

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL
DA TESE DEFINIDA POR Genia Romano
Carvalho E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 16/09/92.

Melen
ORIENTADOR

ESTUDO COMPARATIVO DAS MODIFICAÇÕES MICROESTRUTURAIS
NA LIGA Al - 5,7% PESO Cu E NO COMPÓSITO DA
MESMA LIGA REFORÇADA COM 30% VOL Al_2O_3 POR EFEITO
DE TRATAMENTOS TÉRMICOS

027/92

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

TESE DE MESTRADO

TÍTULO DA TESE:

ESTUDO COMPARATIVO DAS MODIFICAÇÕES MICROESTRUTURAIS
NA LIGA Al - 5,7% PESO DE Cu E NO COMPÓSITO DA MESMA LIGA
REFORÇADO COM 30% VOL DE Al_2O_3 POR EFEITO DE
TRATAMENTOS TÉRMICOS

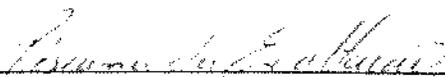
AUTORA: BERENICE ROMANO CARVALHO

ORIENTADORA: PROF. DRA. MARIA HELENA ROBERT ^{OK}

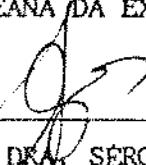
APROVADO POR:



PROF. DRA. MARIA HELENA ROBERT, Presidente

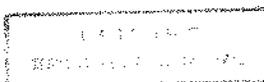


PROF. DRA. ROSEANA DA EXALTAÇÃO TREVISAN



PROF. DRA. SÉRGIO GAMA

CAMPINAS, 14 DE SETEMBRO DE 1992



AGRADECIMENTOS

À professora Dra. Maria Helena Robert pela orientação, incentivo e amizade no desenvolver deste trabalho.

Ao meu pai pelos primeiros conhecimentos científicos; à minha mãe pelo incentivo e dedicação; ao Ivan pela compreensão e apoio em todos os momentos; aos tios José Luiz e Glorinha pela ajuda; à D. Gina e sr. Giulio pela amizade e compreensão, às minhas irmãs e Níves pelo incentivo.

À amiga Rita Jacón pelo grande auxílio no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Laboratório de Baixas Temperaturas - DFESCM/IFGW/UNICAMP, em especial ao prof. Sérgio Gama, pela grande colaboração.

Aos todos os amigos, em especial Ana Paula, Cané, Paulo, Severino pela colaboração.

À todos os colegas de pós-graduação e funcionários do DEF e DEMA pelo apoio e auxílio.

À todos que diretamente ou indiretamente colaboraram para a execução deste trabalho.

SUMÁRIO

O objetivo geral do presente estudo foi analisar comparativamente modificações estruturais que ocorrem em tratamentos térmicos objetivando a homogeneização na liga Al-5,7%Cu e na mesma liga reforçada com 30% em volume de fibras de alumina.

Os materiais utilizados foram tratados em diferentes condições de temperaturas (480° e 510°C) e tempos (1, 5 e 10 horas). Suas microestruturas e perfis de distribuição do elemento cobre foram analisadas no estado "como fundido" e após os tratamentos. Para melhor caracterização das microestruturas foi utilizado ataque metalográfico para coloração da microsegregação do cobre.

Observou-se estrutura não tipicamente dendrítica, com a presença de eutéticos junto às fibras do reforço no compósito como fundido.

Dos resultados dos tratamentos térmicos efetuados, observou-se quase completa homogeneização na matriz após tratamento a 510°C por 5 horas. No compósito, observou-se precipitação de CuAl_2 em estágios iniciais de tratamento, além do agrupamento do eutético originado na solidificação. Estas diferenças podem ser atribuídas aos reduzidos espaços inter-fibras existentes no compósito, que atuam como barreira à difusão do soluto.

ABSTRACT

This thesis describes a comparative analysis of the structural alterations which occur following thermic treatment of material containing Al-5.7% Cu bonds, in some cases reinforced with 30% in volume of alumina fibers, with the aim of producing more a homogenous distribution of the Cu.

The materials used were exposed to different temperatures (480° and 510°C) for various time intervals (1, 5 and 10 hours). Their microstructures and copper distribution profiles were analyzed in the original material and after heat treatment. To better characterize the microstructures, metallographic attack for the coloration of copper microsegregation was employed. Such analysis demonstrated the presence of non-typical dendritic structures with the occurrence of eutectics alongside the reinforcing fibres in the non-treated material.

Thermic treatment resulted in almost complete homogeneity in the matrix after 5 hours at 510°C. In the composite, apart from the eutectic groupings originating from solidification, CuAl_2 precipitation was also observed in the initial stages of treatment. These differences may be attributed to the reduced inter-fiber spaces present in the composite and which act as barriers to solute diffusion.

ÍNDICE.

I - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	
1 - Introdução	1
2 - Objetivos Gerais	3
3 - Objetivos Específicos	4
II - FUNDAMENTOS TEÓRICOS NECESSÁRIOS AO TRABALHO	
1 - Introdução	8
2 - A redistribuição de Sólido na Solidificação de Ligas	8
2.1 - Equilíbrio Completo	9
2.2 - Sem Difusão no Sólido e Sem Convecção no Líquido	10
2.3 - Sem Difusão no Sólido e Forte Convecção no Líquido	12
2.4 - Sem Difusão no Sólido e Convecção Limitada no Líquido	13
3 - Microsegregação	14
3.1 - Tipos de Microsegregação	15
3.2 - Redistribuição de Sólido em Estruturas Dendríticas com Difusão no Estado Sólido	17
3.3 - Índice de Microsegregação	21
4 - Tratamentos de Homogeneização	22
4.1 - Difusão Atômica	23
4.2 - Eficiência da Homogeneização	25
4.3 - Homogeneização em ligas Al-Cu	27
4.4 - Efeito dos Tratamentos Térmicos de Homogeneização nas Propriedades das Ligas Al-Cu	29
5 - Solidificação de Compósitos de Matriz Metálica Obtidos por Infiltração	31
5.1 - Introdução	31
5.2 - A Solidificação em Compósitos Fibrados	32

6 - Microsegregação em Compósitos	36
6.1 - Influência do Espaçamento Inter-Fibras na Estrutura do Compósito	36
6.2 - Influência da Velocidade de Resfriamento na Estrutura do Compósito	37
7 - Tratamentos Térmicos em Compósitos	39
III - DESCRIÇÃO DOS EXPERIMENTOS	
1 - Introdução	64
1.1 - Liga Utilizada como Matriz	64
1.2 - Material Utilizado como Reforço	65
1.3 - Compósito Utilizado	66
2 - Tratamentos de Homogeneização	68
2.1 - Preparo de amostras	68
2.2 - Tratamentos Térmicos	68
3 - Observação dos Resultados	69
3.1 - Observação das Microestruturas	69
3.2 - Microanálise Quantitativa por Raios-X	71
3.2.1 - Introdução à Microanálise	71
3.2.2 - Técnicas Utilizadas para Microanálise	73
IV - RESULTADOS	
1 - Caracterização Estrutural dos Materiais Utilizados	84
1.1 - Matriz	84
1.2 - Compósito	85
2 - Resultado Qualitativo dos Tratamentos Térmicos	86
2.1 - Tratamentos à Menor Temperatura (480°C)	88
2.1.1 - 1 Hora de Tratamento	89
2.1.2 - 5 Horas de Tratamento	90
2.1.3 - 10 Horas de Tratamento	91
2.2 - Tratamentos à Maior Temperatura (510°C)	93
2.2.1 - 1 Hora de Tratamento	93

2.2.2 - 5 Horas de Tratamento	95
2.2.3 - 10 Horas de Tratamento	97
3 - Resultados Quantitativos dos Tratamentos	101
V - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	
1 - Efeito das Condições de Tratamento na Estrutura da Liga Sem Reforço	139
2 - Efeito das Condições de Tratamento na Estrutura da Liga Reforçada	142
VI - CONCLUSÕES	150

I - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

I.1 INTRODUÇÃO

As necessidades crescentes de melhoria da performance de materiais em condições cada vez mais severas propiciaram o desenvolvimento de uma nova série de produtos, utilizando combinações do tipo polímero - cerâmico, metal - cerâmico e mesmo polímero - metal, que atendessem aos novos requisitos das propriedades impostas.

Com tais combinações sempre se procura obter um material com características especiais e particulares, associando propriedades inerentes a cada um dos componentes isolados. Dentre os mais antigos materiais compósitos se destacam as combinações polímeros - cerâmicos, sendo que os mais popularmente conhecidos são os constituídos de resinas poliméricas reforçadas com fibras de vidro para várias aplicações estruturais, utilizadas tanto na indústria automobilística quanto na fabricação de utensílios domésticos, em artigos esportivos, etc.

De desenvolvimento mais recente, os compósitos de matriz metálica reforçada com fibras e particulados cerâmicos, tiveram sua origem principalmente para atender as necessidades da indústria aeronáutica e automobilística, no aspecto do requisito redução de peso associado à alta estabilidade térmica e resistência à abrasão à elevadas temperaturas.

Nos últimos 20 anos muito se tem estudado sobre a fabricação, as propriedades e as aplicações de ligas leves como ligas Al-Cu, Al-Si, ligas de Mg, ligas de Ti, reforçadas com fibras contínuas ou semi-contínuas e ainda particulados de materiais cerâmicos, como C, Al_2O_3 , SiC, B e óxidos, SiO_2 , entre outros.

A tabela I.1 apresenta algumas possíveis combinações para a produção de compósitos de matriz metálica e suas potenciais aplicações [1].

Em particular, compósitos de ligas de Al reforçadas com Al_2O_3 e SiC têm encontrado significativa aplicação industrial no Japão, na

fabricação de insertos para pistas de automóveis, segundo informes referentes à Toyota Motor Co [1].

Embora países mais avançados tecnologicamente já noticiem a produção comercial de determinados tipos de compósitos de matriz metálica, muitos aspectos relacionados à sua fabricação e propriedades são ainda pertinentes à pesquisa de centros de desenvolvimento no mundo todo, conforme pode ser atestado pela presença do tema nos mais importantes congressos e simpósios internacionais [2 - 5].

Diferentes processos de produção de compósitos de matriz metálica têm sido desenvolvidos, a se destacar métodos baseados em técnicas da metalurgia do pó, envolvendo fenômenos de sinterização; métodos que se utilizam de técnicas de reofundição, envolvendo pastas metálicas de alta fluidez, e ainda métodos que utilizam a infiltração de pré-formas cerâmicas pelo metal líquido sob pressão.

O controle de parâmetros de processo e sua influência nas características estruturais e, conseqüentemente, nas propriedades finais do produto é assunto de extrema importância e tema de inúmeros trabalhos científicos e tecnológicos [6 - 11].

Um aspecto da estrutura de compósitos de primordial importância na sua qualidade é o relativo à interface entre a matriz e o reforço. Por se tratar de materiais dissimilares, a formação de uma interface coerente aos dois materiais é de fundamental importância para a manutenção do reforço como tal em condições de solicitação mecânica.

No caso particular de compósitos obtidos por técnicas de infiltração, o modo de solidificação do líquido no espaçamento entre as partículas ou fibras do reforço pode definir as características da interface metal/cerâmico. Conforme será apresentado em capítulo posterior, alguns modelos de solidificação em compósitos deste tipo já foram sugeridos, indicando a formação de fases secundárias junto à interface do reforço. Esta presença de fases secundárias frágeis junto à interface matriz/reforço pode comprometer seriamente as propriedades mecânicas do compósito [12 - 14].

Tal situação deve ser evitada, o que pode ser feito por controle da solidificação (controlando, por exemplo, a direção de solidificação, de modo a provocar a sua formação em regiões distantes da superfície do reforço, ou ainda por controle da microsegregação); ou por tratamentos de homogeneização composicional que levem à eliminação da microsegregação e à dissolução da fase secundária no compósito fundido.

Neste contexto se insere a proposta deste trabalho, com o

objetivo de trazer alguma contribuição ao desenvolvimento de produtos compósitos de matriz metálica de boa qualidade.

II.2 OBJETIVOS GERAIS

É objetivo geral deste trabalho o estudo comparativo das modificações estruturais que ocorrem durante tratamentos que visam a homogeneização da composição da liga Al - 5,7%Cu, a partir do estado fundido, e do compósito constituído da mesma liga como matriz, reforçada com 30% em volume de fibras semi-contínuas de reduzido diâmetro (diâmetro médio de 3 μm) de Al_2O_3 (alumina), obtido por processo de infiltração.

A microestrutura típica da liga em questão apresenta a fase secundária CuAl_2 em contornos dendríticos, enquanto o compósito em estudo apresenta esta fase secundária junto à interface matriz/fibra. Como citado anteriormente e explorado mais profundamente em capítulo posterior, a presença de fases secundárias junto às interfaces liga/reforço pode comprometer as propriedades mecânicas do compósito.

Neste trabalho busca-se analisar a redistribuição de soluto, objetivando a promoção da homogeneização composicional, o que deve incluir a dissolução de fases secundárias de um material compósito típico. Procura-se, portanto, observar o efeito de condições de tratamentos térmicos nas características estruturais prejudiciais à qualidade do compósito.

II.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

São objetivos específicos deste trabalho:

- * caracterizar a microestrutura do compósito Al - 5,7% peso Cu + 30% vol Al_2O_3 , na forma de fibras semi-contínuas de reduzido diâmetro, comparativamente à microestrutura da mesma liga sem adição de reforço;
- * analisar as modificações estruturais que ocorrem na matriz do compósito, em diferentes condições de tratamento térmico. Duas diferentes temperaturas e 3 diferentes tempos de tratamento serão utilizados;
- * analisar as modificações estruturais que ocorrem na liga utilizada como matriz na fabricação do compósito, nas mesmas condições de tratamentos usadas para o compósito;
- * analisar a influência das condições de tratamento nas microestruturas e distribuição de soluto na liga e no compósito utilizados;
- * analisar a influência da presença do reforço no comportamento dos materiais aos tratamentos de homogeneização.

Tabela I.1 - Exemplos de aplicações de compósitos de matriz metálica [1]

Matriz	Reforço	Potencial de aplicação
Al, Mg, Pb e Cu	grafite	estrut. de satélite, míssil e helicóptero placas de baterias contatos e conexões elétricas
Al, Mg e Ti	boro	estrut de antenas/sustentações estruturais palheta de turbina de motor à jato palheta de turbina de compressor
Al e Ti	borsic	palheta de turbina de motor a jato estruturas para uso em altas temperaturas na indústria aero-espacial
Al, Pb e Mg	alumina	estruturas de transmissão em helicóptero placas de baterias controles de supercondutores em reatores de fusão
Al, Ti e superligas	carbeto de silício	estruturas para altas temperaturas componentes de motor p/ altas temperaturas
superligas	molibdênio	componentes de motor p/ altas temperaturas
superligas	tungstênio	componentes de motor p/ altas temperaturas

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS DO CAPÍTULO I

- [1] CHAWLA, K.K. - "Composite materials - Science and Engineering", Springer - Verlag, New York, 1987, pp 38 - 41, 103 - 133.
- [2] Fourth European Conference on Composite Materials, Stuttgart, Alemanha, Sept. 25 - 28, 1990.
- [3] International Conference on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites, Montréal, Québec, Canada, Sept. 17 - 29, 1990.
- [4] International Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, Chicago, EUA, Sept. 24 - 30, 1988.
- [5] International Conference on Advances in Production and Fabrication of Light Metals and Metal Matrix Composites, Alberta, Aug. 23 - 27, 1992.
- [6] GROSH, P.K.; RAY, S. - "Influence of Process Parameters on the Reacted Layer at Particle - Matrix Interface in Compocast AlMg - Al₂O₃ Composite", Proc. Int. Conf. on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites, Montréal, Québec, Canada, Sept. 17 - 29, 1990, pp 23 - 30.
- [7] CHADWICK, G.A.; STUBBINGTON, C.A. - "High Quality Squeeze Casting of Monolithic and of Reinforced Aluminium Alloys", The Foundryman, Dec. 1991, pp 471 - 474.
- [8] HANUMANTH, G.S.; IRONS, G.A. - "Mixing and Wetting in Metal Matrix Composites Fabrication", Proc. Int. Conf. on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites, Montréal, Québec, Canada, Sept. 17 - 29, 1990, pp 41 - 46.
- [9] HOOVER, W.R. - "Recent Advances in Castable Metal Matrix Composites", Proc. Int. Conf. on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites, Montréal, Québec, Canada, Sept. 17 - 29, 1990, pp 115 - 123.

[10] CIEGG, A.J. - "Cast Metal Matrix Composites", The Foundryman, Sept. 1991, pp 312 - 319.

[11] CHAPMAN, A.; SCOTT, V.; TRUMPER, R. - "Manufacture, Microstructure and Property Relationship for a Fibre Reinforced Metal", Proc. of Fourth European Conference on Composite Materials, Sept. 25 - 28, 1990, Stuttgart, Alemanha.

[12] SALVO, L.; SUÉRY, M.; DECOMPS, F. - "Age Hardening of Al - Matrix Composites Containing Various Types of Reinforcements", Proc. Int. Conf. on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites, Montréal, Québec, Canada, Sept. 17 - 29, 1990, pp 139 - 144.

[13] LOUÉ, W.R.; KOOL, W.H. - "Effect of Rapid Solidification on Microstructure and Properties of Cast SiC /Al Metal Matrix Composites", Int. Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, Chicago, EUA, Sept. 24 - 30, 1988, pp 327 - 334.

[14] LE PETITCORPS, Y.L. et alii - "Segregation of Mg in Squeeze Cast Al - Matrix Composites Reinforced with Al₂O₃ Fibres", Int. Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, Sept. 24 - 30, 1988, Chicago, EUA, pp 365 - 372.

II - FUNDAMENTOS TEÓRICOS NECESSÁRIOS AO TRABALHO.

II.1 INTRODUÇÃO

Este trabalho trata da cinética de homogeneização da composição de cobre na microestrutura da liga Al-Cu hipoeutética reforçada com fibras cerâmicas semi-contínuas de alumina (Al_2O_3), a partir do estado fundido.

Conceitos de solidificação, em particular aqueles envolvendo a redistribuição de soluto e a formação de microsegregação em fundidos, são necessários ao desenvolvimento do trabalho. São também necessários a apresentação de fundamentos de difusão de massa para a redução de gradientes composicionais em ligas fundidas, bem como a apresentação de aspectos já conhecidos da particular solidificação de ligas reforçadas com produtos cerâmicos.

Este capítulo procura, portanto, fornecer conceitos básicos relacionados aos fenômenos envolvidos na solidificação e tratamento térmico dos materiais em estudo.

II.2 A REDISTRIBUIÇÃO DE SOLUTO NA SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS

Considerando-se uma liga cristalina solidificando-se com uma frente plana cuja temperatura na interface é igual a T_1 , podemos descrever quatro casos clássicos de solidificação [1]:

- 2.1) Equilíbrio completo;
- 2.2) Sem difusão no sólido e sem convecção no líquido;
- 2.3) Sem difusão no sólido e forte convecção no líquido;
- 2.4) Sem difusão no sólido e convecção limitada no líquido.

Cada um dos casos será visto a seguir.

II.2.1 EQUILÍBRIO COMPLETO

A solidificação em equilíbrio completo significa que as composições do sólido já formado e do líquido remanescente, em qualquer momento da solidificação, são homogêneas. Para tanto, é necessário que haja difusão total e instantânea do soluto no líquido e no sólido, para cada incremento de sólido formado [1].

Devido, no entanto, à limitada velocidade de difusão, principalmente no sólido onde difusividades da ordem de 10^{-8} cm²/s são típicas para metais [2], a solidificação em equilíbrio não é observada na prática.

No entanto, é de certa utilidade o modelamento da redistribuição do soluto em condições de equilíbrio, uma vez que a Regra da Alavanca resultante é de uso bastante simples.

Na redistribuição de soluto nestas condições, considerando então completa difusão no sólido e no líquido, a solidificação de uma liga com $k_0 < 1$ é esquematizada na figura II.1.

O primeiro sólido se forma à temperatura T_1 e, tem a composição $k_0 C_0$, que é menor do que a composição inicial do líquido (C_0). O soluto rejeitado na interface sólido-líquido difunde-se no líquido. Em subsequente resfriamento e solidificação, tanto o sólido como o líquido tornam-se enriquecidos em soluto. A composição do líquido e do sólido (C_L e C_S) são dadas pelos pontos nas linhas *liquidus* e *solidus* e, a quantidade relativa de sólido é determinada pela Regra da Alavanca.

Assim, na temperatura T_3 , sendo a composição do sólido C_A e a do líquido C_B , temos:

$$\frac{\text{quantidade de sólido}}{\text{quantidade de líquido}} = \frac{C_B - C_0}{C_0 - C_A}$$

À uma temperatura T^* , um sólido de composição C_S^* é formado em equilíbrio com um líquido de composição C_L^* . Como a difusão no sólido e no líquido é completa, todo o sólido formado terá uma composição uniforme $C_S = C_S^*$ e todo o líquido uma composição também uniforme $C_L = C_L^*$.

Um balanço de massa (conservação dos átomos do soluto) na temperatura T^* , fornece:

$$C_L f_S + C_S f_L = C_0 \quad (1)$$

onde: C_L e C_S são as composições do sólido e do líquido;

f_S e f_L são as frações em peso do sólido e líquido, respectivamente e,

$$f_S + f_L = 1 .$$

No final da solidificação, a composição em todo o sólido será C_0 , composição esta igual à composição inicial do líquido. É importante observar que o metal como um todo é homogêneo somente antes e após a solidificação, havendo uma redistribuição do soluto durante o processo, como observado na fig II.1 (b).

II.2.2 SEM DIFUSÃO NO SÓLIDO E SEM CONVECÇÃO NO LÍQUIDO (DIFUSÃO NATURAL NO LÍQUIDO)

Neste caso, a composição do sólido é fixada no momento de sua formação porque não existe difusão no sólido e a redistribuição de soluto no líquido é limitada pela ausência de convecção, ocorrendo apenas por difusão natural. É importante notar que a ausência total de convecção é difícil de se obter na prática.

Consideremos o resfriamento da liga de composição C_0 (para $k_0 < 1$) esquematizada na figura II.1 (a), sob a nova condição [1,3]. Após a formação do primeiro sólido de composição $C_0 k_0$, haverá um enriquecimento local do líquido (como $k_0 < 1 \Rightarrow C_0 k_0 < C_0$). O soluto rejeitado é transportado somente por difusão, formando à frente da interface uma camada enriquecida em soluto de espessura δ . Durante um determinado período de tempo esta camada se enriquecerá progressivamente até atingir um estado estacionário que acontecerá quando o sólido formado tiver exatamente a mesma composição do líquido, ou seja, C_0 . Aqui, a taxa de rejeição de soluto é igual à taxa de difusão à partir da interface. Para se atingir o equilíbrio na interface é necessário que a composição do líquido seja C_0/k_0 , a partir deste momento a solidificação ocorre à uma temperatura constante T_S , que é a temperatura da linha *solidus* para a composição C_0 . Este estado estacionário continuará até que a

solidificação esteja quase completa, quando o único líquido remanescente é o constituído da camada enriquecida, que deve então solidificar. A composição do sólido formado apresentará um alto gradiente de soluto. O perfil de soluto resultante após completada a solidificação é mostrado na figura II.2 (b), enquanto a figura II.2 (a) mostra o perfil de soluto no líquido durante o estado estacionário.

Durante o regime permanente, o perfil de soluto tem as seguintes condições de contorno:

$$\begin{aligned} \text{em } x = 0, \quad C_L &= \frac{C_o}{K_o} \quad \text{e} \\ \text{em } x = \infty, \quad C_L &= C_o \end{aligned}$$

que aplicadas à equação de difusão:

$$D_L \frac{d^2 C_L}{dx^2} + R \frac{dC_L}{dx} = 0 \quad (2)$$

onde: D_L é o coeficiente de difusão do soluto no líquido;

C_L é a composição do líquido;

R é a velocidade de crescimento da interface;

x é a distância da interface;

fornece a variação de C_L com a distância da interface sólido/líquido [3]:

$$C_L = C_o \left[1 + \left(\frac{1 - k_o}{k_o} \right) \exp \left(- \frac{R}{D_L} x \right) \right] \quad (3)$$

E o perfil de concentração do sólido é dado por:

$$C_S = C_o \left[(1 - k_o) \left(1 - \exp \left(- k_o \frac{R}{D_L} x \right) \right) + k_o \right] \quad (3.a)$$

O fator R/D_L é chamado distância característica, e, é a distância para o decaimento exponencial da concentração do líquido à frente da interface.

11.2.3 SEM DIFUSÃO NO SÓLIDO E FORTE CONVECÇÃO NO LÍQUIDO
(COMPLETA DIFUSÃO NO LÍQUIDO)

Como alguma convecção no líquido geralmente está presente durante a solidificação, auxiliando a redistribuição do soluto no líquido, este caso é de grande interesse prático.

Consideremos o tratamento dado por Pfann [4], baseado na hipótese de que a convecção é eficiente o bastante para promover completa difusão no líquido.

