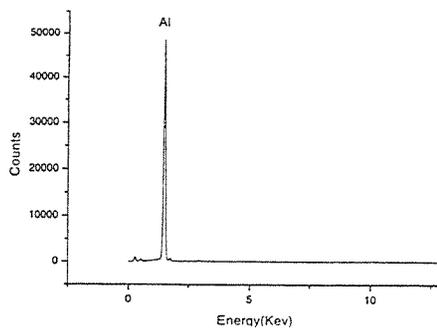
ráfico 18b



ráfico 18c



ráfico 18d



3C Espectros da amostra 26

Gráfico 20a

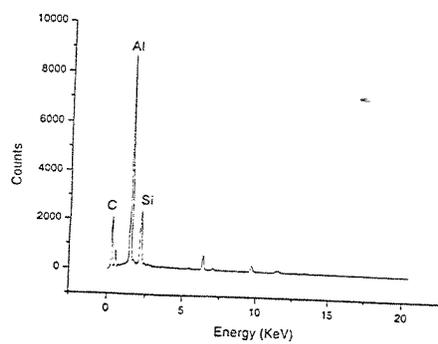


Gráfico 20b

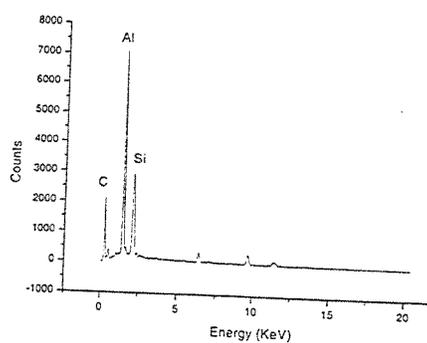
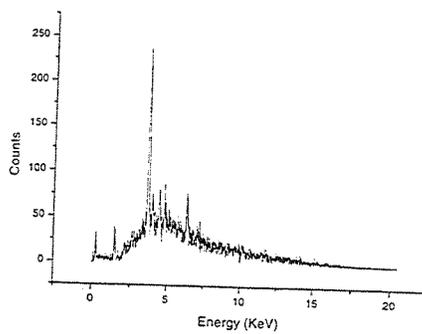


Gráfico 20c



3D Espectros da amostra 16

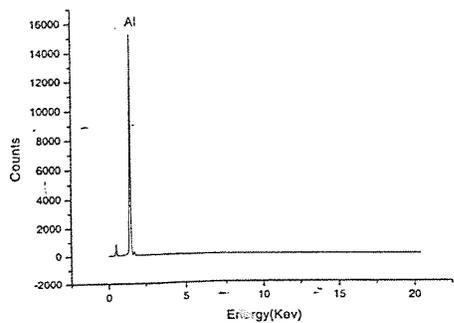


Gráfico 10b

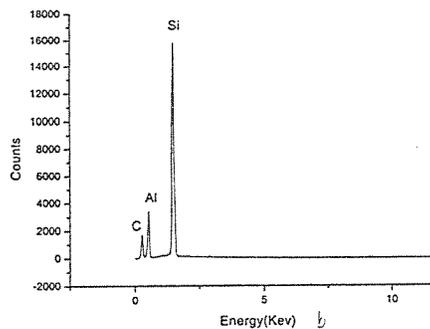


Gráfico 10c

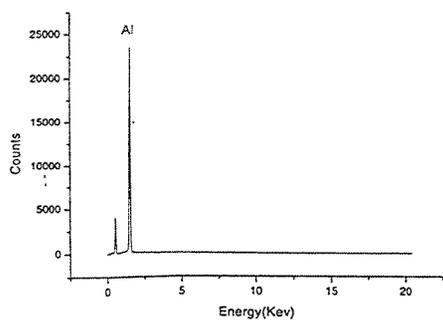
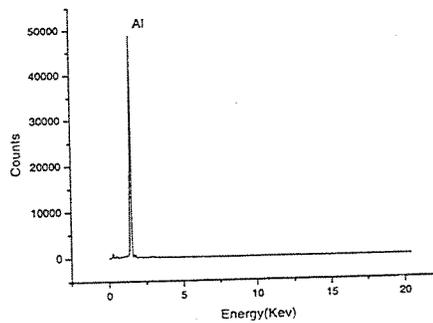