Neste caso, o soluto rejeitado na interface será distribuído uniformemente por todo o líquido. Nos estágios iniciais da solidificação, quando se tem grande quantidade de líquido, a variação total na sua composição será pequena mas, à medida que a solidificação progride (mais soluto sendo rejeitado para uma menor quantidade de líquido), a variação na composição do líquido se torna apreciável.

Neste caso, assumimos que a composição do líquido é sempre uniforme e é dada pela composição da interface C_L^* . Para se quantificar a redistribuição de soluto, pode ser feito um balanço de massa quando um pequeno aumento na fração do sólido (df_s) é formado:

$$(C_L - C_S^*) df_s = dC_L (1 - f_s) \quad (4)$$

onde, substituindo $C_S^* = k_0 C_L$ e integrando temos:

$$\int_0^1 \frac{df_s}{(1 - f_s)} = \int_{C_0}^{C_L} \frac{dC_L}{C_L (1 - k_0)} \quad (5)$$

que resolvendo, resulta:

$$C_S^* = k_0 C_0 (1 - f_s)^{k_0 - 1} \quad \text{ou} \quad (6)$$

$$C_S^* = k_0 C_0 f_L^{(k_0 - 1)}$$

Esta equação é conhecida como EQUAÇÃO DE SCHEIL.

A composição média do líquido, após a fração f_s ter se solidificado, é dada por:

$$C_L = C_0 (1 - f_s)^{k_0 - 1} \quad (7)$$

De acordo com a equação (7), para valores muito reduzidos de líquido, sua concentração poderá ser muito elevada, atingindo composições adequadas para a formação de fases secundárias à temperaturas invariantes, como por exemplo eutéticos. Nesta temperatura, a composição do líquido será C_E e a do sólido na interface C_{SM} , que é a solubilidade máxima do soluto na fase primária.

A figura II.3 apresenta a distribuição de soluto em uma liga hipoeutética com $k_0 < 1$ durante a solidificação, em condições de difusão total no líquido e ausência de difusão no sólido e, a distribuição de soluto no produto final solidificado.

II.2.4 SEM DIFUSÃO NO SÓLIDO E CONVECÇÃO LIMITADA NO LÍQUIDO (DIFUSÃO PARCIAL NO LÍQUIDO)

Este é o caso que mais se aproxima do real; é produzida mistura parcial do soluto no líquido pelo efeito combinado de difusão e convecção naturais.

Segundo Burton [5], a convecção está presente, mas há uma camada laminar na interface sólido-líquido na qual ela não exerce influência. Em regiões além desta camada, a convecção é eficiente, promovendo difusão e resultando em composição uniforme do líquido. O perfil de soluto é mostrado na figura II.4 (a). A espessura da camada laminar, δ_s , diminui com o aumento da eficiência da convecção no líquido.

Resolvendo a equação de difusão (2) para este caso, com as condições de contorno:

$$\begin{aligned} C_L &= C_\infty & \text{para } x &= \infty, \\ C_L &= C_L^* & \text{para } x &= 0, \end{aligned}$$

resulta:

$$C_S = C_0 k_E (1 - f_S)^{k_E - 1} \quad (8)$$

onde k_E é o Coeficiente de Distribuição Efetivo (ou de Partição), definido por:

$$k_E = \frac{k_0}{k_0 + (1 - k_0) \exp \left[\left(-\frac{R}{D_L} \right) \delta_S \right]} \quad (9)$$

Quando a convecção produz uma total mistura no líquido, $k_E = k_0$, e a equação (8) se torna a equação de Scheil; quando a convecção está completamente ausente, $k_E = 1$ e $C_S = C_0$.

A figura II.4 (b) esquematiza a distribuição de soluto após completada a solidificação nas condições analisadas.

II.3 MICROSSEGREGAÇÃO EM LIGAS

Como resultado da diferença de solubilidade de elementos de liga no metal líquido e no sólido e da não homogênea redistribuição de soluto durante a solidificação, a estrutura final resultante apresenta gradientes composicionais. Estas variações de composição podem se dar tanto dentro das dimensões da macroestrutura (macrosegregação), quanto a curto alcance, dentro das dimensões da microestrutura do produto (microsegregação).

Este trabalho se relaciona com variações de composição química na fase primária de ligas, portanto trata de fenômenos de microsegregação.

11.3.1 TIPOS DE MICROSEGREGAÇÃO

Três tipos básicos de microsegregação podem ser citados, classificados de acordo com a morfologia da microestrutura à qual se relacionam, a saber:

- Microsegregação Celular:

Quando projeções celulares crescem, o soluto é rejeitado pela sua frente e laterais ($k_0 < 1$), ocorrendo um acúmulo de soluto nos contornos da célula e principalmente nos pontos de junção da estrutura (nódulos). Este tipo de segregação se estende por distâncias da ordem do tamanho da célula (cerca de 50 μm) e ocorre mesmo em metais comercialmente puros, provocando concentrações pontuais de impurezas.

- Microsegregação em contorno de grão:

Geralmente verifica-se acúmulo de soluto na junção de dois grãos, podendo ter duas procedências.

Primeiro, se o contorno de grão for paralelo à direção de crescimento, as condições de energia superficial levarão a um efeito de cavidade no contorno de grão e a uma segregação significativa nesta cavidade. Experimentalmente, constatou-se que a segregação de soluto é marcante para este tipo de contorno, mesmo no caso de interface celular [6].

A segunda possibilidade de segregação em contorno de grão resulta do encontro de duas interfaces em movimento, com componente de crescimento normal uma em relação à outra. Para crescimento de contornos macroscopicamente planos, os acúmulos de soluto convergem para produzir uma região com concentração de soluto extremamente elevada, pois o encontro dos contornos recebe dois transientes terminais de soluto. Assim sendo, este tipo de segregação pode ser considerado como uma forma de macrosegregação.

- Microsegregação Dendrítica:

A segregação resultante da redistribuição de soluto durante a solidificação dendrítica propicia o zoneamento da composição ("coring"), ou seja, uma variação na concentração de soluto entre o centro e a região externa da ramificação dendrítica. Em casos extremos, este acúmulo de soluto pode propiciar a formação de fases secundárias na região interdendrítica, em proporções maiores que aquelas previstas pelo diagrama de equilíbrio.

A figura II.5 mostra a natureza complexa do perfil de concentração de uma dendrita colunar, determinado por microsonda eletrônica. A microsegregação é mais severa entre as dendritas primárias do que entre as secundárias, segundo estudos de Flemings [7].

Estudos de microsegregação utilizando estruturas dendríticas e não interfaces planas mostram que as equações discutidas anteriormente não apresentam boa concordância com dados experimentais obtidos [8 - 11].

Para os autores, a discrepância observada se deve principalmente à desconsideração da difusão no estado sólido que ocorre durante a solidificação. Tal discrepância é tanto maior quanto menores forem as distâncias para a difusão, isto é, quanto mais refinada é a estrutura em formação.

II.3.2 REDISTRIBUIÇÃO DE SOLUTO EM ESTRUTURAS DENDRÍTICAS COM DIFUSÃO NO ESTADO SÓLIDO

A influência da difusão no sólido no perfil de microsegregação foi analisada primeiramente por Brody e Flemings [8], que consideraram COMPLETA DIFUSÃO NO LÍQUIDO E INCOMPLETA DIFUSÃO DE RETORNO NO SÓLIDO, quantificando o efeito da difusão no estado sólido num regime intermediário entre Scheil e a Regra da Alavanca.

O tratamento considera um modelo de redistribuição de soluto unidimensional, em morfologia dendrítica assumida como placas paralelas à direção do fluxo de calor. A análise da conservação de soluto nestas condições fornece:

$$d (f_L C_L) + d (f_S \bar{C}_S) = 0 \quad (10.a)$$

onde: \bar{C}_S é a composição média do sólido.

Sendo:

$$d (f_S \bar{C}_S) = C_S^* df_S + \frac{D_S}{VL} d C_S^* \quad (10.b)$$

onde: C_S^* é a composição da superfície do sólido quando f_S é a fração sólida já formada;

D_S o coeficiente de difusão do soluto no sólido;

V a velocidade local da interface;

L é a metade do espaçamento dendrítico.

Durante um pequeno avanço na solidificação de uma liga de composição média C_0 , temos:

$$(C_L - C_S^*) df_S = (1 - f_S) dC_L + \frac{D_S}{VL} dC_S^* \quad (10.c)$$

Substituindo o coeficiente de partição $k_0 = C_S^* / C_L$ na equação acima, obtemos:

$$C_S^* \left(\frac{1 - k_0}{k_0} \right) df_S = \left(\frac{1 - f_S}{k_0} \right) dC_S^* + \frac{D_S}{VL} dC_S^* \quad (10.d)$$

que, separando e integrando, assumindo V constante e igual à $\frac{L}{t}$,

$$\int_{k_0 C_0}^{C_S^*} \frac{dC_S^*}{C_S^*} = \int_0^{f_S} \frac{1 - k_0}{(1 - f_S) + \frac{D_S k_0}{VL}} df_S \quad (10.e)$$

chegamos à:

$$C_s^* = k_0 C_0 \left[1 - \frac{f_s}{1 + \alpha k_0} \right]^{k_0 - 1} \quad (11)$$

onde: α é uma constante relacionada com o espaçamento dendrítico (λ) e é dada por:

$$\alpha = \frac{D_s t_f}{L^2} = \frac{4 D_s t_f}{\lambda^2} \quad (12)$$

t_f é o tempo de solidificação local, em segundos;

($t_{\text{local de solidificação}}$ é o tempo entre o início e o término da solidificação para um dado ponto).

A equação (11) é conhecida como equação de Scheil Modificada, e se reduz à equação de Scheil quando $\alpha \Rightarrow 0$, porém quando $\alpha \Rightarrow \infty$, $C_s^* \Rightarrow k_0 C_0$ para qualquer f_s .

Trabalho posterior de Clyne e Kurz [9] mostra que a análise de Brody e Flemings somente é válida para $\alpha \ll L$. Quando esta condição não é válida, uma porção significativa de difusão de retorno não é considerada.

Clyne e Kurz [9] reformulam o modelo de Brody e Flemings fazendo um balanço de massa mais adequado na interface, substituindo α por uma função $\Omega(\alpha)$, dada por:

$$\Omega(\alpha) = \alpha \left[1 - \exp\left(-\frac{1}{\alpha}\right) - 0,5 \exp\left(-\frac{1}{2\alpha}\right) \right] \quad (13)$$

onde Ω é o Parâmetro de Difusão Modificado;

quando $\alpha \Rightarrow 0$, $\Omega \Rightarrow \alpha$ e a expressão de Clyne e Kurz se torna idêntica à equação de Brody e Flemings (11);

quando $\alpha \Rightarrow \infty$, corresponde à um sistema onde a regra da alavanca é aplicável.

Na linha tracejada da figura II.6 se observa a distribuição de soluto em uma liga hipoeutética com $k_0 < 1$ durante a solidificação em condições de completa difusão no líquido e incompleta difusão de retorno no sólido, comparado com a mesma condição sem a difusão de retorno.

Bower, Brody e Flemings [10] estudando a solidificação dendrítica, observam que o crescimento dos braços primários no líquido acontece aproximadamente na direção do fluxo de calor. Depois se segue a formação e crescimento de braços secundários, sendo que braços de maior ordem (terciários, etc.) podem se formar subsequentemente nos braços secundários.

Observam também que braços dendríticos secundários podem coalescer formando placas primárias e, similarmente, braços dendríticos terciários coalescem formando placas secundárias (com o espaçamento dos braços secundários). Os autores supõem que estes fenômenos ocorrem nos primeiros estágios da solidificação e, portanto, uma geometria simplificada poderia ser considerada para o problema da difusão de retorno.

Baseando-se nestes estudos, Kirkwood [11] propõe um modelo para o engrossamento dendrítico por efeito da difusão de retorno. Este modelo adiciona líquido de composição média C_0 , diluindo, deste modo, o líquido no elemento considerado, mas mantendo a composição média no elemento de volume total. Esta adição na composição C_0 acontece porque algum sólido (fundido) e seu líquido associado estão sendo transferidos de outro elemento de volume. Considerando uma interface que se move devido ao resfriamento, o balanço de soluto nesta interface em movimento é dado por:

$$C_L(1 - k) \frac{dx'}{dt} = D_S \left(\frac{\partial C_S}{\partial x} \right)_{x'} + \frac{dC_L}{dt} \left(\frac{\lambda}{2} - x' \right) + \frac{1}{2} (C_L - C_0) \frac{d\lambda}{dt} \quad (14)$$

onde: λ (espaçamento inter-dendrítico) é a distância entre as linhas dos centros de dois braços paralelos.

A equação (14) é resolvida por método de diferenças finitas. Estudos posteriores deste mesmo autor mostram que a inclusão do termo referente ao engrossamento dendrítico no cálculo da difusão de retorno apresenta boa concordância com dados experimentais.

λ define a extensão da microsegregação e, é função das condições de solidificação (gradiente térmico, velocidade de solidificação, tempo local de solidificação e taxa de resfriamento).

O espaçamento entre as ramificações dendríticas depende também de efeitos do engrossamento que ocorrem durante a solidificação, o que leva as pequenas dendritas a desaparecerem e as grandes a crescerem preferencialmente, ocorrendo o fenômeno de "ripening", observado por Kirkwood.

O parâmetro λ pode ser dado pela seguinte relação, de acordo com Kurz [12]:

$$\lambda^4 = \frac{A C_0}{G^2 V} \quad (15)$$

onde: C_0 é a composição da liga;

G é o gradiente térmico;

V é a velocidade de crescimento da extremidade da dendrita e

A é uma constante.

Flemings et alli [10] estabelecem que o espaçamento dendrítico secundário é uma função do tempo local de solidificação - t_s , isto é:

$$\lambda_2 \propto t_s^n \quad (16)$$

onde: n é um valor entre $\frac{1}{3}$ e $\frac{1}{2}$.

O parâmetro λ é de grande importância quando se pretende eliminar gradientes composicionais por estímulo à difusão, isto é, quanto maior o espaçamento dendrítico, mais difícil será a homogeneização por um tratamento térmico subsequente (grandes distâncias para a difusão necessitam longos tempos de tratamento térmico).

Uma completa eliminação da microsegregação dendrítica propicia, de modo geral, uma melhora nas propriedades mecânicas.

O controle da eficiência da homogeneização através do controle do espaçamento inter-dendrítico tem tido uma importância crescente. Este assunto será tratado com mais profundidade em itens posteriores.

II.3.3 ÍNDICE DE MICROSSEGREGAÇÃO

A intensidade da microsegregação (em geral, para qualquer dos três tipos) é medida por um parâmetro denominado índice de Microsegregação (I_S), que é a relação entre os valores máximo e mínimo do soluto, medidos dentro da região estudada [13].

$$I_S = \frac{C_M}{C_m} \quad (17)$$

onde: C_M é a concentração máxima de soluto e

C_m é a concentração mínima de soluto.

Para simplificação de análise, considera-se um perfil de soluto senoidal [13], ao longo dos ramos dendríticos, conforme esquematizado na figura II.7.

Para uma liga com $k_0 < 1$, o valor máximo de concentração de soluto ocorre em contornos dendríticos, enquanto o valor mínimo no seu centro.

Uma estrutura composicionalmente homogênea deverá apresentar, portanto, o valor de I_S tendendo a 1.

II.4 TRATAMENTOS DE HOMOGENEIZAÇÃO

A solidificação de ligas metálicas corresponde, na prática, a um fenômeno de não-equilíbrio. A ocorrência de rejeição de soluto adiante da interface sólido-líquido em crescimento provoca, como visto, o aparecimento de um gradiente de composição na estrutura solidificada. A estrutura resultante, quimicamente heterogênea, difere, em geral, da prevista pelo diagrama de equilíbrio correspondente. Obtem-se regiões com valores nominais de composição maiores ou menores que o valor nominal da liga em questão. O fenômeno da segregação, analisado anteriormente, têm importantes consequências do ponto de vista da aplicação comercial dos materiais.

A rejeição de soluto pode permitir que se atinjam valores de concentração de soluto capazes de provocar a precipitação de compostos intermetálicos ou de outras fases indesejáveis, que podem comprometer o processamento e uso da peça.

Em princípio, os gradientes de composição que resultam da segregação podem ser eliminados ou pelo menos atenuados por meio de tratamentos térmicos de homogeneização efetuados na estrutura solidificada.

No tratamento de homogeneização, é incentivado o transporte de massa no estado sólido pelo aumento da temperatura e manutenção do material pelo tempo requerido para a eliminação de gradientes composicionais e dissolução de fases secundárias nocivas aos seus requisitos de qualidade.

O mecanismo que atua neste transporte de matéria através do sólido é a DIFUSÃO. Do ponto de vista termodinâmico, a difusão elimina gradientes de energia livre em escala atômica, que é o efeito resultante do movimento atômico.

II.4.1 DIFUSÃO ATÔMICA

Na maioria dos sólidos, particularmente nos cristalinos (os metais, por exemplo), os átomos estão fortemente ligados às suas posições de equilíbrio. Com o aumento da temperatura, contudo, há um aumento das vibrações atômicas permitindo que alguns átomos se movam através da rede. Um grande número destes movimentos resulta em um transporte significativo de material, e é conhecido como DIFUSÃO NO ESTADO SÓLIDO. Em um material puro, este movimento é denominado auto-difusão. Numa mistura de mais de um componente (liga) ocorre o processo de inter-difusão, isto é, difusão de um componente através da rede do outro.

As equações que regem este fenômeno são dadas pelas LEIS DE FICK [14,16].

A equação:

$$J_x = - D_s \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (18)$$

onde: J_x é o fluxo molar do elemento na direção x ,

C é a concentração molar do elemento,

D_s é o coeficiente de difusão ou difusividade deste elemento e

x é a distância de difusão,

é denominada Primeira Lei de Fick, e estabelece que o fluxo de átomos por unidade de área na unidade de tempo é proporcional ao gradiente de concentração.

A Segunda Lei de Fick relaciona a variação de concentração no tempo com a variação de concentração no espaço, e é dada por:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_s \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \right) \quad (19)$$

De acordo com a relação (19), a velocidade de locomoção dos átomos diminui com a diminuição da concentração, isto é, os estágios finais da homogeneização são lentos.

A constante de proporcionalidade D é denominada Coefficiente de Difusão e é função da concentração e da temperatura.

É possível descrever o fenômeno de homogeneização da microsegregação dendrítica, isto é, a variação dos gradientes composicionais com o tempo de tratamento, através da solução da Segunda Lei de Fick. Resolvendo a equação (19), para as seguintes condições:

- condição inicial: $C(x,0) = f(x)$
- condições de contorno: $\frac{\partial C}{\partial x} (0,t) = 0,$
 $\frac{\partial C}{\partial x} (L,t) = 0,$

onde: L é a metade do espaçamento inter-dendrítico.

Crank [17] encontrou a solução aplicando o método de separação de variáveis:

$$C(x,t) = C_0 + \sum_{n=1}^{\infty} A_n \exp \left(-n^2 \pi^2 \frac{D_s t}{L^2} \right) \cos \frac{n\pi x}{L} \quad (20)$$

$$\text{onde: } A_n = \frac{2}{L} \int_0^L f(x) \cos \frac{n\pi x}{L} dx \quad (21)$$

A_n é a amplitude inicial;

$f(x)$ é a distribuição inicial de soluto e

C_0 é a composição inicial da liga.

II.4.2 EFICIÊNCIA DA HOMOGENEIZAÇÃO

Como comentado anteriormente, a segregação de soluto se divide em macro e microsegregação em função das diferenças na composição química serem de longo ou curto alcance.

Para a macrosegregação, os efeitos dos tratamentos de homogeneização são praticamente nulos. Tendo em vista as grandes distâncias envolvidas as quais os átomos de soluto deveriam percorrer, seriam necessários tempos praticamente infinitos para que a difusão no estado sólido fosse representativa.

No caso da microsegregação, as distâncias em que ocorrem as diferenças de composição química já permitem a eliminação total ou parcial dos gradientes de composição em tempos de tratamento economicamente viáveis, apesar de que, em certos casos, tais gradientes chegam a ser tão intensos que tornam proibitivo o custo do tratamento de homogeneização.

No caso particular da microsegregação dendrítica, o espaçamento inter-dendrítico é fator determinante na eficiência da homogeneização.

Esta eficiência é medida usando-se o ÍNDICE DE MICROSEGREGAÇÃO RESIDUAL, definido por:

$$\delta_i = \frac{C_M - C_m}{C_M^0 - C_m^0} \quad (22)$$

onde: C_M = concentração máxima de soluto no tempo t ;

C_m = concentração mínima de soluto no tempo t ;

C_M^0 = concentração máxima de soluto antes do tratamento;

C_m^0 = concentração mínima de soluto antes do tratamento;

sendo que t é o tempo do tratamento de homogeneização.

Estas variáveis são mostradas na figura II.7 [48].

Antes da homogeneização ter sido feita, $\delta_i = 1$ ($C_M - C_m = C_M^0 - C_m^0$) e após completa homogeneização, $\delta_i = 0$ ($C_M - C_m = 0$).

Podemos encontrar $C_M - C_m$ fazendo $x = 0$ e $x = L$ na equação (20) e executando a subtração indicada. Desta forma, o Índice de Microsegregação Residual pode ser escrito mais apropriadamente como:

$$\delta_i = 2 \frac{\sum_{n=1,3,5,\text{impar}} A_n \exp\left(-n^2 \pi^2 \frac{D_s t}{L^2}\right)}{C_M^0 - C_m^0} \quad (23)$$

onde: t é o tempo de tratamento.

Analisando a equação (23), como A_n é função da distribuição inicial de soluto e as concentrações máxima e mínima iniciais de soluto são definidas durante o processo de solidificação, podemos concluir que o valor de δ_i após um dado tratamento de homogeneização depende aproximadamente da ordem de grandeza das variáveis $\frac{D_s t}{L^2}$.

II.4.3 HOMOGENEIZAÇÃO EM LIGAS Al-Cu

O tratamento térmico de HOMOGENEIZAÇÃO de ligas é um processo de grande importância industrial. É feito usualmente em fundidos para melhorar suas propriedades mecânicas ou para facilitar etapas subsequentes no processamento do produto final.

A homogeneização consta de duas operações: aquecimento e resfriamento rápido. Em primeiro lugar, a liga é aquecida à uma temperatura logo abaixo da temperatura de fusão (em geral, à uma temperatura entre 0,8 a 0,9 T_F) [18] e é mantida nesta temperatura por um certo período de tempo em função da solubilidade das fases envolvidas. Uma vez ocorrida completa solubilização das fases, a peça deve ser rapidamente resfriada (usualmente em água), afim de reter as características estruturais obtidas durante o tratamento.

O diagrama de equilíbrio parcial da liga Al-Cu é mostrado na figura II.8 [19], onde são indicadas as faixas de temperatura utilizadas nos tratamentos de precipitação, recozimento e homogeneização [18].

A liga em estudo é hipoeutética. Pelo diagrama de fases, pode-se verificar que ligas hipoeutéticas solidificadas em condições de equilíbrio apresentam estrutura constituída de uma fase primária α , solução sólida de Alumínio contendo no máximo 5,65% de Cobre em solução, e de uma fase eutética nas últimas regiões a se solidificar.

O eutético é formado por lamelas alternadas do composto CuAl_2 (fase θ) e da solução α . Estruturas típicas podem ser vistas no capítulo IV.

A metalurgia do alumínio e suas ligas oferece diversas possibilidades do uso de tratamentos térmicos para se obter determinadas combinações de propriedades mecânicas e físicas. Isto é assunto de estudos de diversos autores.

Reiso et alii [20] estudam a dissolução do CuAl_2 na liga Al-4,2%Cu homogeneizada à 530°C por 4 dias.

Seus resultados indicam lenta dissolução do eutético, mesmo após 4 dias de tratamento partículas da fase θ ainda podem ser observadas.

A homogeneização de ligas de alumínio foi também estudada por Kato et alii [21]. Os autores utilizam a liga Al 4%Cu 0,2%Ti e tratamentos feitos à 520°C por tempos variando entre 0 e 64 horas.

Suas microestruturas no estado fundido apresentam a fase eutética em contornos e dentro de grãos. Na liga tratada por 64 horas não se observa eutético. Seus resultados mostram que a quantidade da fase eutética diminui exponencialmente com o tempo de tratamento, sendo sua variação observada na figura II.9.

Kattamis et alii [22] homogeneizam a liga Al 4,5wt %Cu 2,0wt%Mn à 535°C por tempos até 72 horas. Os autores observam dissolução da fase CuAl_2 , mas precipitação da fase $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ com o aumento do tempo de tratamento. A máxima fração volumétrica do precipitado $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ é obtida após 3 horas de tratamento. Observam também que tais partículas, presentes tanto dentro de grãos como nos contornos, se engrossam com o aumento do tempo de tratamento: o tamanho médio das partículas intra-granulares nas amostras homogeneizadas por 3, 12 e 72 horas foi 0,35, 0,46 e 0,74 μm , respectivamente.

Skolianos et alii [23] estudam o efeito de tratamento térmico na mesma liga (Al 4,5wt%Cu 2,0wt%Mn) resfriada em diferentes condições e homogeneizada à 500°C por 72 horas. Seus resultados mostram dissolução parcial do eutético e agrupamento do eutético remanescente com o aumento do tempo de homogeneização. Observam também o aparecimento de uma zona livre de precipitados ao redor do eutético agrupado.

Neste e em trabalho posterior [24], os autores observam que a fração de eutético remanescente após tratamento térmico é maior para a liga obtida por resfriamento lento do que para aquela obtida por resfriamento mais rápido, isto é, a dissolução do eutético é mais rápida em estruturas originalmente mais finas.

Singh e Flemings [25] estudam a liga Al 5,70%Zn 2,28%Mg 1,35%Cu 0,18%Cr 0,15%Ti tratada à 460°C por 12 e 24 horas. Estes autores observam uma aglomeração do eutético para reduzidos tempos de tratamento; esta fase, no entanto, gradualmente desaparece com o aumento do tempo de tratamento.

Este eutético contém Al, Cu, Zn e Mg; durante os tratamentos, Zn

e Mg difundem-se mais rapidamente, deixando o eutético constituído de CuAl_2 . Observam também que a quantidade desta segunda fase decai exponencialmente com o tempo e, que a homogeneização é função da temperatura e do espaçamento dendrítico.

II.4.4 EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS DE HOMOGENEIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES DAS LIGAS Al-Cu

Como apresentado anteriormente, tratamentos de homogeneização em ligas de Al-Cu são comumente relacionados com a necessidade da redução de gradientes composicionais de cobre e da dissolução de fases secundárias frágeis, como o CuAl_2 .

Ligas comerciais à base de cobre comumente apresentam em sua composição outros elementos como silício, magnésio, manganês, ferro, que podem formar fases complexas durante a solidificação da liga. Nestes casos, muitas vezes tratamentos térmicos posteriores são necessários para a dissolução das fases comprometedoras das propriedades mecânicas do fundido.

Verlinden et alii [26] estudam o efeito do tratamento de homogeneização na liga AA 2024 (composição média: Al 4,13%Cu; 1,43%Mg; 0,73%Mn; 0,44%Fe; 0,28%Si; 0,09%Cr; 0,013%Ti; 0,017%Pb; 0,04%Zn) em suas características mecânicas, por meio de testes de torção.

Os resultados obtidos, para diferentes condições de tratamento e de ensaio, são apresentadas nas curvas tensão x deformação da figura II.10.

Cada curva apresenta um rápido aumento na tensão até um pico, seguido por uma diminuição gradual em direção a um estado estacionário que é encontrado antes da fratura. Os valores das tensões máximas são maiores para as amostras homogeneizadas à 500°C, devido ao endurecimento da matriz por solução sólida e/ou à fina precipitação de partículas.

Pode ser também observado que a ductilidade é menor após homogeneização à 500°C para testes feitos à 400°C do que após tratamento à 460°C. Esta propriedade diminui com a temperatura de tratamento e aumenta com a diminuição da taxa de deformação.

Estes resultados são associados pelos autores às microestruturas correspondentes resultantes dos tratamentos. A estrutura típica da liga AA 2024 no estado como fundido é constituída de uma matriz α , dendrítica, contendo em contornos dendríticos precipitados do tipo $[(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{14}]$ como uma fase contínua e, uma mistura de compostos $[\text{CuAl}_2$ e $(\text{Cu},\text{Mg})\text{Al}_2]$.

O efeito do tratamento à menor temperatura (460°C, 8 h) pode ser sentido na redução da quantidade de fases secundárias, que, no entanto, não são totalmente dissolvidas.

O aumento da temperatura de tratamento (500°C, 8 h) leva à dissolução total das fases CuAl_2 e $(\text{Cu},\text{Mg})\text{Al}_2$ mas, o precipitado $(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$ ainda se mantém presente.

A maior redução da fração volumétrica total de fases secundárias, obtida com a maior temperatura de tratamento, resulta num maior limite de resistência e num maior alongamento para a liga AA 2024, segundo os autores.

II.5 SOLIDIFICAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA OBTIDOS POR INFILTRAÇÃO

II.5.1 INTRODUÇÃO

Tem havido nos últimos anos um grande interesse em compósitos de matriz metálica - CMM -, materiais constituídos de ligas em geral de reduzido peso e alta ductilidade reforçadas com fibras e partículas cerâmicas que lhes fornecem elevada resistência ao desgaste e estabilidade térmica. A ampla utilização comercial de CMM tem sido ainda limitada pela dificuldade de sua produção em grande escala.

Apesar de existirem várias técnicas disponíveis para a obtenção de CMM, os processos de fundição e solidificação tem atraído mais atenção porque oferecem a possibilidade de fabricação do compósito com geometria próxima da final, reforço seletivo, microestrutura controlável, maior controle da dispersão das partículas do reforço e baixo custo, quando comparado com compósitos produzidos por outros meios.

Como exemplos de técnicas que envolvem a fundição e solidificação de ligas metálicas, podem ser citadas infiltração do líquido sob pressão em pré-formas e técnicas que utilizam o metal no estado semi-sólido reofundido. Nestes processos, o metal ou liga fundida solidifica na presença do reforço (fibras ou particulados), conduzindo a uma interação mútua. A aplicação de pressão durante a solidificação resulta em reduzida porosidade e considerável melhoria na distribuição do reforço, devido à redução da sua segregação pela frente de solidificação.

O processo de infiltração é utilizado para compósitos fibrados; neste processo o metal líquido é forçado para o espaço vazio entre fibras do reforço, arrançadas de maneira alinhada ou cruzada na pré-forma, sendo aí solidificado.

O espaço ocupado pelo metal ou liga é bastante reduzido (daí a necessidade de pressão para seu preenchimento), e é determinado pela densidade da pré-forma que, por sua vez, depende das dimensões e quantidade de fibras utilizadas.

A solidificação nestas condições é bastante peculiar, sendo que o

líquido, em casos típicos para frações de reforço da ordem de 20-30% em volume do compósito, está retido em canais com dimensões da ordem de somente algumas dezenas de micra.

11.5.2 A SOLIDIFICAÇÃO EM COMPÓSITOS FIBRADOS

Estudos de solidificação em compósitos têm sido feitos principalmente em matrizes de ligas Al-Cu pela facilidade de identificação de fases e de observação da segregação do cobre.

Quando se fala em solidificação de um líquido contido entre fibras de um material dissimilar à sua constituição, pode-se pensar na possibilidade do reforço atuar como um sítio propício para a nucleação heterogênea da matriz, o que resultaria num produto com estrutura de grãos muito finos.

Estudos da solidificação de compósitos de Al e suas ligas (AlCu, AlSi, AlSiCu, AlMg, AlCuMg) reforçados com fibras de Al_2O_3 e SiC [27 - 31] mostram que o reforço sempre aparece associado à uma segunda fase, sugerindo ser a interface fibra/matriz a última região a se solidificar.

Mortensen, Cornie e Flemings [31,35] estudando a solidificação da matriz no compósito Al-4,5%Cu reforçado com fibras de SiC, através da análise do perfil de microsegregação de cobre, observam que o teor deste elemento aumenta quando se caminha do centro da região inter-fibras para a interface fibra/matriz, sendo encontrado teor mais elevado de cobre junto à superfície do reforço.

Estas observações comprovam que a nucleação da matriz não ocorre na superfície do reforço, e sim no meio do espaço inter-fibras. O reforço atua como uma barreira à difusão do soluto à frente da interface sólido/líquido e, a fase sólida em crescimento evitará o reforço. Conseqüentemente, a última porção do metal a se solidificar estará localizada na interface fibra-matriz ou muito próximo à esta. Isto explica porque, na maioria dos CMM, a interface aparece enriquecida em soluto e em fases secundárias.

Vazios de contração também tendem a se localizar junto ao reforço.

Existem casos específicos onde o reforço pode atuar como nucleante da matriz, através da aplicação de recobrimentos apropriados ou ainda em compósitos do tipo "in - situ". Neste último caso o reforço é constituído de uma determinada fase (intermetálicos de alta dureza, por exemplo) do próprio sistema metálico, obtido por controle dos parâmetros de solidificação da liga.

Um exemplo de reforço atuando como nucleante da matriz pode estar presente no compósito de ligas hipereutéticas Al-Si reforçadas com SiC; há especulações ainda não comprovadas de que a fase primária Si nucleia preferencialmente sobre o reforço SiC.

Baseando-se em algumas observações, Mortensen et alii [31, 32] propõem um modelo simplificado de solidificação de compósitos.

Gungor, Cornie e Flemings [33, 34] aperfeiçoam o modelo de Mortensen, baseados em observações microestruturais no compósito Al-4,5%Cu reforçado com fibras alinhadas de Al_2O_3 , obtido por infiltração do líquido sob pressão. O modelo proposto para a nucleação e o crescimento da matriz nos canais inter-fibras é esquematizado na figura II.11.

A nucleação no líquido ocorre no espaçamento inter-fibras. A direção de crescimento do sólido é deduzida pela orientação da microsegregação e localização de fases secundárias (último líquido a se solidificar). Os autores observam reduzido teor de cobre no centro do espaçamento inter-fibras e a formação do eutético junto às fibras.

O crescimento do sólido é restringido pela presença do reforço, resultando numa estrutura dendrítica "oclusa". Sua identificação como dendrítica é dificultada, sendo muitas vezes (no caso do espaçamentos muito estreitos) completamente descaracterizada como tal.

Segundo os autores, os reduzidos espaços inter-fibras para o crescimento levam à formação de estruturas com ramos dendríticos secundários mais grosseiros do que aqueles obtidos pela solidificação convencional em iguais condições porém sem o reforço.

Medindo os espaçamentos entre braços dendríticos secundários para compósitos com diferentes teores de reforço (portanto, diferentes distâncias entre fibras), Gungor e co-autores chegam numa relação para o espaçamento secundário e o tempo de solidificação para a liga reforçada, dada por:

$$\lambda_2 = 9,7 t_f^{0,51} \quad (24)$$

enquanto que para a mesma liga sem a presença do reforço a relação encontrada é dada por:

$$\lambda_2 = 7,5 t_f^{0,39} \quad (25)$$

onde λ_2 é dado em μm .

O maior expoente da equação (24) em relação ao da equação (25), indica uma cinética de crescimento ou engrossamento dendrítico mais efetiva no compósito do que na liga sem reforço.

O engrossamento dendrítico, no caso de compósitos, é explicado pelo incentivo a mecanismos de "ripening", coalescência ou ainda por imposição de frentes de solidificação causados pela redução de distâncias para a difusão de massa, quando comparadas com a solidificação sem restrição de espaço.

Estes mecanismos são ilustrados na figura II.12, segundo Gungor [33, 34] e Mortensen [31, 32, 35].

As figuras II.12 (a1) e (a2) apresentam fenômenos de "ripening", isto é, a dissolução de ramos dendríticos com pequeno raio de curvatura em favor de ramos dendríticos com maior raio de curvatura. Em (a2) o fenômeno ocorre em espaçamento inter-fibras aberto, isto é, há comunicação entre espaços; enquanto em (a1) os espaçamentos são fechados e isolados entre duas fibras.

Supondo uma dendrita A com maiores dimensões e, portanto maior raio de curvatura que outra dendrita B, os gradientes de concentração do soluto na frente da interface de solidificação de B são maiores que os presentes na interface sólido/líquido da dendrita A. Conseqüentemente, se as dendritas estiverem próximas o suficiente, há transferência de soluto no sentido da menor para a maior, resultando no crescimento de A em detrimento de B. Este fenômeno ocorre ainda na situação em que os interstícios entre fibras são comunicantes, como mostrado em (a2), onde pode haver difusão de soluto entre espaços vizinhos.

O engrossamento dendrítico por fenômenos de "ripening" ocorre em estágios finais da solidificação, quando campos de líquidos enriquecidos em soluto de duas diferentes frentes de solidificação são aproximados.

Um segundo mecanismo que contribui para o engrossamento dendrítico na solidificação de líquidos em canais entre fibras de compósitos é a coalescência, observada pelos autores e apresentada na figura II.12 (b). Pode-se notar o desaparecimento de contornos dendríticos secundários por rápida supressão do líquido nele contido.

Evidências microestruturais sugerem que a coalescência é muito efetiva e rápida durante a solidificação de compósitos, sendo sua força motora a redução da energia da superfície sólido-líquido.

A rápida cinética deste mecanismo pode ser explicada pela reduzida distância para a difusão entre as extremidades e o centro das dendritas secundárias, devido aos restritos volumes para solidificação impostos pelas fibras, segundo ainda os mesmos autores.

Um terceiro mecanismo pode ainda contribuir para o engrossamento de ramos dendríticos secundários e para o desaparecimento de contornos em regiões inter-fibras, segundo esquema apresentado na figura II.12 (c).

Trata-se da imposição de duas frentes opostas de solidificação que é comandada por difusão no estado sólido. O fenômeno envolve a sinterização de duas frentes de solidificação presas no espaçamento inter-fibras. Os raios de curvatura das duas frentes devem ser iguais, de modo que tenham a mesma velocidade de crescimento e a mesma camada de líquido enriquecida em soluto à sua frente. Assim, o crescimento é vagaroso e a interface sólido-líquido pode alcançar um estado de equilíbrio.

Nestas condições, quando estas camadas se impõem uma à outra, o líquido retido entre as duas frentes e as fibras só pode ser removido pela difusão de soluto para dentro das fases sólidas, ocorrendo a chamada DIFUSÃO DE RETORNO NO ESTADO SÓLIDO. O soluto difunde-se no sólido produzindo o crescimento das interfaces uma em direção à outra. Quando as interfaces se tocam, ocorre coalescência eliminando contornos.

II.6 MICROSSEGREGAÇÃO EM COMPÓSITOS

Resultados experimentais [33, 34] mostram que a microsegregação em matrizes de compósitos é bem menos acentuada que a encontrada na liga metálica fundida sem a presença do reforço, isto é, a concentração mínima do soluto encontrada no compósito é maior do que a obtida na solidificação convencional.

Os pequenos espaços onde o líquido está confinado dificultam a redistribuição do soluto durante sua solidificação, e as pequenas distâncias para a difusão no estado sólido levam à formação de estruturas composicionalmente mais homogêneas em compósitos do que na matriz correspondente.

Na figura II.13 pode ser observado o valor da composição mínima de cobre na liga Al-4,5%Cu com e sem reforço de fibras de Al_2O_3 , solidificada em diferentes condições. Pode ser notado que a liga reforçada apresenta o mínimo teor de cobre em solução sempre superior ao da liga sem reforço obtida nas mesmas condições, segundo resultados obtidos por Gungor, Cornie e Flemings [33] e Gungor [34].

A microsegregação num compósito é dependente de parâmetros de processamento, principalmente do espaçamento inter-fibras e da velocidade de resfriamento.

II.6.1 INFLUÊNCIA DO ESPAÇAMENTO INTER-FIBRAS (d) NA ESTRUTURA DO COMPÓSITO

O espaçamento inter-fibras (d) define o espaço onde a matriz deve se solidificar. O valor de d é definido pela fração em volume de fibras utilizadas e pelo seu diâmetro: para um mesmo volume, um aumento do diâmetro das fibras provocará diminuição do espaçamento entre estas e vice-versa.

Aumentando-se o espaçamento inter-fibras, há um aumento na microsegregação da matriz, aumentando também a porcentagem de fases

secundárias. Isto porque, à medida que se aumenta o espaçamento inter-fibras, a solidificação da matriz aproxima-se da solidificação convencional, sem a influência do reforço.

Mortensen et alii [31] no estudo da microestrutura do compósito Al-4,5%Cu reforçado com fibras de SiC, com diferentes espaçamentos inter-fibras, observam nos espaçamentos maiores (da ordem de 400 μm) a formação de estruturas dendríticas com braços primários e secundários totalmente caracterizados. Em espaçamentos menores (da ordem de 150 μm), observam a existência de ramos engrossados, enquanto que em espaçamentos ainda menores, da ordem de 70 μm , não são identificáveis contornos dendríticos. Em seus trabalhos utilizam fibras de diâmetro médio elevado, da ordem de 140 μm .

II.6.2 INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE DE RESFRIAMENTO ($1/t_s$) NA ESTRUTURA DO COMPÓSITO

O aumento do tempo total de solidificação de um compósito acarreta uma diminuição na microsegregação na matriz e também na porcentagem relativa da fase eutética, segundo observações de Li e McCartney [36, 37] ao estudar a solidificação de compósitos Al-6%Cu + Al_2O_3 .

Os autores notam que a estrutura gradualmente perde suas características dendríticas e a quantidade de eutético é reduzida, eventualmente desaparecendo por completo, à medida que é aumentado o tempo total de solidificação.

Seus resultados são explicados pelo efeito de homogeneização da estrutura proporcionado pela difusão de retorno no estado sólido, uma vez que as distâncias são pequenas e o sólido está restrito a reduzidos espaços.

É conveniente salientar que a eficiência da difusão de retorno na redução da microsegregação na matriz do compósito é dependente do espaçamento inter-fibras. Quanto menor o valor de d , menor o tempo total de solidificação requerido para a obtenção de reduzidos ou nulos gradientes composicionais.

Também Gungor [33, 34] em seus experimentos observa o efeito do tempo total de solidificação do compósito no nível de microsegregação da matriz. Seus resultados apresentados na figura II.13 mostram que, para tempos elevados, o valor mínimo de soluto se aproxima de sua composição nominal.

Os autores ainda observam que o aumento do tempo de solidificação provoca também o aumento do espaçamento entre ramos dendríticos secundários pelos mecanismos de engrossamento já descritos. Isto é mostrado na figura II.14. O efeito é mais acentuado para os compósitos quando comparado com o metal sem reforço, devido às distâncias para difusão serem menores.

É observado também que um aumento no teor do reforço, e conseqüente redução do espaçamento inter-fibras, mantidas as dimensões do reforço, leva também a um aumento do engrossamento dendrítico.

II.7 TRATAMENTOS TÉRMICOS EM COMPÓSITOS

Como foi visto em itens anteriores, as ligas metálicas não reforçadas podem ser termicamente tratadas com benefícios. Para os compósitos de matriz metálica, uma ponderada seleção da matriz e do reforço leva a boas propriedades porém, o tratamento térmico pode levar à melhoria destas propriedades.

O tratamento térmico pode causar uma relaxação de tensões e algumas vezes melhora o contato matriz/reforço. Tratamentos térmicos devem ainda ser interessantes para a redução de microsegregação na matriz e dissolução de fases frágeis.

Entretanto, os estudos a respeito da influência de tratamentos térmicos na estrutura e propriedades de CMM são ainda pouco esclarecedores.

Levi, Abbaschian e Mehrabian [38] estudam o efeito de tratamentos térmicos na estrutura de compósitos Al-4,5%Cu e Al-4%Mg reforçados com Al_2O_3 . Os tratamentos foram efetuados à 527°C para a liga Al-4,5%Cu e à 412°C para a liga Al-4%Mg por 24 horas.

Os autores observam no compósito AlMg + Al_2O_3 a existência de uma região rica em magnésio ao redor do reforço, que se manteve mesmo após o tratamento de solubilização, indicando a presença de um estável produto de reação nesta interface ($MgAl_2O_4$ e MgO).

No compósito AlCu + Al_2O_3 , os autores observam um acúmulo de cobre ao redor das fibras, na forma de partículas de uma fase rica em cobre, que desaparece com o tratamento.

Das, Zantout et alii [39] estudam o efeito de tratamentos térmicos em compósitos Al-4%Cu reforçados com fibras de SiC solubilizados à 545°C por 2 horas e envelhecidos à 180°C por 6 horas. Observam a existência de uma região rica em cobre associada ao reforço, que tende a desaparecer após os tratamentos térmicos.

Skinner [40] estuda o efeito de tratamentos de solubilização seguidos de envelhecimento nas propriedades mecânicas de compósitos de matriz Al-Si reforçados com particulados ou fibras de SiC.

Os tratamentos utilizados são os seguintes:

(a) Para a matriz da liga A 357 - homogeneização à 540°C por 8 horas e envelhecimento à 170°C por 4 horas.

(b) Para a matriz da liga 7075 - homogeneização à 460°C por 2 horas seguido por envelhecimento à 120°C por 24 horas.

Os resultados obtidos em testes de flexão são mostrados na figura II.15; em (a) para o compósito fibrado SiC/liga A 357 e em (b) para o compósito particulado SiC/liga 7075.

Pode ser observado um aumento na resistência à flexão e à deformação para ruptura no compósito particulado SiC/liga 7075 com a solubilização. O tratamento posterior de envelhecimento reduz a resistência e a deformação.

O tratamento térmico tem efeito negativo nas propriedades mecânicas do compósito fibrado da matriz A 357, conforme observado em II.15(a). O autor atribui este resultado ao fato de que, embora o tratamento de solubilização dissolva alguns dos eutéticos de silício frágeis, o envelhecimento provoca aglomeração destas partículas, reduzindo suas propriedades.

Starink et alii [41] estudam também o efeito da solubilização e envelhecimento no compósito Al 1,3%Cu 19%Si + SiC particulado. Os tratamentos de solubilização foram feitos à 520°C seguidos de envelhecimento à 180°C. Seus resultados referentes a efeitos na dureza Vickers são apresentados na figura II.16.

Observa-se que a dureza apresenta inicialmente um rápido crescimento, que no entanto decai com o tempo de envelhecimento.

Wang e Bonfield [42] analisam as relações entre exposição à altas temperaturas, propriedades mecânicas e tipos de fratura no compósito Al 6061 reforçado com fibras de carbono, após tratamentos térmicos de até 200 horas à temperaturas entre 250 e 500°C. Seus resultados mostram que após 100 horas de tratamento à diferentes temperaturas o compósito mantém seu Módulo de Young no mesmo valor do anterior ao tratamento; há somente ligeiro aumento nas amostras tratadas à 500°C.

É observada ainda redução na resistência à tração com o aumento da temperatura de tratamento.

Os autores também constatarem que tratamentos térmicos por um tempo superior a 200 horas a uma temperatura maior que 450°C, levam ao crescimento de produtos de reações que, por sua vez, causam a degradação

da resistência do compósito.

Loué e Kool [43] estudam a influência do tratamento de solubilização à 530°C por períodos entre 15 e 40 minutos, seguidos de envelhecimento à 175°C por 8 horas, nas ligas Al 1%Mg 0,8%Si e AA 6061 reforçadas com partículas de SiC. Seus resultados mostram aumento na tensão de escoamento e na tensão de ruptura e diminuição na ductilidade com o aumento do tempo de tratamento.

Manoharan e Lewandowski [44] analisam a resistência à fratura em compósitos de alumínio da série 2XXX (Al 3,5%Cu 1,5%Mg 0,4%Zr 0,21%Mn) reforçados com partículas de SiC. O tratamento térmico consistiu em uma solubilização à 495°C por 1 hora seguida de rápido resfriamento e envelhecimento à 190°C. Seus resultados mostram um aumento na resistência à fratura do compósito com o tratamento efetuado.

Suéry e Decomps [45] estudam o efeito da temperatura de solubilização na dureza Vickers. Utilizam o compósito Al 1,13%Mg 0,57%Si reforçado com partículas de SiC e Al_2O_3 , solubilizado por 2 horas à 520 e 550°C e envelhecido à 200°C. Observam que o aumento na temperatura de solubilização provoca um pequeno aumento na dureza do material, provavelmente devido ao aumento do magnésio e do silício disponíveis para a precipitação.

Wang et alii [46] também estudam o efeito de tratamentos térmicos na dureza do compósito Al 7%Si 0,3%Mg reforçado com 15% em volume de fibras de SiC, homogeneizado à 540°C por 8 horas e envelhecido à 155 e 205°C; constatam maior aumento na dureza nas amostras envelhecidas à maior temperatura.

Petitcorps et alii [47] estudam o envelhecimento e seus efeitos na dureza Brinell em compósitos de Al 7%Si 0,3%Mg e Al 7%Si 2,2%Mg reforçados com 23% de fibras de Al_2O_3 . A solubilização foi feita à 540°C, seguida de envelhecimento à 160°C por 6 horas.

Os autores observam que as amostras tratadas apresentam maiores valores para a dureza do que as não tratadas. Observam ainda que, dureza mais elevada é obtida no compósito com maior teor de magnésio, pela formação de grandes precipitados de Mg_2Si ao redor das fibras e pequenos

precipitados na matriz. Estes precipitados não são observados no compósito com menor teor de magnésio, resultando num menor incremento na sua dureza por efeito do tratamento de envelhecimento.