Gráfico 10d



3E Espectros da amostra 18

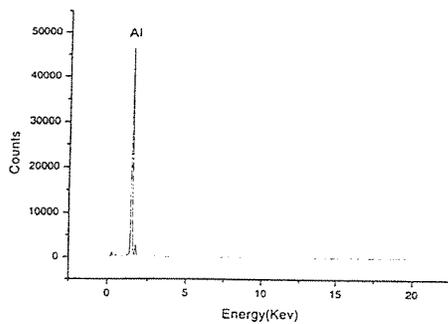


Gráfico 12b

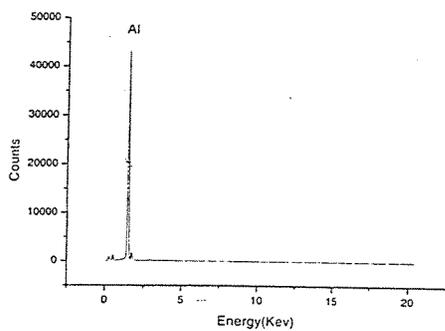
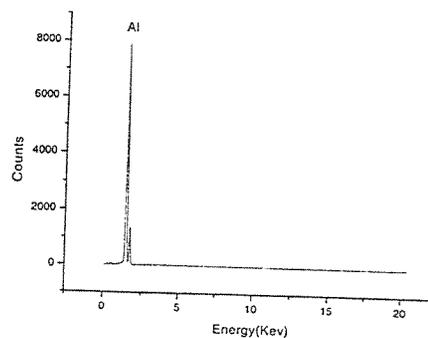
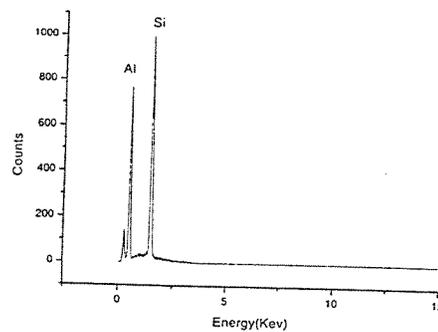


Gráfico 12d



3F Espectros da amostra 31

Gráficos 25b

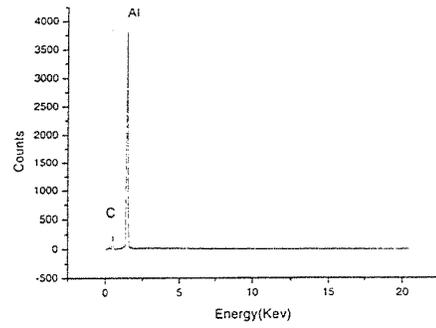
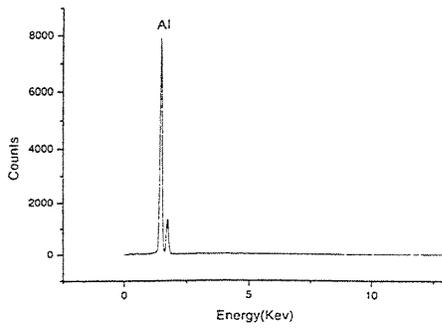
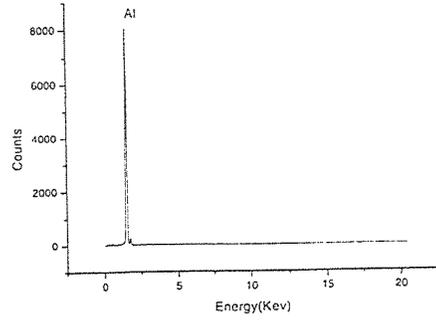
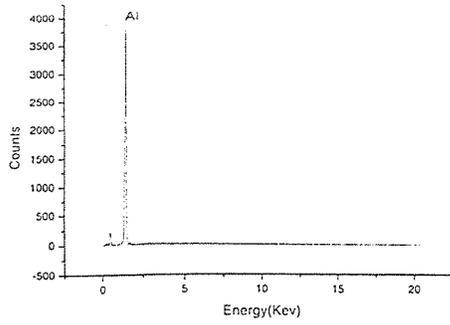


Gráfico 25e