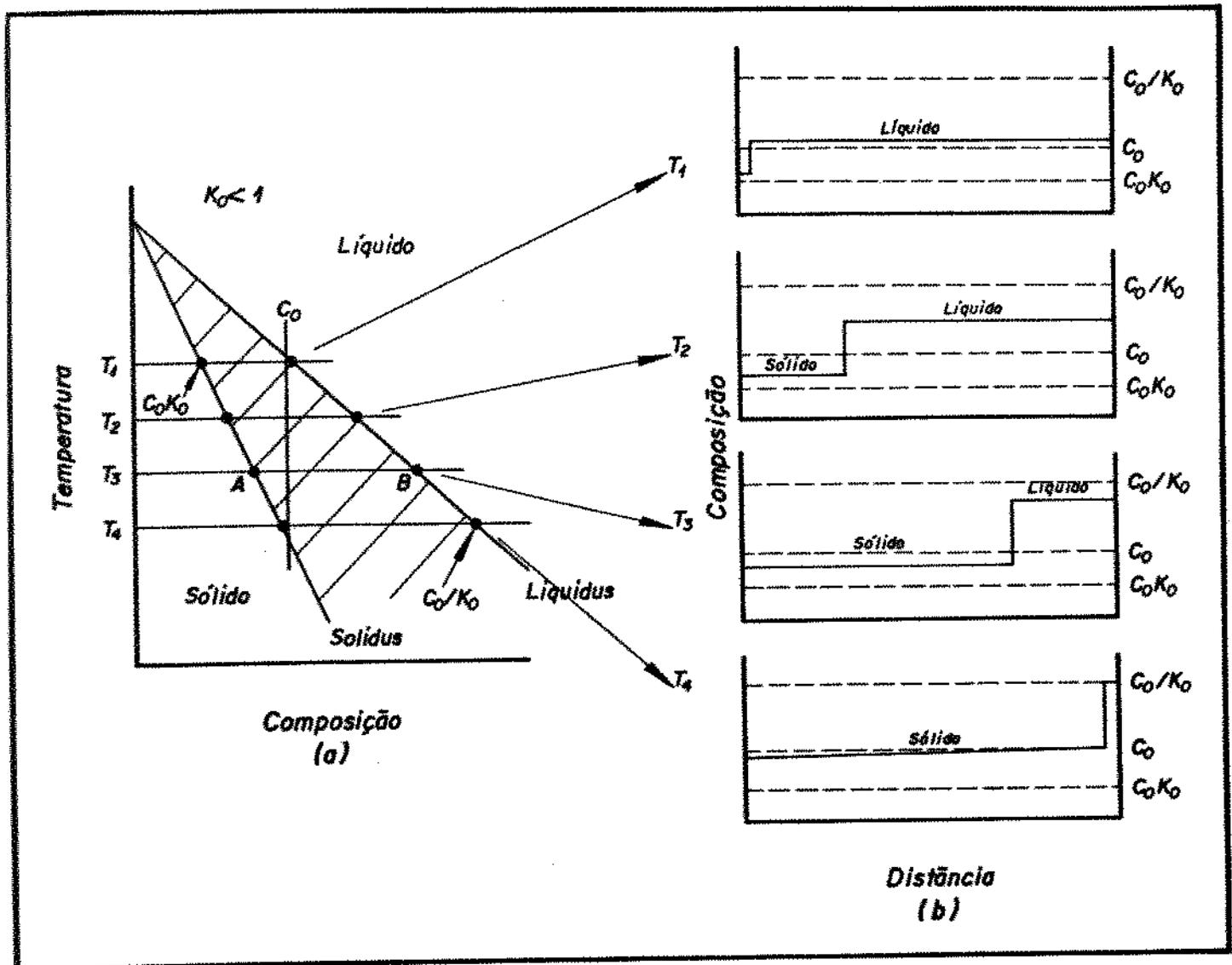


Figura II.1 - Esquema mostrando a redistribuição de soluto na solidificação de uma liga com $k_0 < 1$, em condições de equilíbrio [1]:

- (a) diagrama de fases parcial, indicando a composição da liga considerada;
- (b) variações nas composições e teores relativos de sólido e líquido durante o resfriamento.

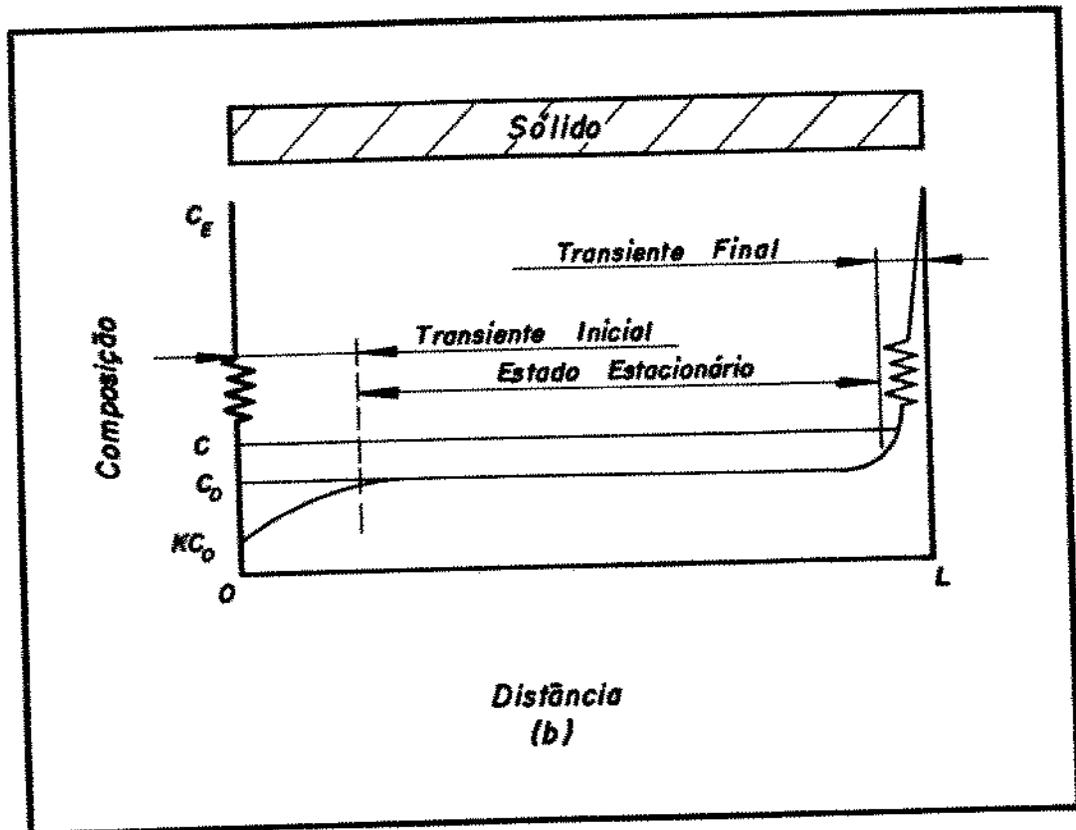
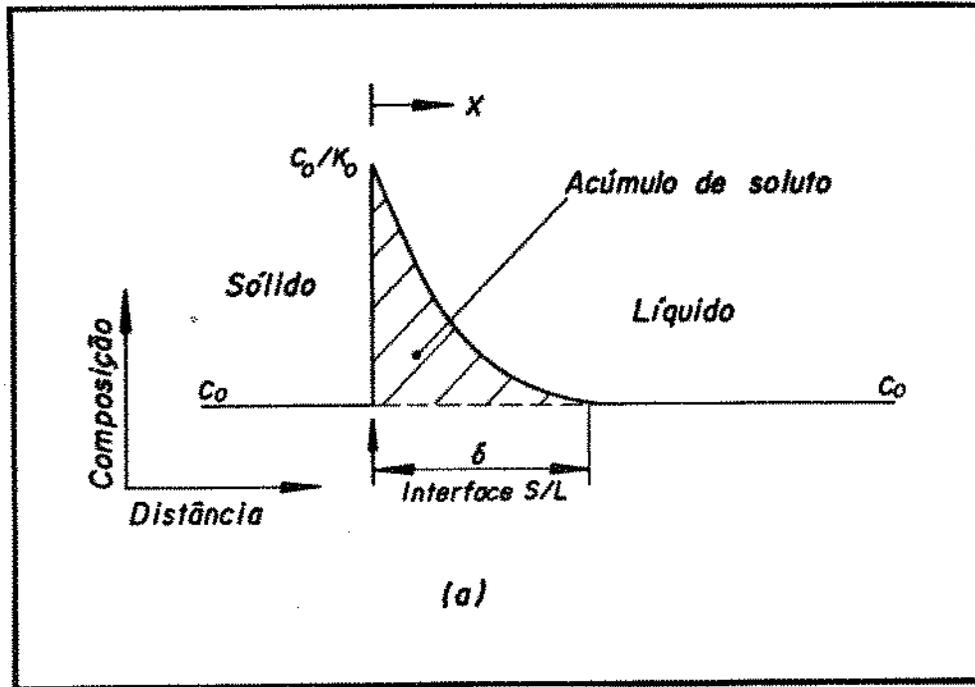


Figura II.2 - Esquema mostrando a distribuição de soluto na solidificação de uma liga com $k_0 < 1$, em condições de difusão ausente no sólido e natural no líquido (ausência de convecção) [1,3]:

- (a) durante a solidificação, após atingido o estado estacionário;
- (b) após solidificação completa.

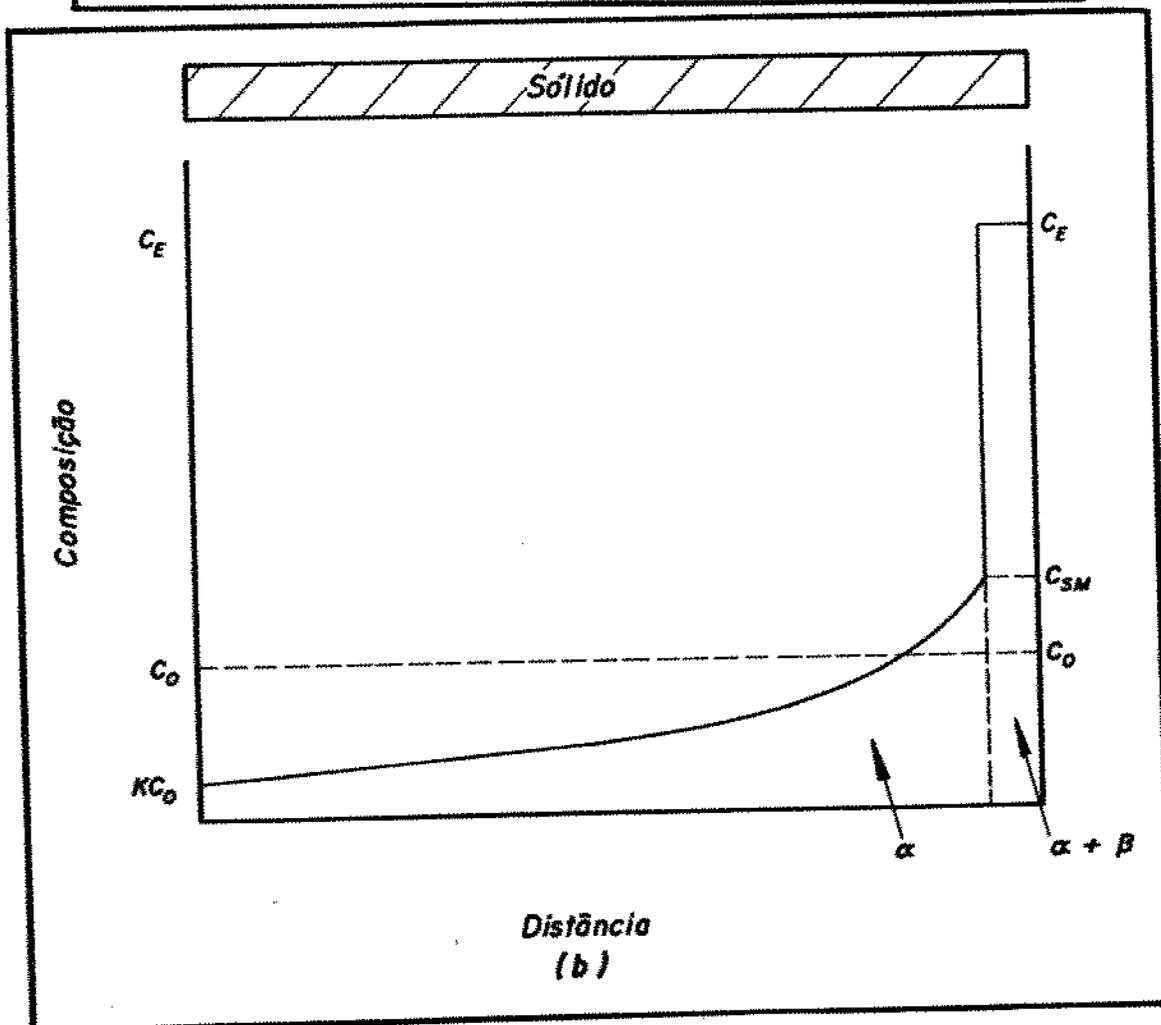
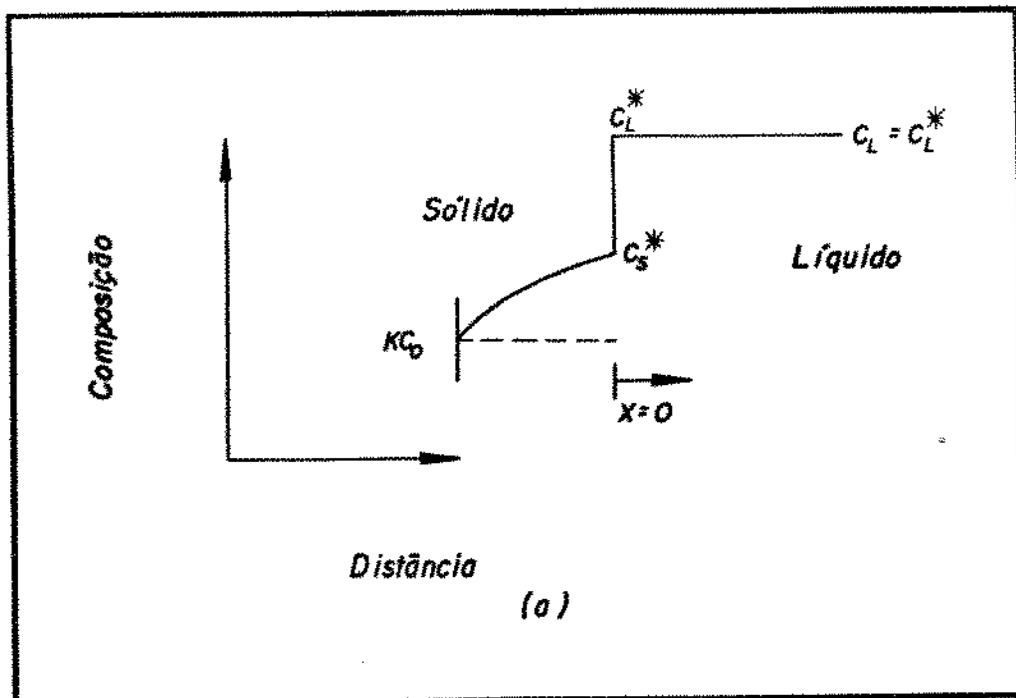


Figura II.3 - Esquema mostrando a distribuição de soluto na solidificação de uma liga com $k_0 < 1$, em condições de difusão ausente no sólido e total no líquido (forte de convecção) [1, 3]:
 (a) durante a solidificação;
 (b) após solidificação completa.

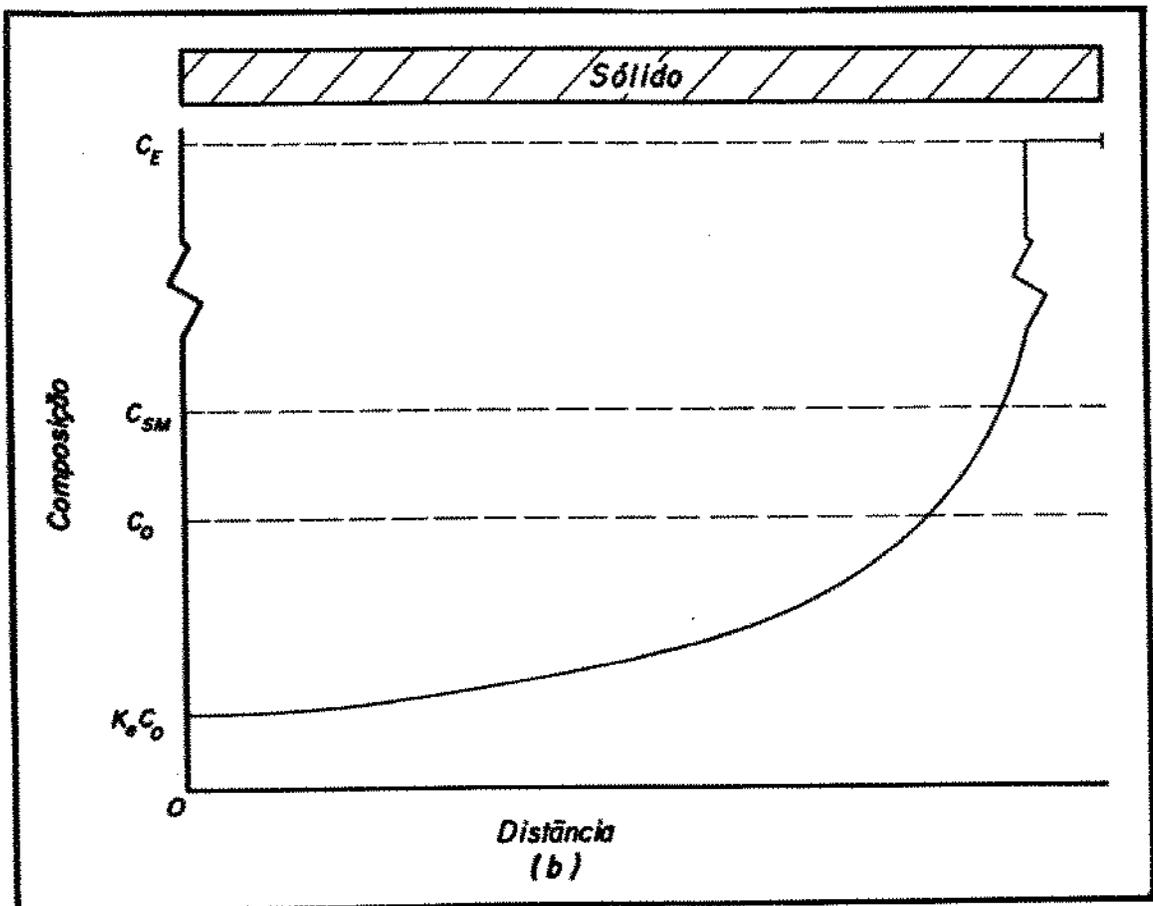
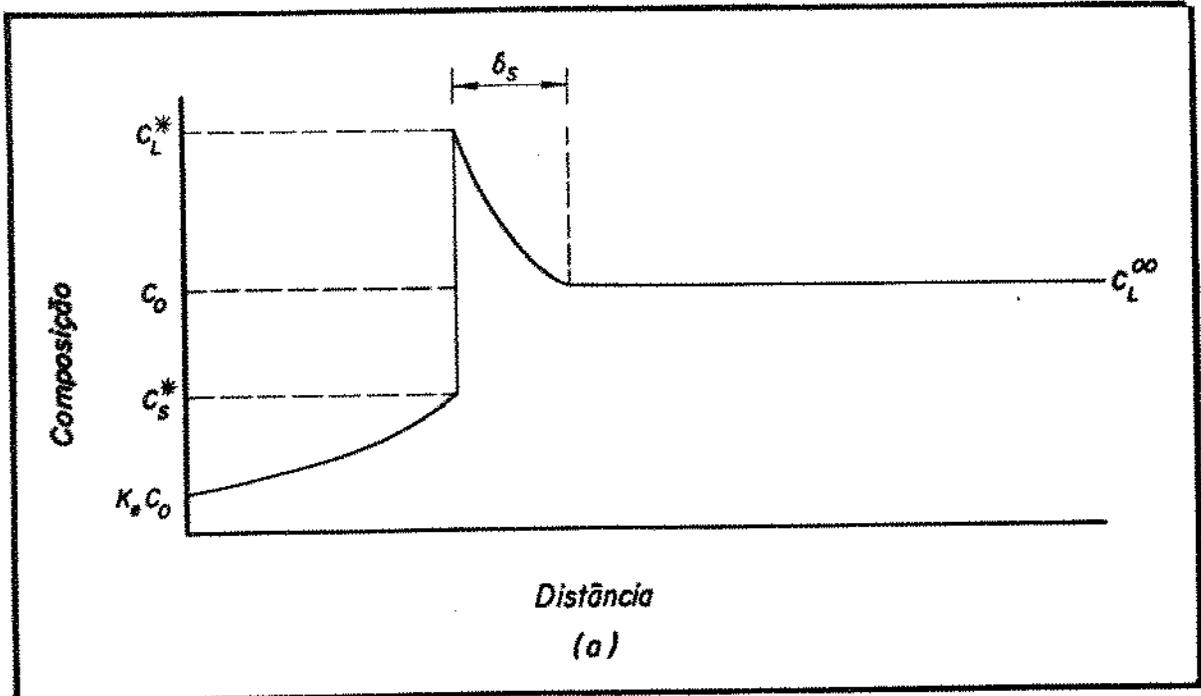


Figura II.4 - Esquema mostrando a distribuição de soluto na solidificação de uma liga com $k_0 < 1$, em condições de ausência de difusão no sólido e difusão parcial no líquido (convecção limitada) [5]:

- (a) durante a solidificação;
- (b) após solidificação completa.

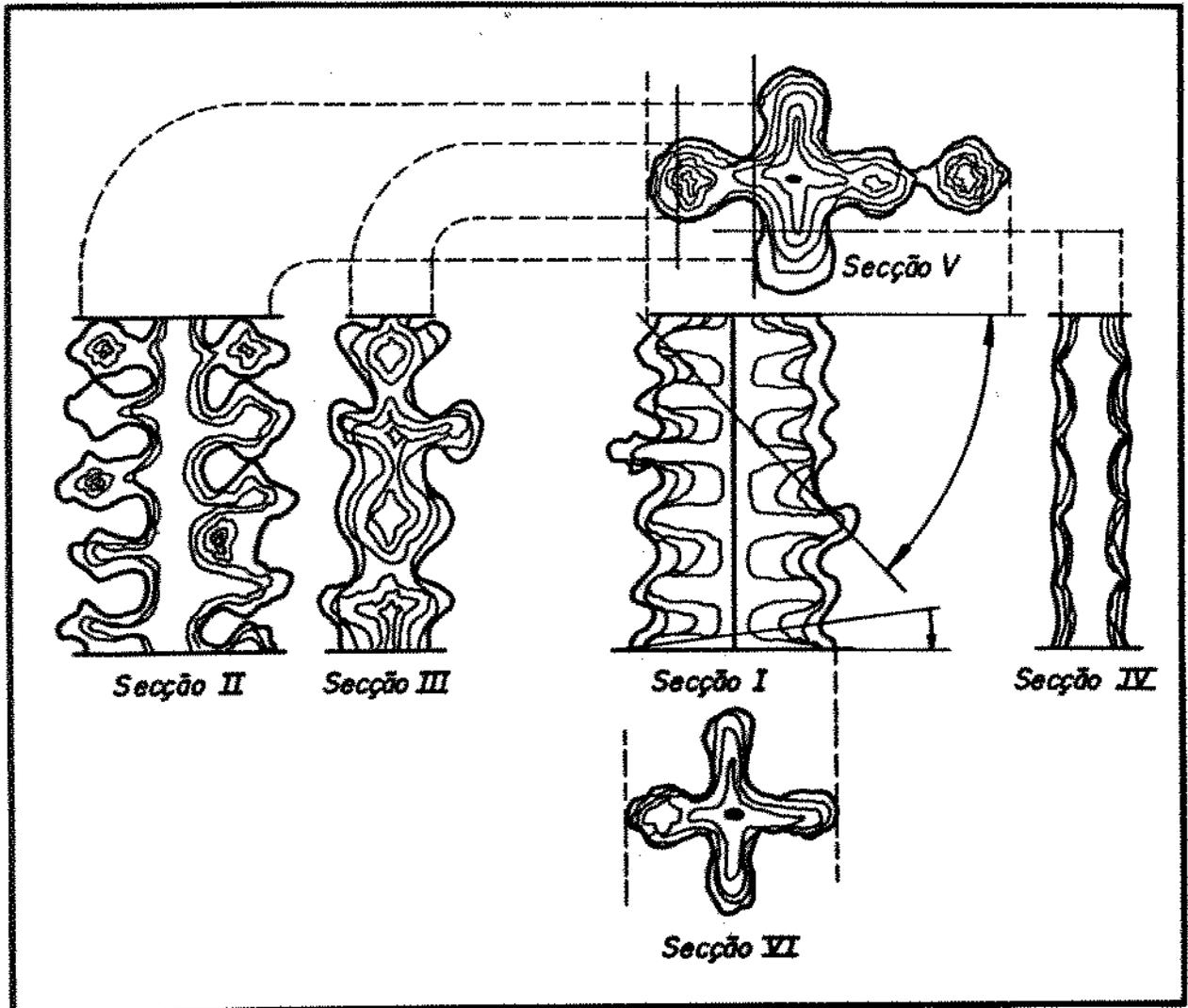


Figura II.5 - Esquema representativo da microsegregação dendrítica em liga com $k_0 < 1$. As linhas representam isoconcentração de soluto [7].

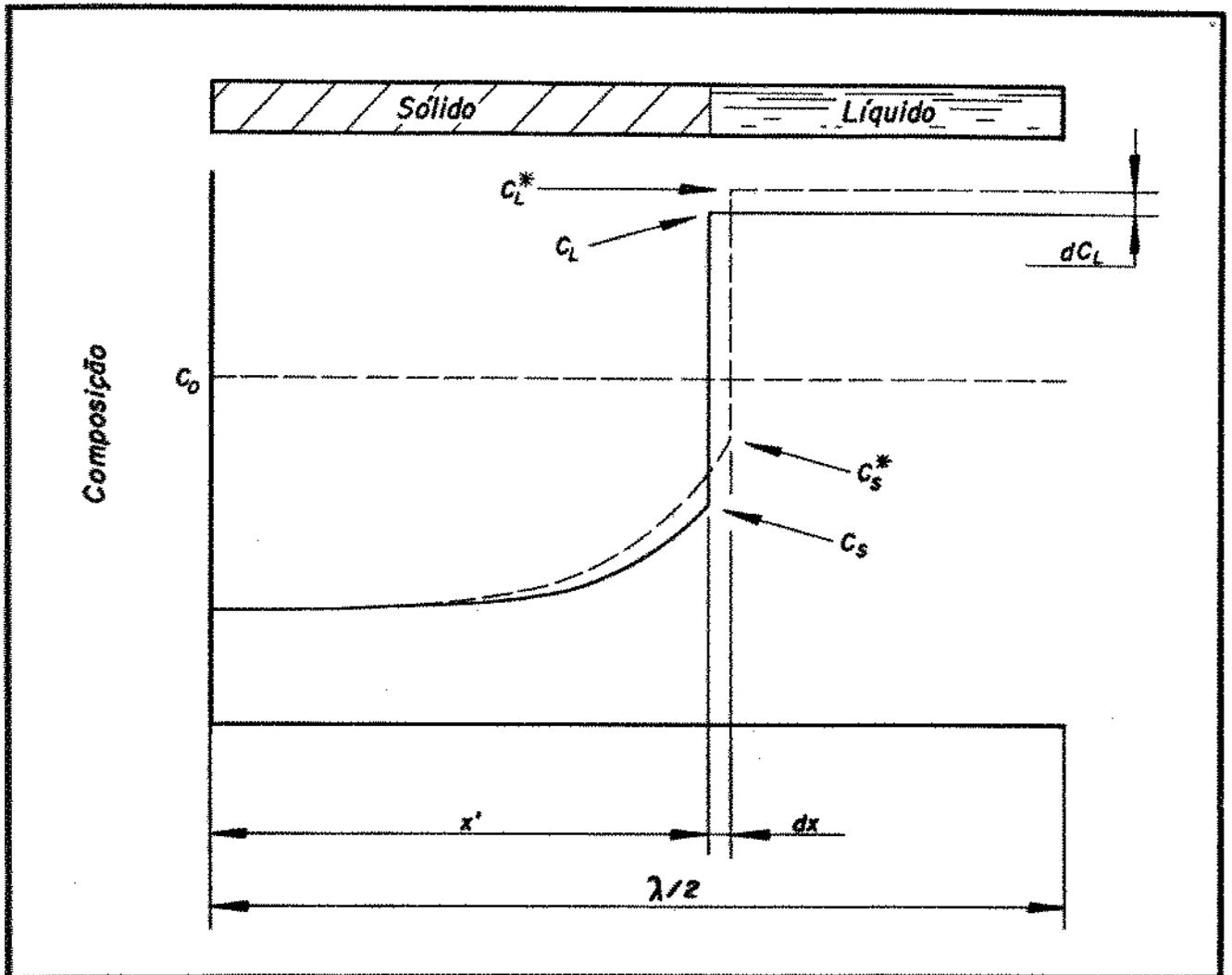


Figura II.6 - Esquema representativo da redistribuição de soluto na solidificação de uma liga com $k_0 < 1$, em condições de completa difusão no líquido e incompleta difusão de retorno no sólido (linha tracejada) após solidificação completa [8 - 11], comparado com o perfil de soluto sem difusão de retorno (linha contínua).

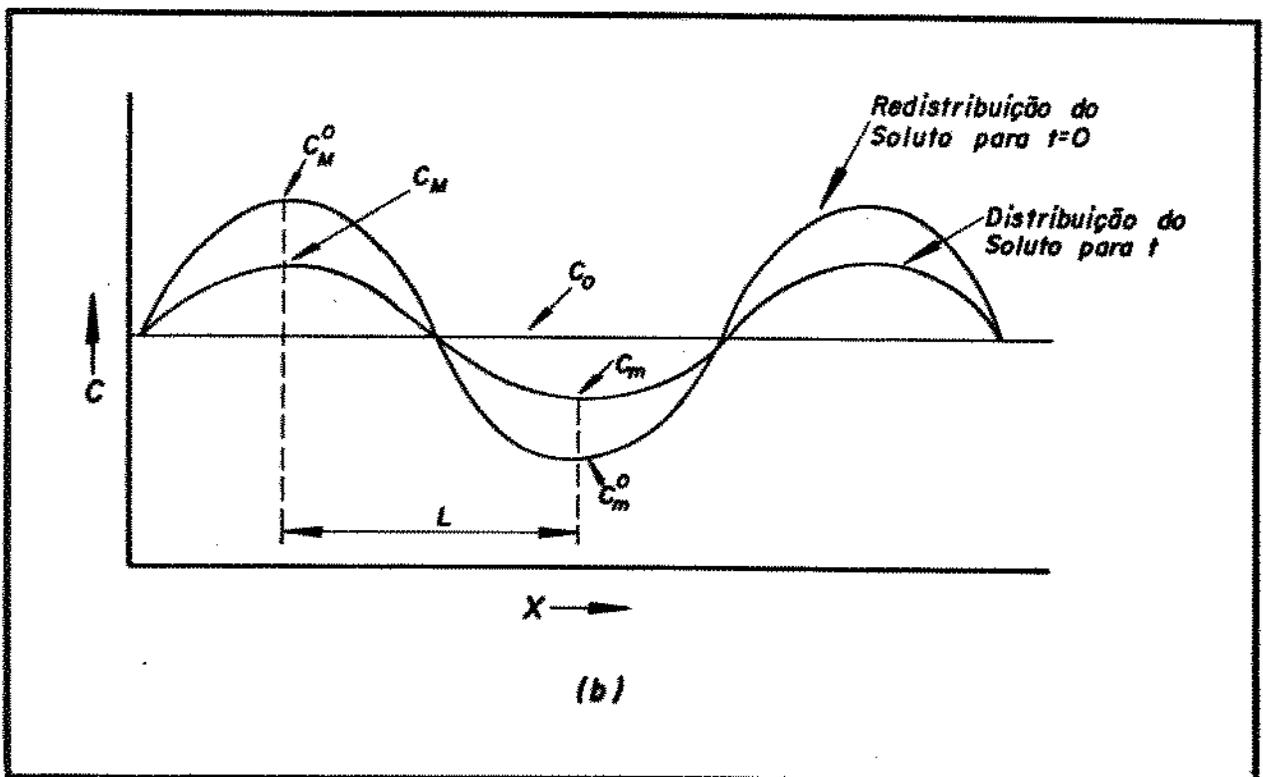
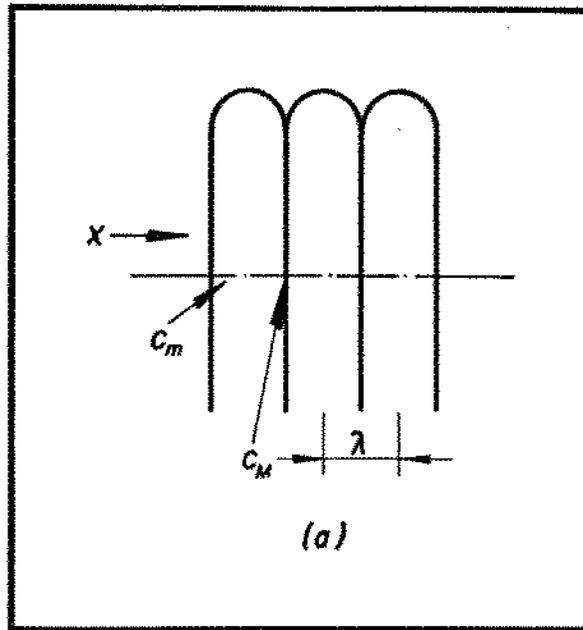


Figura II.7 - Esquema mostrando a distribuição de soluto numa estrutura dendrítica [48]:

(a) braços dendríticos primários;

(b) perfil de concentração ao longo dos braços dendríticos.

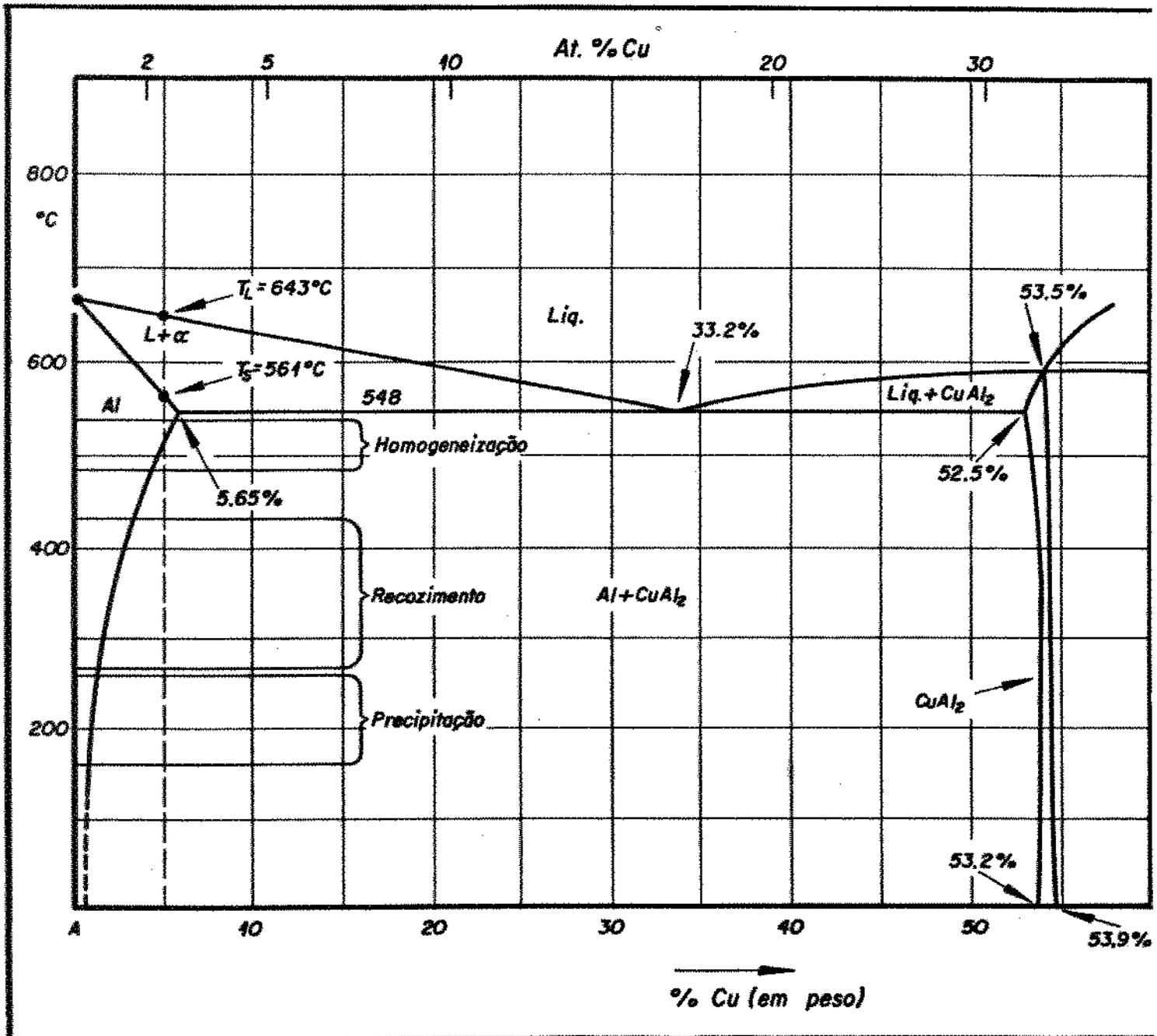


Figura II.8 - Diagrama parcial de fases em equilíbrio da liga Al-Cu [19]; são indicadas as faixas de temperatura para diversos tratamentos térmicos, segundo Heine [18].

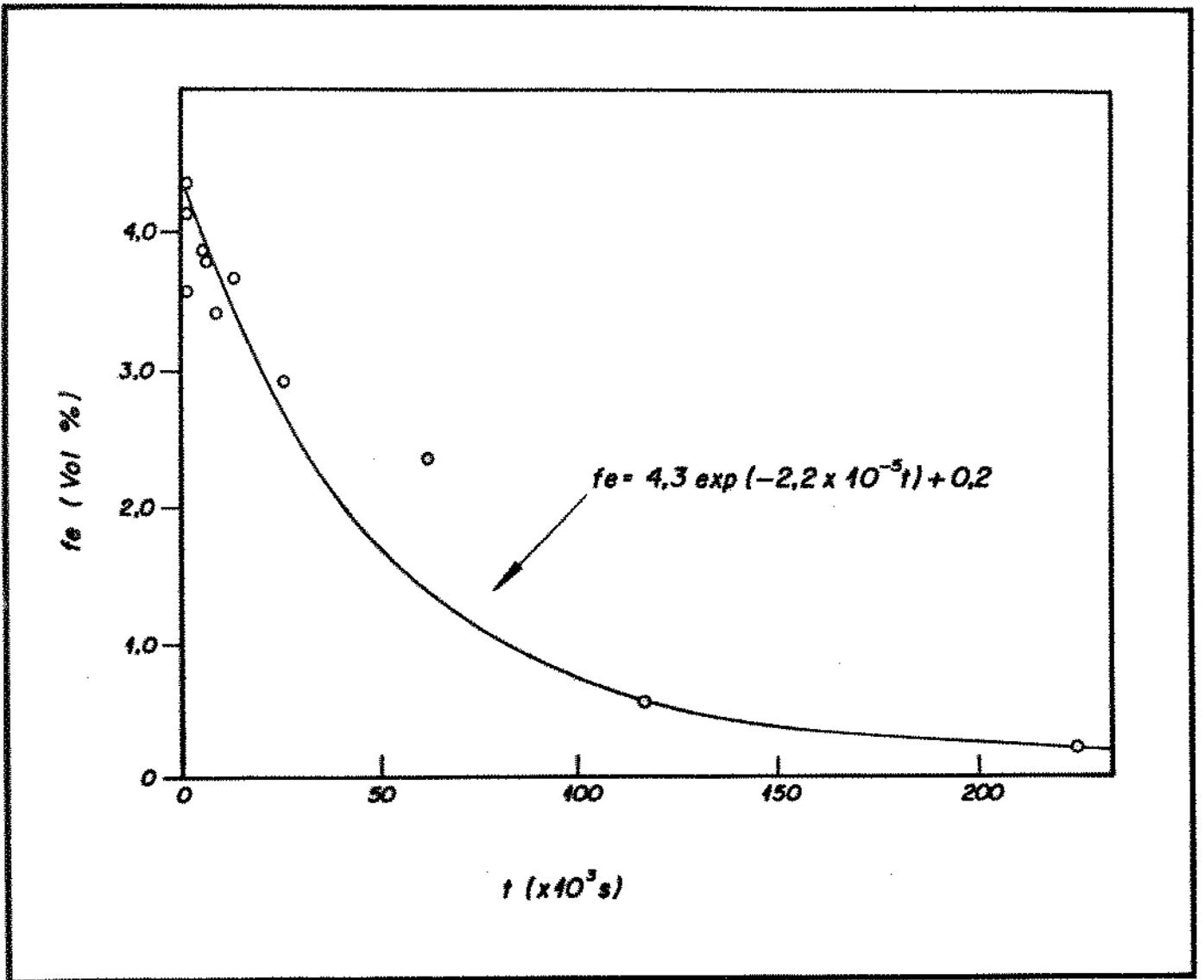


Figura II.9 - Variação da quantidade da fase eutética em função do tempo de tratamento de homogeneização, segundo Kato [21].

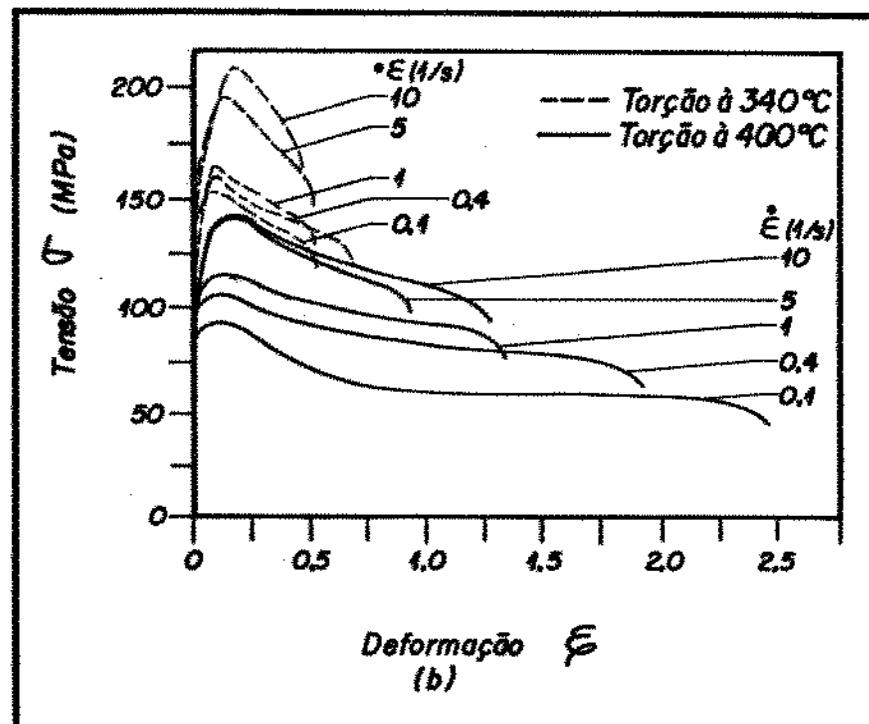
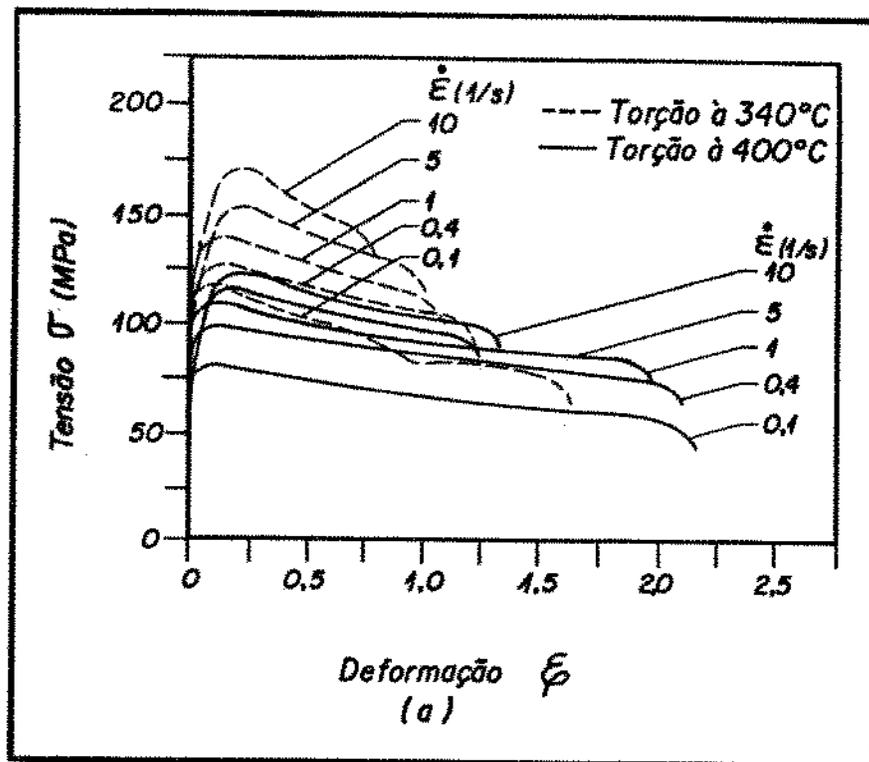


Figura II.10 - Curvas tensão x deformação para testes de torção à quente na liga AA 2024 homogeneizada nas condições dadas, segundo Verlinden [26]:

- (a) 8 horas à 460°C;
- (b) 8 horas à 500°C.

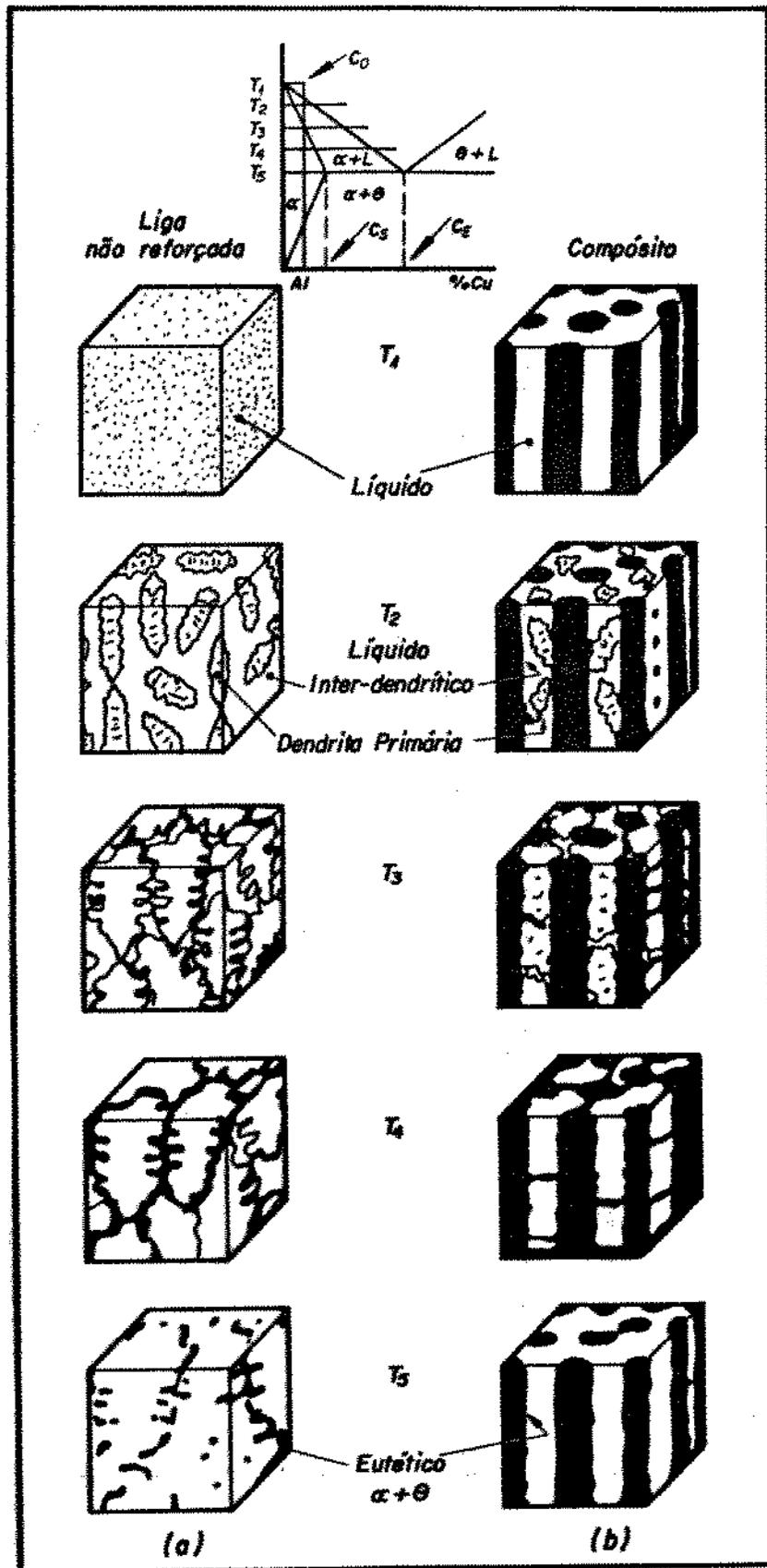


Figura II.11 - Esquema representando o modelo de Gungor et alii [33, 34] para a solidificação de Al-4,5%Cu em:
 (a) ausência de fibras;
 (b) presença de fibras, sob condições de resfriamento lento e reduzidos gradientes térmicos.

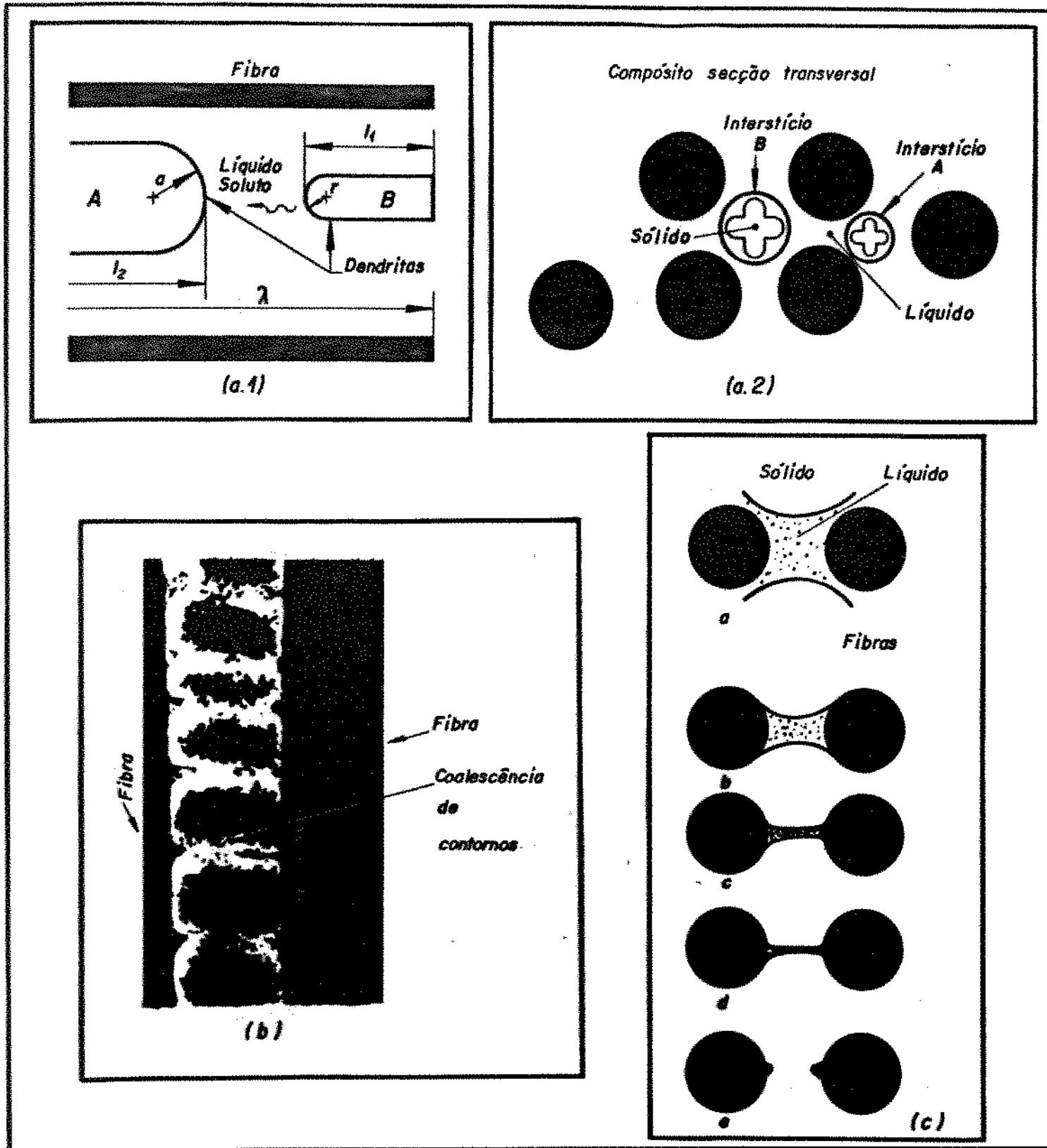


Figura II.12 - Mecanismos de engrossamento dendrítico em compósitos fibrados [33]:

- (a1) "ripening" em espaçamento fechado;
- (a2) "ripening" em espaçamentos comunicantes;
- (b) coalescência;
- (c) imposição de frentes de solidificação.

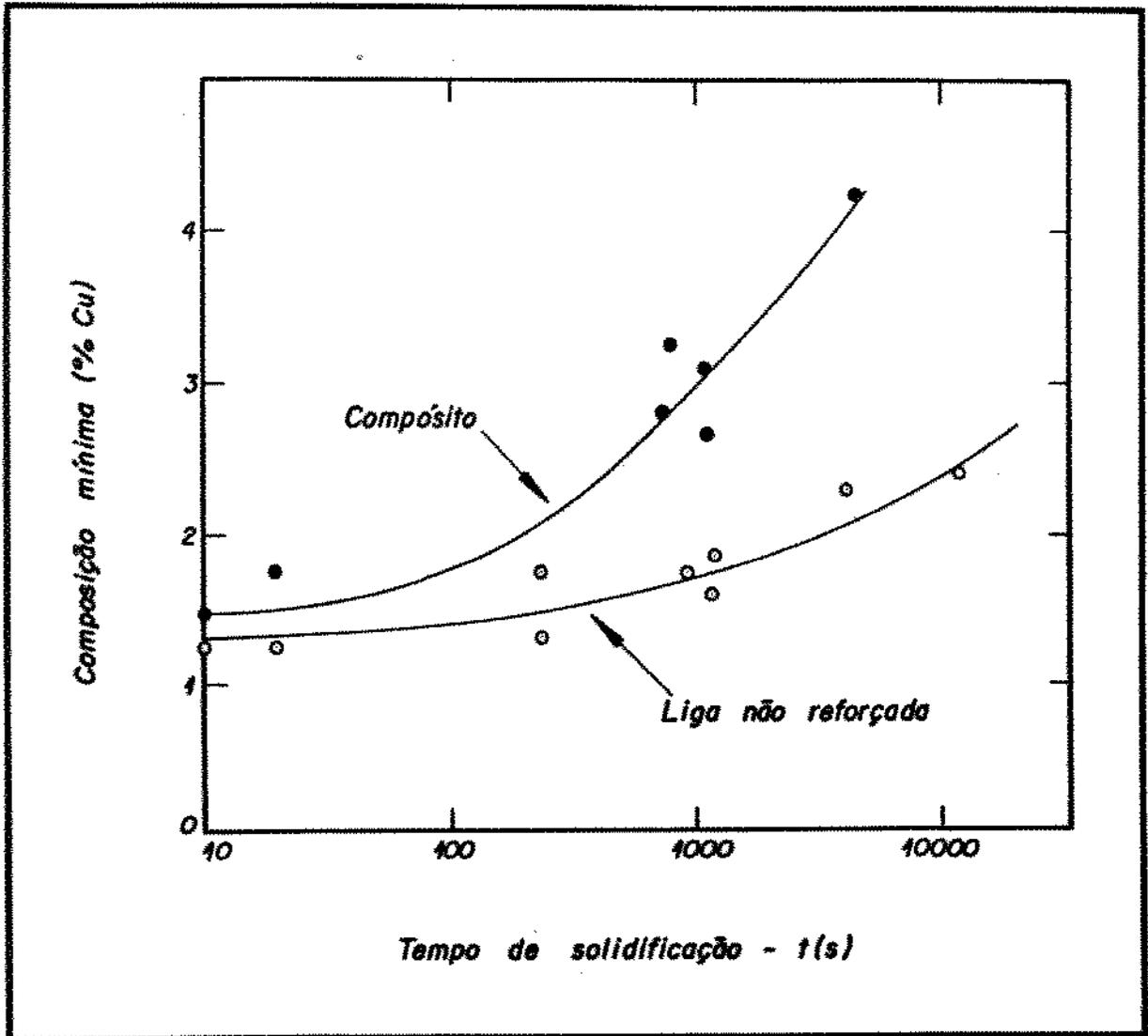


Figura II.13 - Variação da composição mínima do soluto na liga Al-4,5%Cu com e sem reforço de Al_2O_3 , com o tempo de solidificação [33].

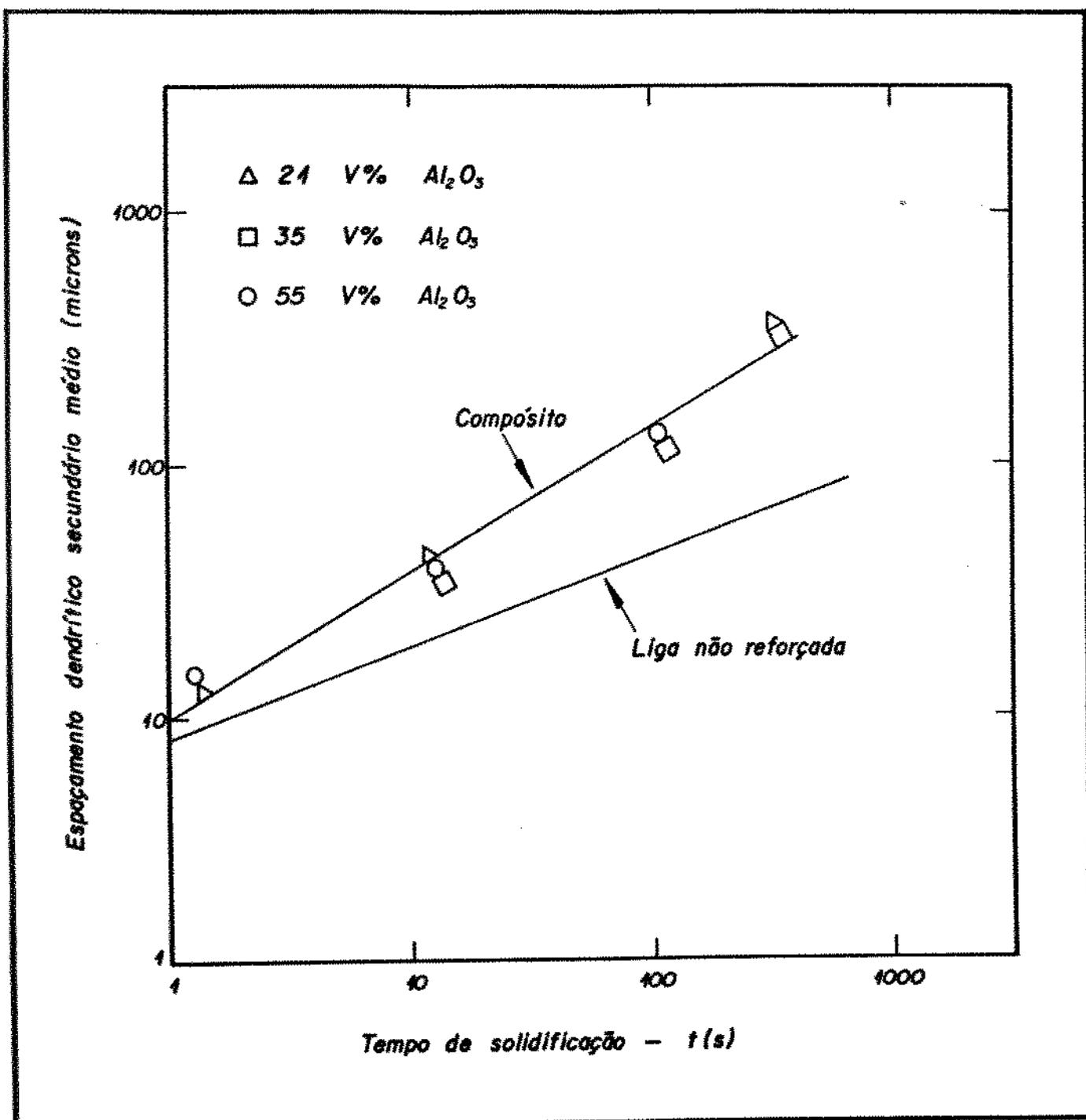


Figura II.14 - Variação do espaçamento dendrítico secundário em função do tempo total de solidificação da liga Al-4,5%Cu com e sem adição de fibras de Al_2O_3 [33].

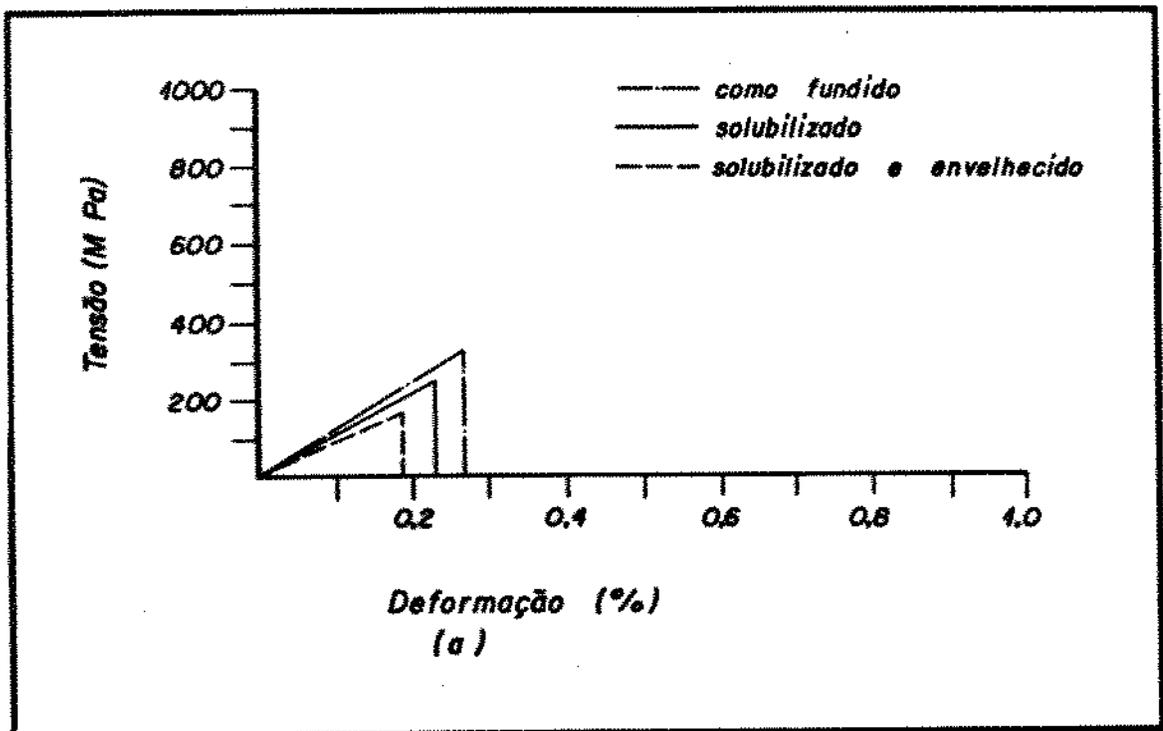
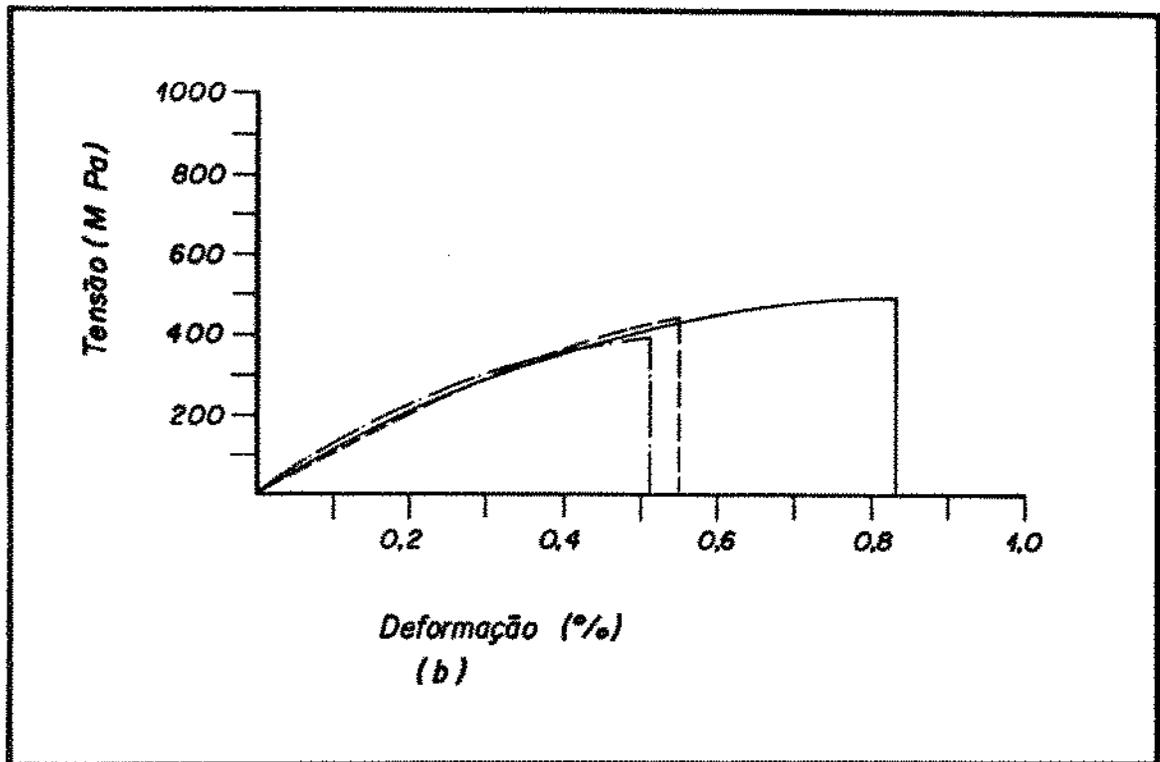


Figura II.15 - Efeito de tratamentos de solubilização e envelhecimento nas propriedades mecânicas dos compósitos de matriz Al-Si, segundo Skinner [40]:
 (a) liga A 357 + fibras SiC;
 (b) liga A 7075 + particulados SiC.

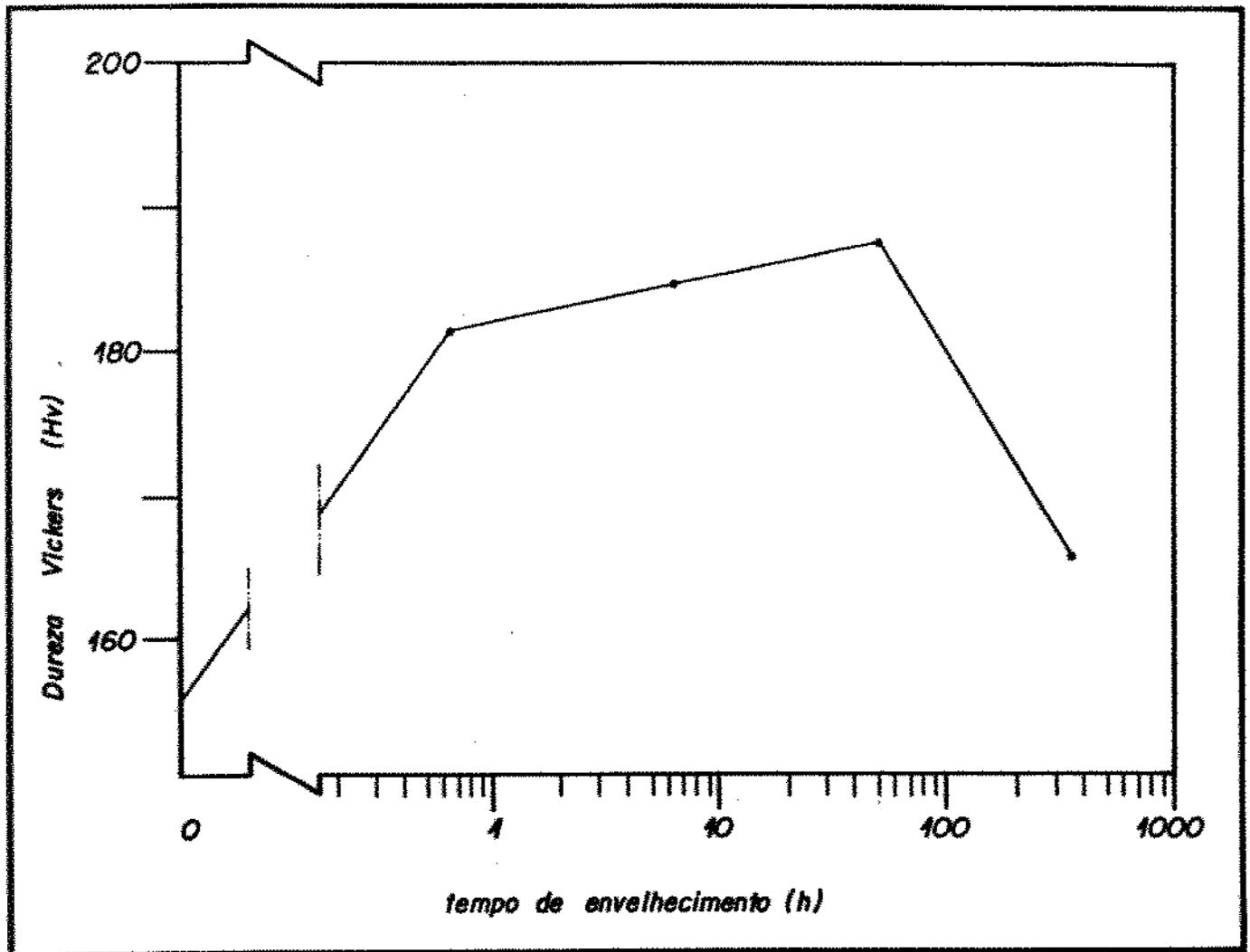


Figura II.16 - Efeito do tempo de envelhecimento na dureza de compósitos da liga Al-1,3Cu-19%Si reforçada com SiC particulado segundo Starink [41].

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS DO CAPÍTULO II

- [1] FLEMINGS, M.C. - "Solidification Processing", New York, McGraw Hill, 1974, pp 141 - 56.
- [2] JOST, W. - "Diffusion in Solids, Liquids, Gases", Academic Press, New York, 1960, pp 16 - 23.
- [3] TILLER, W.A.; JACKSON, K.A.; RUTTER, J.W.; CHALMERS, B. - "The Redistribution of Solute Atoms During Solidification of Metals", Acta Metallurgica, 1, 1953, pp 428 - 437.
- [4] PFANN, W.G. - "Zone melting", John Wiley & Sons Inc., 1958, New York, pp 45 - 59.
- [5] BURTON, J.A.; PRIM, R.C.; SLICHTER, W.P. - "The Distribution of Solute in Crystals Grown from the Melt", Part I e II, J. Chem. Phys, 21, 1953, pp 1987 - 1996.
- [6] LEE, H.I.; DOHERTY, R.D. et alii - "Structure and Segregation of Stir Cast Aluminium Alloys", Proc. of Solidification Technology in Foundry and Cast Alloys, Warwick, Sept. 1980, pp 119 - 125.
- [7] KATTAMIS, T.Z.; FLEMINGS, M.C. - "Dendrite Morphology, Microsegregation, and Homogenization of Low-Alloy Steel", Trans. of Metall. Soc. AIME, 233, 1965, pp 992 - 999.
- [8] BRODY, H.D.; FLEMINGS, M.C. - "Solute Redistribution in Dendritic Solidification", Trans Metall. Soc. AIME, 236, 1966, pp 615 - 624.
- [9] CLYNE, T.W.; KURZ, W. - "Solute Redistribution During Solidification with Rapid Solid State Diffusion", Metall. Trans., 12 A, 1981, pp 965 - 971.
- [10] BOWER, T.F.; BRODY, H.D.; FLEMINGS, M.C. - "Measurements of Solute Redistribution in Dendritic Solidification", Trans Metall. Soc. AIME, 236, 1966, pp 624 - 634.

- [11] KIRKWOOD, D.H. - "Microsegregation", Materials Science and Engineering, 65, 1984, pp 101 - 109.
- [12] KURZ, W.; FISHER, D.J., - "Dendrite Growth at the Limit of Stability Tip Radius and Spacing", Acta Metall., 29, 1981, pp 11 -20.
- [13] DAVIES, G.J. - "Solidification and Casting", Applied Science and Publishers Ltd., London, 1973.
- [14] GEIGER, G.H.; POIRIER, D.R. - "Transport Phenomena in Metallurgy", Addison-Wesley Publishing Company, Massachusetts, 1973, pp 23 - 48.
- [15] SHEWMON, P.G. - "Diffusion in Solids", McGraw - Hill Company, New York, 1963, pp 2 - 9.
- [16] CAMPOS FILHO, M.P.; CÂMARA CARDOSO, R.J. - "Microssegregação Inter-dendritica em Lingotes de Liga Al-4%Cu Solidificada Unidirecionalmente", Metalurgia, 32, 1976, pp 311 - 318.
- [17] CRANK, J. - "The Mathematics of Diffusion", Oxford University Press, London, 1957, pp 58.
- [18] HEINE, H.J. - "Heat Treating Nonferrous Alloys", Foundry, Management and Technology, Nov. 1989, pp 36 - 41.
- [19] "Metals Handbook", American Society for Metals, 8th edition, 1973, 8, pp 259.
- [20] REISO, O.; OVERLIE, H.G.; RYUM, N. - "Dissolution and Melting of Secondary Al_2Cu Phase Particles in an AlCu Alloy", Metall. Trans., 21 A, 1990, pp 1689 - 1695.
- [21] KATO, H.; MIZUTANI, M.; YOSHIKAWA, K. - "X - Ray Measurement of Heat - Treated Al 4.0wt.%Cu 0.2wt.%Ti alloy castings", Z. Metallkde., Bd. 80, 1989, H. 9, pp 653 - 657.
- [22] SKOLIANOS, S.; KATTAMIS, T.Z.; CHUNG, Y.R.; MERCHANT, H.D. - "Coarsening of Dispersed Intermetallic Phases in Al 4,5pctCu 2,0pctMn

Alloy", Metall. Trans., 18 A, 1987, pp 1179 - 1190.

[23] SKOLIANOS, S.; KATTAMIS, T.Z.; DEVERAUX, O.F. - "Microstructure and Corrosion Behavior of As-Cast and Heat-Treated Al-4,5 pct Cu-2,0 pct Mn Alloys", Metall. Trans., 20 A, 1989, pp 2499 - 2516.

[24] SKOLIANOS, S. - "Microsegregation and Solution Kinetics in an Al-4,5 wt.% Cu-2,0 wt.% Mn Alloys", Z. Metallkde., Bd. 82, 1991, H. 2, pp 89 - 95.

[25] SINGH, S.N.; FLEMINGS, M.C. - "Solution Kinetics of a Cast and Wrought High Strength Aluminum Alloy", Trans. Metall. Soc. AIME, 245, 1969, pp 1803 - 1809.

[26] VERLINDEN, B.; WOUTERS, P.; McQUEEN, H.J. et alii - "Effect of Different Homogenization Treatments on the Hot Workability of Aluminium Alloy AA 2024", Materials Science and Engineering, A 123, 1990, pp 229 - 237.

[27] ROHATGI, P.K.; ASTHANA, S - "Solidification, Structures and Properties of Cast Metal-Ceramic Composite", Int. Metals Reviews, 1986, 31, pp 115 - 139.

[28] SURAPPA, M.K.; ROHATGI, P.K. - "Preparation and Properties of Cast Aluminium - Ceramic Particle Composites", Journal of Materials Science, 16, 1981, pp 983 - 993.

[29] MORTENSEN, A.; GUNGOR, M.N.; CORNIE, J.A.; FLEMINGS, M.C. - "Alloy Microstructures in Cast Metal Matrix Composites", Journal of Metals, March 1986, pp 30 - 35.

[30] BANERJI, A.; SURAPPA, M.K.; ROHATGI, P.K. - "Cast Aluminum Alloys Containing Dispersions of Zircon Particles", Metall. Trans., 14 B, 1983, pp 273 - 283.

[31] MORTENSEN, A.; CORNIE, J.A.; FLEMINGS, M.C. - "Columnar Dendritic Solidification in a Metal-Matrix Composite", Metall. Trans., 19 A, 1988, pp 709 - 721.

- [32] MASUR, L.J.; MORTENSEN, A.; CORNIE, J.A.; FLEMINGS, M.C. - "Pressure Casting of Fiber - Reinforced Metals", Proc. of Sixth Int. Conference on Composite Materials ICCM, London, Inglaterra, July 1987, pp 2.321 - 2.329.
- [33] GUNGOR, M.N.; CORNIE, J.A.; FLEMINGS, M.C. - "Solidification Processing of an Aluminum/Alumina Composite", Proc. of The International Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, Chicago, Sept. 1988, pp 39 - 45.
- [34] GUNGOR, M.N. Ph.D. Thesis, Massachusetts Institute of Technology, 1987.
- [35] MORTENSEN, A. - "Solidification of Al-4,5%wt Cu in the Presence of SiC Fibers", Ph.D. Thesis, Massachusetts Institute of Technology, 1986.
- [36] LI, Q.; MCCARTNEY, D.G.; WALKER, A.M. "Influence of Safimax fibres on microstructure and microsegregation in an aluminium alloy", Proc. of Fourth European Conference On Composites Materials, Stuttgart, Alemanha, Sept. 1988, pp 351 - 356.
- [37] LI, Q., Ph.D. Thesis, Massachusetts Institute of Technology, 1991.
- [38] LEVI, C.G.; ABBASCHIAN, G.J.; MEHRABIAN, R. - "Interface Interactions During Fabrication of Aluminum Alloy - Alumina Fiber Composites", Metall. Trans., 9A, 1978, pp 697 - 711.
- [39] DAS, A.A.; ZANTOUT, B. et alii - "Solidification Under Pressure: Aluminium and Zinc Alloys Containing Discontinuous SiC Fibre", Proc. of The International Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, Chicago, Sept. 1988, pp 139 - 147.
- [40] SKINNER, A.R. - "The Effect of Heat Treatment on the Mechanical Properties and Microstructure of Aluminium Alloy MMC's", Proc. of City Conference Centre - Institute of MMC, London, Nov 1989, pp F1 - F3.

- [41] STARINK, M.J.; VAN MOURIK, P.; KOREVAAR, B.M. - "Precipitation Effects in an Aluminium - Copper Alloy Reinforced with Silicon Particles", Proc. of City Conference Centre - Institute of MMC, London, Nov 1989, pp I1 - I3.
- [42] WANG, M.; BONFIELD, W. - "Effect of Heat Treatment on the Mechanical Properties and Failure Modes of a Carbon Fibre - Aluminium Alloy Composite", Proc. of City Conference Centre - Institute of MMC, London, Nov 1989, pp L1 - L3.
- [43] LOUÉ, W.R.; KOOL, W.H. - "Effect of Rapid Solidification on Microstructure and Properties of Cast SiC/Al MMC", Proc. of The Int. Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, Chicago, Sept. 1988, pp 327 - 333.
- [44] MANOHARAN, M.; LEWANDOWSKI, J.J. - "Effects of Aging on the Fracture Toughness of 2XXX and 7XXX Series Aluminum Alloy Composites", Scripta Metallurgica, 23, 1989, pp 301 - 304.
- [45] SALVO, L.; SUÉRY, M.; DECOMPS, F. - "Age Hardening of Al-Matrix Composites Containing Various Types of Reinforcements", Proc. of Conference on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites, Montréal, Quebec, Sept. 1990, pp 139 - 144.
- [46] WANG, N.; WANG, Z.; WEATHERLY, G.C. - "Aging Characteristics of SiC (Particulate)/ Al (A356) Metal Matrix composite, Proc. of Conference on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites, Montréal, Quebec, Sept. 1990, pp 145- 151.
- [47] LE PETITCORPS, Y.; QUENISSET, J.M.; LE BORGNE, G.; BARTHOLE, M. - "Segregation of Magnesium in Squeeze-Cast Aluminium Matrix Composites Reinforced with Alumina Fibres", Proc. of the Spring Meeting on Metal Matrix Composites, Strasbourg, France, May 29 - June 1, 1990, pp 37 - 40.
- [48] TREVISAN, R.E. - "Estudo da Cinética de Homogeneização em Ligas Não Ferrosas", Tese de Mestrado, Unicamp, 1978.

III - DESCRIÇÃO DOS EXPERIMENTOS

III.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Neste trabalho é analisado o comportamento da microsegregação de cobre em liga de Al-5,7% em peso de Cu reforçada com 30% em volume de fibras semi-contínuas e alinhadas de Al_2O_3 de diâmetro médio 3 μm , por efeito de tratamentos iso-térmicos em diferentes condições de temperatura e tempo.

III.1.1 LIGA UTILIZADA COMO MATRIZ

Como matriz para a obtenção do compósito é utilizada a liga Al 5,7%Cu. Sua escolha se deve à diversos fatores, tais como:

- ligas de cobre hipoeutéticas apresentam grande importância comercial (ligas da série 2024);
- são amplamente utilizadas na fabricação de compósitos;
- há facilidade de observação da microsegregação do cobre;
- são ligas amplamente utilizadas para estudos de solidificação, em particular para modelamento de fenômenos de rejeição de soluto;
- se prestam facilmente à homogeneização da distribuição de cobre.

A tabela III.1 apresenta a composição da liga utilizada neste estudo (análise efetuada em Espectômetro de Emissão Óptica JARREL-ASH

Tabela III.1 - Composição química da liga utilizada

Elemento	Cobre	Ferro	Silício	Níquel	Magnésio	Titânio	Alumínio
Teor (%)	5,69	0,21	0,08	0,007	0,005	0,006	restante

com Padrões Internacionais Alcoa, gentilmente pela Metalur Ltda, São Roque, SP.)

PREPARO DA LIGA:

A liga foi obtida em laboratório, à partir de Alumínio 99,995% e Cobre 99,9%. O alumínio foi fundido em forno elétrico tipo poço, elevado à temperatura de 750°C, quando foi adicionado o cobre na forma de cavacos. Manteve-se a temperatura por cerca de meia hora para a completa dissolução do cobre e homogeneização da composição da liga .

A liga líquida foi vazada em lingoteira metálica recoberta com tinta à base de alumina (Al_2O_3), obtendo-se barras de 300 x 120 x 20 mm.

III.1.2 MATERIAL UTILIZADO COMO REFORÇO

Como reforço foram utilizadas fibras de Alumina (Al_2O_3) semi-contínuas e alinhadas, fabricadas pela ICI - Chemycal and Polymer Group - Runcorn - Inglaterra, sob o nome comercial SAFIMAX.

As fibras SAFIMAX apresentam boas propriedades, tais como, excelentes limites de resistência e de compressão, sendo compressíveis até altas frações volumétricas, alta dureza, reduzida expansão térmica, estabilidade mecânica e química, mesmo à altas temperaturas (temperatura do alumínio e magnésio fundidos); apresentam ainda boa molhabilidade sem necessidade de aditivos especiais, sendo prontamente infiltradas pelo metal líquido, além de baixo peso e amortecimento acústico.

São disponíveis em duas densidades: padrão e baixa densidade. A fibra utilizada neste trabalho foi a SAFIMAX SD Grade (Standard Density), e os valores de algumas de suas propriedades são apresentadas na tabela III-2, de acordo com seu fornecedor [1].

Na figura III.1 observam-se as fibras de alumina utilizadas neste trabalho.

Tabela III.2 - Propriedades do reforço utilizado [1].

Propriedades	Valores
Diâmetro da fibra, μm	3,0
Densidade, g/cm^3	3,3
Módulo de tensão, GPa	300 (43 ksi)
Limite de ruptura, MPa	2000 (290 ksi)
Temp. máxima de uso, °C	1600°C
Fase cristalina	princ.alumina delta
Composição química	95% Al_2O_3 5% SiO_2

III.1.3 COMPÓSITO UTILIZADO

A partir da liga produzida e das fibras SAFIMAX - SD foram obtidas amostras cilíndricas (tarugos de 70 mm de altura por 9 mm de diâmetro) de compósito contendo 30% em volume de reforço.

Valores típicos de composição de compósitos fibrados se estendem de 5 a 40% em volume de reforço [2 - 5]. Em ligas de Alumínio reforçadas para utilização em componentes automotivos, estes valores são da ordem de 30% [6].

PREPARO DO COMPÓSITO:

As barras da liga de AlCu obtidas foram cortadas em pequenos pedaços de secção quadrada com cerca de 50 mm de aresta e 100 mm de altura, para facilitar sua introdução na câmara de aquecimento do equipamento de infiltração.

Pré-formas de fibras foram preparadas em cilindros de cerca de 10 mm de diâmetro por 70 mm de altura e encamisados em tubos de aço inoxidável com 70% em volume de vazios.

Na figura III-2 observam-se diversas morfologias típicas de pré-formas para infiltração.

No preparo do compósito foi utilizado um equipamento de INFILTRAÇÃO SOB PRESSÃO, gentilmente cedido pelo laboratório do Chemycal and Polymer Group - ICI, Runcorn, Inglaterra.

Na figura III-3 observa-se este equipamento, que consiste de uma câmara superior envolta por um sistema indutivo para fusão do metal ou da liga a ser infiltrado. A face superior desta câmara é fechada por um êmbolo hidráulico que, quando acionado, pressiona o líquido para o molde situado na base da câmara de fusão, que se abre neste momento por um sistema mecânico. O sistema é operado sob vácuo.

O molde tem forma cilíndrica com diâmetro de 200 mm e 20 mm de altura, e é pré-aquecido à 350°C antes da injeção do metal. A parte interna do molde e a parte inferior do êmbolo são pintados com um lubrificante. Neste molde são colocados os cilindros contendo as pré-formas, em número de 4 de cada vez.

O metal é fundido na câmara superior e, quando um super-aquecimento de 200°C é alcançado (temperatura acima da temperatura liquidus da liga), o êmbolo é acionado pressionando o metal para dentro das pré-formas, preenchendo deste modo os vazios inter-fibras. O êmbolo deve ser baixado rapidamente e uma pressão de 54 toneladas é aplicada ao molde, sendo mantida por 1 minuto para garantir o total preenchimento das pré-formas; sendo, após este processo, removido [7].

Após resfriamento, obtém-se um disco de metal que contém em seu interior os cilindros de aço inoxidável, onde está contido o compósito. Os cilindros de aço são retirados por usinagem do disco metálico e cortados longitudinalmente para retirada dos tarugos.

Em cada corrida são usados 650 - 700 g do metal ou liga e são obtidos 4 cilindros com 9 mm de diâmetro e 70 mm de altura do compósito Al 5,7%Cu + 30% volume de Al₂O₃.

A figura III.4 apresenta a fotografia dos cilindros de compósitos obtidos.

III.2 TRATAMENTOS DE HOMOGENEIZAÇÃO

III.2.1 PREPARO DE AMOSTRAS

Os cilindros de compósitos foram cortados transversalmente em discos de 9 mm de diâmetro e 5 mm de altura, para obtenção de amostras para tratamento térmico. Amostras da mesma liga, sem reforço, de dimensões 11 x 11 mm x 5 mm foram também produzidas. Os cortes foram feitos em uma serra de disco diamantado para redução das perdas. Foram feitas, no total, 18 amostras do compósito e 18 da matriz.

As amostras da matriz sem reforço foram retiradas do mesmo disco obtido no equipamento de infiltração de onde foram retiradas as amostras do compósito.

Todas as amostras foram polidas e atacadas com reagentes especiais, conforme técnica descrita em item posterior, para observação metalográfica e microanálise na condição "como fundidas".

Após a caracterização no seu estado inicial, as amostras foram preparadas para o tratamento térmico.

Foram então encapsuladas em tubos de quartzo sob atmosfera de Argônio, em grupos de 6 amostras (3 da matriz e 3 do compósito), juntamente com pequenas folhas de Nióbio, para eventual oxidação preferencial. Cada grupo foi tratado numa determinada condição de temperatura e tempo.

A figura III.5 apresenta foto das amostras encapsuladas, prontas para tratamento.

III.2.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos foram feitos em Forno Resistivo de elemento Kanthal, de temperatura máxima 1200° C, controlado por unidade Robertshaw modelo Indic 50, com erro inferior à 1%, ligado à um termopar

de Kromel - Alumel, posicionado logo acima da câmara do forno. Um outro termopar, igual ao anterior, ligado à um Registrador Gráfico de Temperatura ECB modelo RG 103 foi colocado na câmara do forno, com a ponta distando cerca de 5 mm da região do tubo onde estavam as amostras, monitorando continuamente o tratamento.

As condições de tratamento utilizadas foram: temperaturas de 480° e 510°C e tempos de 1, 5 e 10 horas.

Em cada condição de tratamento foram obtidas 3 amostras do compósito e 3 da matriz sem reforço.

Após os tratamentos, os tubos foram resfriados rapidamente em água e abertos para a retirada das amostras.

A figura III.6 apresenta a fotografia da montagem do forno e dos controladores utilizados no trabalho.

No anexo 1 é apresentado gráfico temperatura X tempo da câmara do forno, durante os tratamentos térmicos, mostrando a variação de $\pm 3^\circ\text{C}$ em torno da temperatura de tratamento determinada.

III.3 OBSERVAÇÃO DOS RESULTADOS

III.3.1 OBSERVAÇÃO DAS MICROESTRUTURAS

Para observação metalográfica, as amostras da matriz sem reforço e do compósito foram primeiramente lixadas em lixas de Carbetto de Silício números 220, 320, 400 e 600, sendo lavadas com água e sabão entre os lixamentos. Em seguida, foram polidas em feltro usando-se abrasivos de diamante de 6 μm , 3 μm e 1 μm , sendo o acabamento final feito com polimento em feltro macio com uma solução de Alumina 0,3 μm . Entre os estágios de polimento, as amostras foram lavadas com água e sabão especial e, submetidas à ultrassom por 30 segundos. Foram então secas usando-se acetona PA e ar quente.

Após o polimento, as amostras foram atacadas com reagente especial para coloração da microsegregação de cobre. O reagente

utilizado é composto de 0,5 g NaOH + 1 g KMnO_4 e água destilada até completar 250 ml. Antes deste ataque, as amostras foram lavadas com ácido fosfórico e água destilada e, à seguir, secas. Foram atacadas três vezes por 20 segundos cada vez, sendo lavadas entre os ataques em água corrente e álcool, e, à seguir, secas.

Após polimento metalográfico e ataque, as amostras foram fotografadas em Microscópio Óptico Neophot Zeiss Jena.

À seguir, foram repolidas em feltro macio com uma solução de Alumina 0,3 μm para a retirada do ataque e preparadas para o microscópio eletrônico. Foram coladas com cola condutora de prata e acopladas ao suporte apropriado, juntamente com o anel de padrões; e foram levantados os perfis de segregação do cobre por microanálise de Raios-X, que foi efetuada no Microscópio Eletrônico de Varredura.

Após tratamento de homogeneização, as amostras foram ligeiramente repolidas em feltro macio com pasta de diamante 0,25 μm para a retirada de uma ligeira camada de óxido que se formou durante os tratamentos. À seguir, fez-se novamente microanálise nas mesmas regiões analisadas anteriormente, obtendo-se os perfis de microsegregação após os tratamentos.

Em seguida, as amostras foram novamente repolidas em feltro macio com pasta de diamante 0,25 μm , atacadas para coloração da microsegregação e fotografadas no microscópio óptico em idênticas condições às anteriores ao tratamento térmico.

Deve-se salientar que, embora as cores sejam relativas, elas revelam o perfil de composição entre o centro das dendritas e a região inter-dendrítica enriquecida de cobre.

III.3.2 MICROANÁLISE QUANTITATIVA POR RAIOS-X

III.3.2.1 INTRODUÇÃO À MICROANÁLISE

A microanálise por Raios-X é uma ferramenta do microscópio eletrônico de varredura usada principalmente para análise quantitativa de elementos.

As possíveis interações do feixe de elétrons incidente com a amostra são apresentadas na figura III.7. Os Raios-X são produzidos em determinadas colisões dos elétrons deste feixe incidente com os átomos.

O feixe de Raios-X consiste de um espectro contínuo composto de radiações de diferentes comprimentos de onda, cada qual com uma intensidade diferente, e alguns picos de comprimentos de onda e energia bem definidos, denominada radiação característica.

É esta radiação característica que é utilizada na técnica de microanálise de Raios-X, sendo produzida quando um elétron incidente atinge um elétron do material da amostra com energia suficiente para ejetá-lo, criando uma lacuna. Esta lacuna será preenchida por um elétron de uma camada mais externa, o qual emitirá energia na forma de Raio-X característico.

Se o elétron ejetado for da camada K, será emitida radiação característica K_{α} ou K_{β} , dependendo se a lacuna criada é preenchida por um elétron oriundo da camada L ou M, respectivamente. Se a lacuna tiver sido criada na camada L, seu preenchimento produzirá radiação característica L_{α} ou L_{β} conforme a origem do elétron que a preencher (camadas M ou N, respectivamente), e assim sucessivamente.

Como os picos de radiação característica de cada elemento apresentam comprimento de onda ou energia bem definidos, a captação e a análise do espectro emitido por uma amostra (medidas do comprimento de onda ou de energia) permite a determinação dos elementos que a compõe - Análise Qualitativa, e a comparação da intensidade emitida pela amostra com aquela emitida por padrões permite a Análise Quantitativa da mesma.

Um fator importante na técnica de microanálise por Raios-X é o volume da amostra penetrado pelos elétrons do feixe incidente, que é denominado volume de interação. Como se observa em III.7, o volume

correspondente aos Raios-X característicos é da mesma ordem de grandeza do volume de interação.

Este volume excitado pelos Raios-X depende da energia do feixe primário e do número atômico dos elementos presentes na amostra, apresentando valores próximos de $\approx 1 (\mu\text{m})^3$.

Experimentos de Goodhew revelam que o diâmetro do volume excitado pelos Raios-X em materiais de peso atômico médio é $\approx 0,1 \mu\text{m}$ [9].

A máxima profundidade que um elétron pode penetrar na amostra sem perda da capacidade de gerar Raios-X é dada pela relação [9]:

$$R = 0,0064 \left(E_o^{1,68} - E_c^{1,68} \right) \quad (1)$$

onde: R é a profundidade máxima de geração de Raios-X (μm);

E_o é a energia do feixe incidente (keV);

E_c é energia característica do elemento (keV).

Sendo $E_c (K_\alpha \text{ Al}) = 1,48 \text{ keV}$ e $E_c (K_\alpha \text{ Cu}) = 8,05 \text{ keV}$, a equação acima fornece valores próximos de $1 \mu\text{m}$ para a liga em estudo.

Para o aprimoramento dos resultados quantitativos obtidos por microanálise são necessárias algumas correções [9 - 11]:

1) Correção do Número Atômico (Z): está relacionada com a eficiência de um elemento gerar Raios-X. Depende da profundidade de penetração do elétron sem perda da sua capacidade de gerar Raios-X (a energia do elétron do feixe incidente deve ser maior que a energia característica do elemento), bem como do número de elétrons retro-espalhados, que não excitam Raios-X.

2) Correção devido à Absorção (A): devido à absorção parcial dos Raios-X emitidos pela amostra durante a sua trajetória para alcançar a superfície. É o fator de maior peso nas correções, determinando a precisão da análise.

3) Correção devido à Fluorescência (F): devido à emissão de fluorescência juntamente com os Raios-X, provocando um aumento na

contagem do detetor.

Estas correções estão reunidas no programa ZAF, utilizado neste trabalho.

III.3.2.2 TÉCNICAS UTILIZADAS PARA MICROANÁLISE

Nas amostras de matriz sem reforço e de compósito, foi escolhida, previamente aos tratamentos, uma região apropriada para se efetuar as microanálises. A região foi demarcada com um círculo feito com um riscador. Dentro desta região, foi determinada a área mais restrita para análise, sendo marcada com o penetrador de Microdureza no Microscópio Óptico Neophot Zeiss Jena. O critério adotado para a escolha desta área restrita foi o seguinte:

- i- nas matrizes, foi escolhida uma região que contivesse no mínimo três braços dendríticos com comprimento total de cerca de 80 - 100 μm ; as marcas de microdureza foram feitas nos extremos desta região;
- ii- nos compósitos, escolheu-se uma região onde houvessem fibras distando cerca de 30 μm umas das outras, e que fosse representativa do compósito, isto é, que as fibras estivessem circundadas por outras fibras.

As microanálises foram feitas ao longo de linhas, entre duas marcas de microdureza na matriz, e entre duas fibras no compósito, em pontos distando 5 μm um do outro.

Em cada amostra da matriz foi feita uma linha com 18 - 21 pontos, passando por três dendritas. Para cada amostra do compósito, foram feitas três ou quatro linhas com 7 - 8 pontos em cada uma.

Todas as linhas analisadas estão indicadas nas fotos apresentadas no capítulo seguinte.

Foi feito um gráfico Concentração de Cobre (%) X Distância (micron) para cada uma das amostras e cada uma das linhas, tendo sido, portanto, obtidos 144 gráficos.

Para a microanálise utilizou-se um Microscópio Eletrônico de Varredura marca CAMBRIDGE modelo Stereoscan S 4 10 [12] com Sistema de Microanálise por Energia Dispersiva - EDS - marca LINK modelo 190. O

sistema consiste num detetor de estado sólido de silício - lítio mantido à baixa temperatura e protegido de contaminantes por uma janela de berílio. Os fótons de raio-X penetram através desta janela, interagem com o semicondutor e produzem pulsos que são amplificados e alimentam um analisador multicanal [8]. Na microanálise, um feixe de elétrons gera os Raios-X na amostra a ser analisada. As intensidades das linhas de Raios-X das amostras são comparadas com aquelas de padrões de composição conhecida. As intensidades medidas foram convertidas em composição e corrigidas pelo programa ZAF (correções em número atômico, absorção e fluorescência) e, posteriormente normalizadas.

As condições de operação foram:

- tensão de aceleração do feixe: 20 keV;
- ângulo de inclinação do feixe em relação à normal da amostra - 15°;
- tempo de contagem de cada elemento (Al e Cu): 30 segundos;
- corrente do feixe manteve-se constante em cada experimento, porém variou de amostra para amostra.

Alumínio e cobre puros foram empregados como padrões e as linhas característica K_{α} do alumínio (1,48 keV) e K_{α} do cobre (8,05 keV) foram usadas.

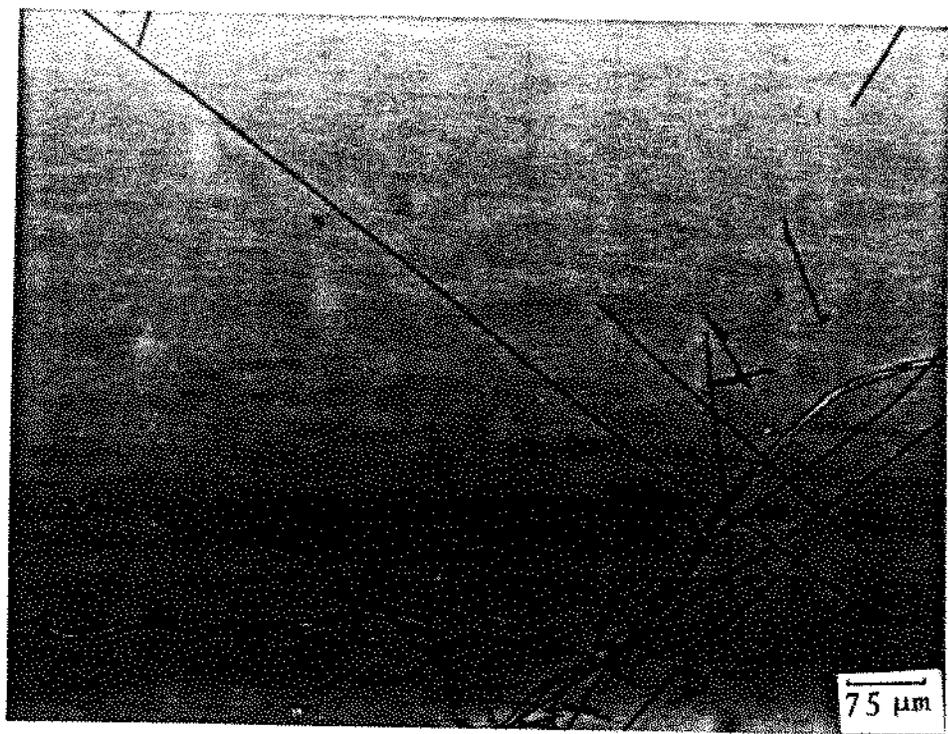


Figura III.1 - Fibras de Al_2O_3 utilizadas neste trabalho, fotografadas no microscópio óptico.

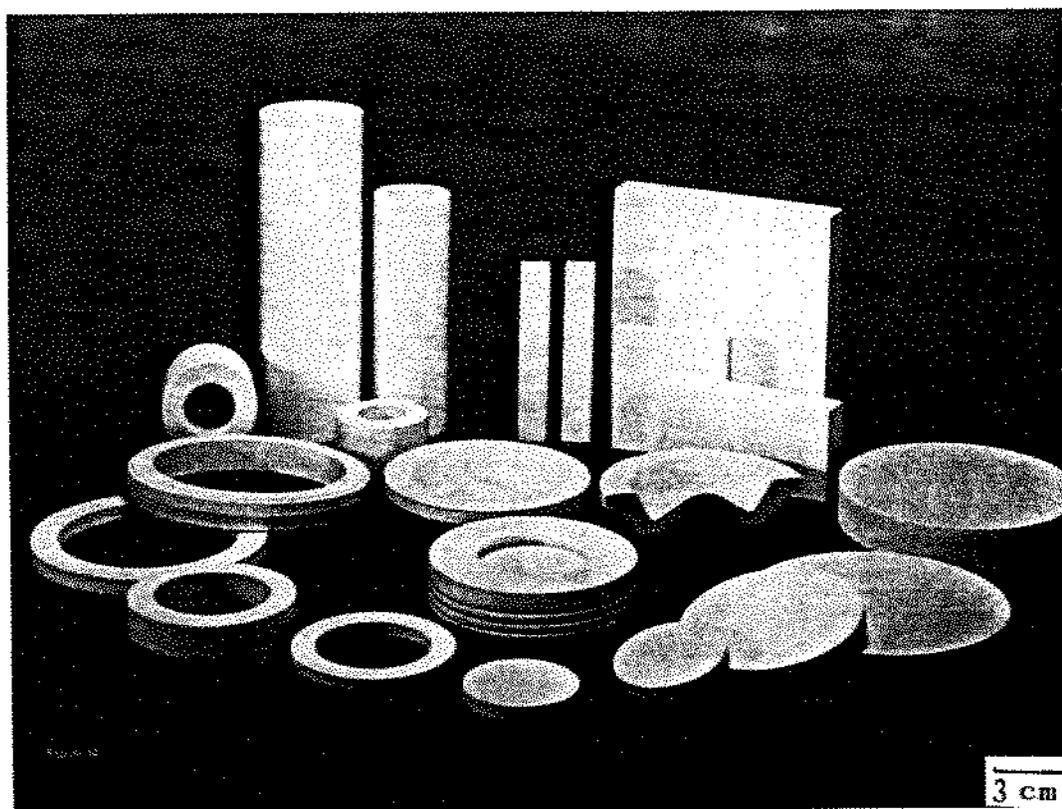


Figura III.2 - Fotografia mostrando pré-formas típicas de fibras de Al₂O₃ [6].



Figura III.3 - Equipamento de infiltração para a produção do compósito utilizado (Laboratórios do Chemycal and Polymer Group, ICI, Runcorn, Inglaterra).

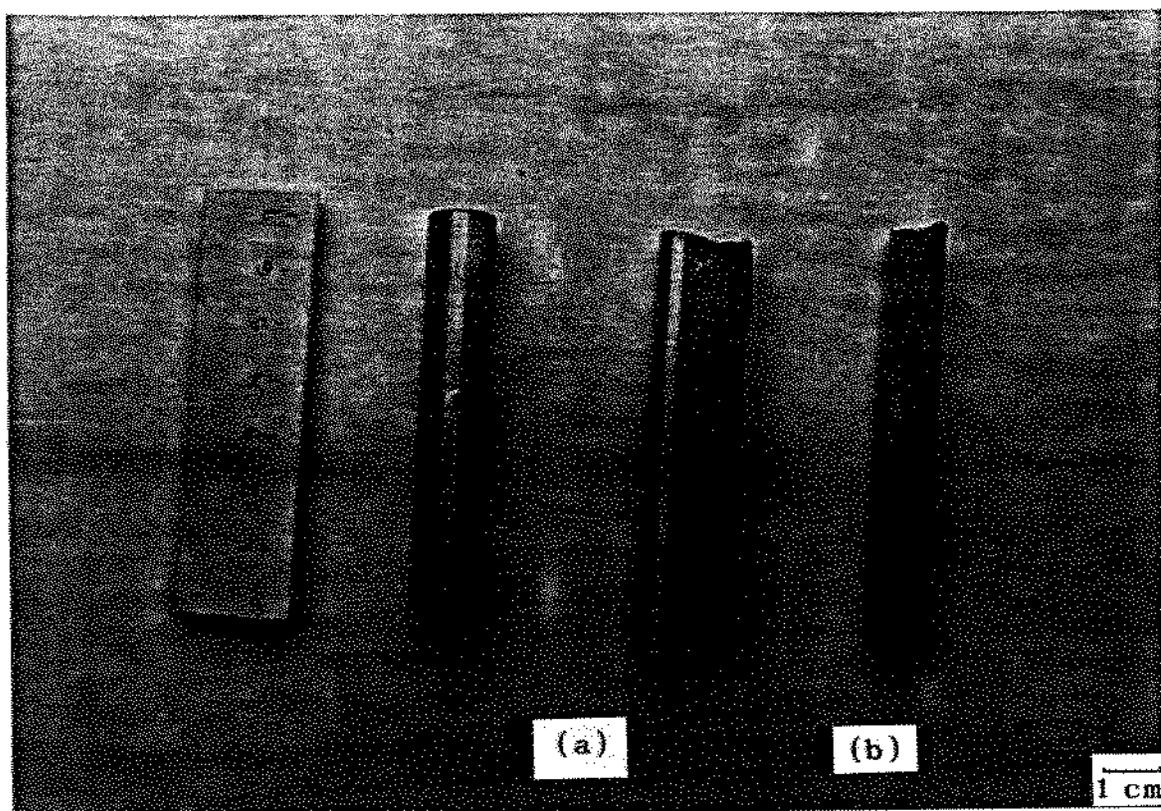


Figura III.4 - Fotografia dos cilindros de compósitos obtidos:
(a) ainda encamisados por aço inoxidável
(b) após retirada da camisa de aço.

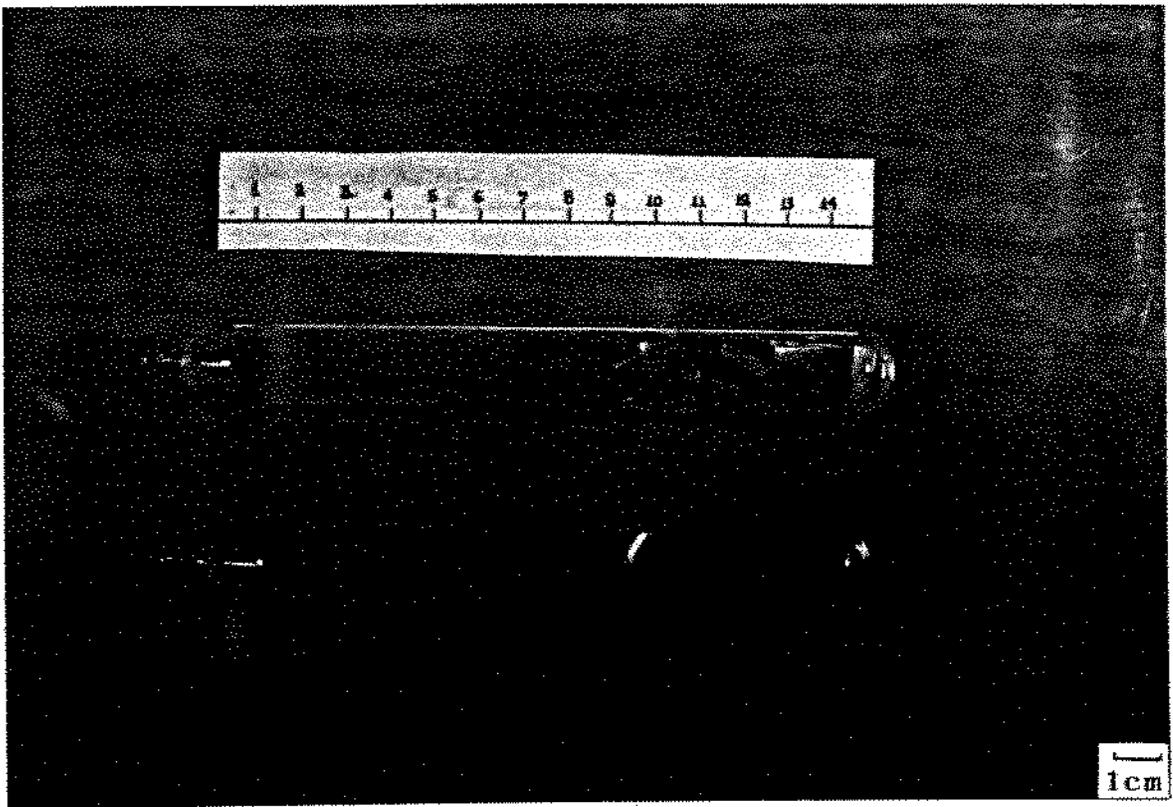


Figura III.5 - Fotografia das amostras encapsuladas, prontas para tratamento térmico

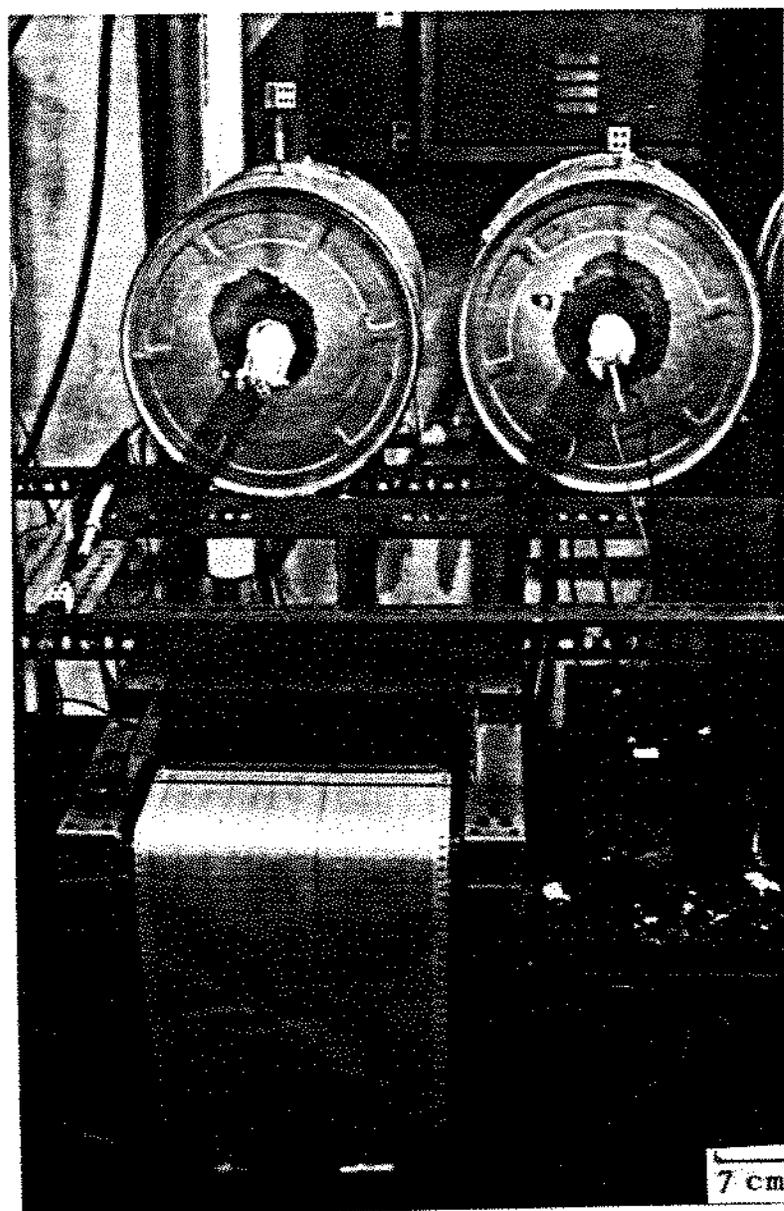


Figura III.6 - Fotografia mostrando montagem de equipamento utilizado para tratamento térmico.

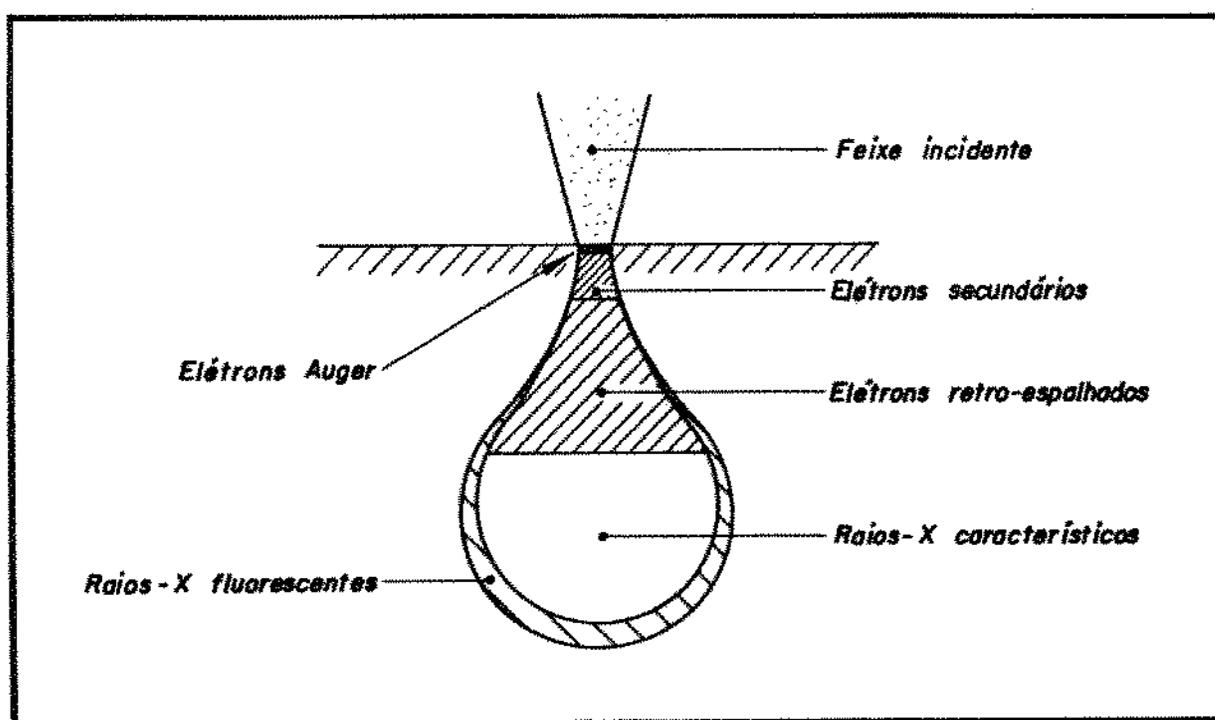


Figura III.7 - Interações do feixe de elétrons incidente com a amostra [8 - 11].

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS DO CAPÍTULO III

- [1] Catálogo da SAFIMAX - Aligned Alumina Fibre - Imperial Chemycal Industries - ICI - Inglaterra, 1990.
- [2] MILLIÈRE, C.; SUÉRY, M. - "Fabrication and properties of metal matrix composites based on SiC fibre reinforced aluminium alloys", *Materials Science and Technology*, 4, 1988, pp 41 - 51.
- [3] GOEL, S.K. et alii - "Preparation of Al-Al₂O₃-MgO cast particulate composites using MgO coating technique", *Journal of Materials Science*, 4, 1985, pp 385 - 388.
- [4] GIROT, F.A.; ALBINGRE, L. et alii - "Rheocasting Al Matrix Composites", *Journal of Metals*, Nov. 1987, pp 18 - 21.
- [5] KEHOE, F.P.; CHADWICK, G.A. - "Mechanical and Physical Properties of Squeeze-Cast Aluminium Metal Matrix Composites Containing 5% - 30% Saffil, Proc. of European Materials Research Society 1990 Spring Meeting on Metal Matrix Composites, Strasbourg, France, May 29 - June 1, 1990, pp 118 - 124.
- [6] Catálogo da SAFFIL - Alumina Fibre - Imperial Chemycal Industries - ICI - Inglaterra, 1990.
- [7] Manual de Operações do Equipamento de Infiltração sob Pressão - ICI - Chemycal and Polymer Group - Runcorn - Inglaterra, 1990.
- [8] HOLT, D.B.; MUIR, M.D.; GRANT, P.R.; BOSWAVA, I.M.; - "Quantitative Scanning Electron Microscopy", Academic Press, London, 1974, pp 389-403.
- [9] GOODHEW, P.J.; HUMPHREYS, F.J. - "Electron Microscopy and Analysis", Taylor & Francis, London, 1988, pp 33 - 38, 154 - 198.
- [10] LORETTO, M.H. - "Electron Beam Analysis of Materials", Chapman and Hall, London, 1988, pp 26 - 34, 57 - 61.

[11] PADILHA, A.F.; AMBRÓSIO FILHO, F. "Técnicas de Análise Microestrutural", Hemus, São Paulo, 1985, pp 91 - 94, 143 - 156.

[12] Manual de Operações do Microscópio Eletrônico de Varredura CAMBRIDGE Modelo Stereoscan S 4 10.

IV - RESULTADOS

IV.1 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DOS MATERIAIS UTILIZADOS

IV.1.1 MATRIZ

A liga utilizada como matriz para obtenção do compósito em estudo é apresentada na figura IV.1, onde pode ser observada sua estrutura no estado fundido, processada nas mesmas condições do compósito. Uma estrutura convencional de fundição constituída de fase primária Al - α e eutético (CuAl_2 + Al - α) em contornos de dendritas e de grãos pode ser notada em (a). O espaçamento inter-dendrítico médio pode ser estimado da ordem de 30 μm .

O ataque utilizado revela a microsegregação do cobre na fase primária, caracterizada pela cor mais clara, que corresponde ao maior teor de cobre, ocorrendo em regiões vizinhas aos contornos. O centro dos ramos dendríticos, de coloração mais escura, corresponde à maior concentração de alumínio. A fase eutética se apresenta como uma rede de veios contínuos ou interrompidos, de coloração em tons esverdeados.

Na foto é indicada ainda a linha entre as marcas de microdureza, onde foi feita a microanálise. A origem (1^o ponto de análise) é indicada pelo dígito 0.

As figuras IV.1 (b₁) e (b₂) mostram duas fotografias obtidas no microscópio eletrônico de varredura. Em (b₁) se observa a microestrutura da matriz por elétrons secundários e em (b₂) a imagem de Raios-X do cobre da mesma região. Pode-se observar em (b₁) a estrutura lamelar do eutético presente nos contornos dendríticos e, em (b₂) a distribuição do cobre preferencialmente na fase eutética (de acordo com o diagrama de fases, há 33,2 % Cu no eutético). Entretanto, significativa presença de cobre pode ser observada no interior das dendritas.

Pode-se observar na foto IV.1 (b₁) a linha de varredura onde foi efetuada a microanálise.

IV.1.2 COMPÓSITO

A microestrutura do compósito obtido, no estado como fundido, é apresentada na figura IV.2. Em (a) pode-se observar que as fibras não estão distribuídas de maneira uniforme na matriz; o compósito apresenta "rios" de liga livres de reforço entre regiões reforçadas. Esta distribuição irregular de fibras, a nível quase macroscópico, pode ser consequência do processo de obtenção da pré-forma ou mesmo da movimentação do reforço durante o processo de infiltração pelo líquido.

Este tipo de estrutura é característico de compósitos fibrados obtidos por infiltração, já observado por outros autores [1 - 3].

A microestrutura típica da região reforçada é apresentada na figura IV.2 (b). Pode-se notar a distribuição não homogênea de fibras, o que torna difícil a caracterização do espaçamento entre elas. Tal espaçamento pode variar desde 0 (as fibras se tocam), até 30 μm , numa região aparentemente regular do compósito.

Observa-se também a presença de fibras desalinhadas, em sentido oposto às outras fibras, como se observa na figura IV.3 (a), o que pode ter ocorrido na fabricação da pré-forma ou durante o processo de infiltração.

Pela observação da microestrutura do compósito, não se pode notar estrutura dendrítica típica. Observa-se claramente, no entanto, uma diferença de coloração indicando segregação do cobre em direção às fibras. No centro do espaçamento inter-fibras há uma coloração mais escura, correspondendo à maior concentração de alumínio.

Pode-se também observar a presença do eutético relacionado com as fibras, como se vê na figura IV.3 (a). As características da microsegregação e a localização do eutético indicam o sentido da solidificação: deve se iniciar no centro do espaçamento inter-fibras e progredir em direção à estas. Este resultado está de acordo com observações e modelos de outros autores [4, 5], conforme discutido em capítulo anterior.

A figura indica ainda as regiões demarcadas e linhas utilizadas para microanálise (3 linhas para cada amostra de compósito).

Na figura IV.3 (b1) e (b2) se observa a microestrutura do compósito obtida no microscópio eletrônico de varredura - MEV. Em (b1), a imagem de elétrons secundários, onde se evidencia o eutético relacionado às fibras, unindo fibras próximas. Em (b2), a imagem de Raios-X do cobre para a mesma região indica maior concentração de cobre junto ao reforço, e pequena parte distribuída irregularmente na região inter-fibras.

IV.2 RESULTADOS QUALITATIVOS DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS

Foram tratadas um total de 36 amostras, conforme indicado no capítulo III, tendo sido analisadas 6 diferentes condições para cada material (matriz e compósito).

Os resultados obtidos serão mostrados à seguir (fotos e perfis de microsegregação) e comparados com a condição como fundido (antes dos tratamentos). Para cada situação foi escolhida uma amostra, dentre 3 submetidas ao mesmo tratamento, que caracterizasse o resultado obtido naquela condição.

A tabela IV.1 apresenta um quadro geral das condições experimentais utilizadas no trabalho, com a localização, no texto, da microestrutura correspondente resultante.

Tabela IV.1 - Quadro geral das condições experimentais utilizadas.

Temp. (°C)	tempo (horas)	Cond.	M (Matriz)		C (Compósito)	
480	1	A	IV.4 (a)	IV.5 (a)	IV.6 (a)	IV.7 (a)
		D	IV.4 (b)	IV.5 (b)	IV.6 (b)	IV.7 (b)
	5	A	IV.8 (a)	IV.9 (a)	IV.10(a)	IV.11(a)
		D	IV.8 (b)	IV.9 (b)	IV.10(b)	IV.11(b)
	10	A	IV.12(a)	IV.13(a)	IV.14(a)	IV.15(a)
		D	IV.12(b)	IV.13(b)	IV.14(b)	IV.15(b)
510	1	A	IV.16(a)	IV.17(a)	IV.18(a)	IV.19(a)
		D	IV.16(b)	IV.17(b)	IV.18(b)	IV.19(b)
	5	A	IV.20(a)	IV.21(a)	IV.22(a)	IV.23(a)
		D	IV.20(b)	IV.21(b)	IV.22(b)	IV.23(b)
	10	A	IV.24(a)	IV.25(a)	IV.26(a)	IV.27(a)
		D	IV.24(b)	IV.25(b)	IV.26(b)	IV.27(b)

onde A: antes do tratamento;

D: após o tratamento;

e os números nos quadros indicam a figura correspondente no texto.

IV.2.1 TRATAMENTOS A MENOR TEMPERATURA (480°C)

IV.2.1 - 1 HORA DE TRATAMENTO:

Os resultados típicos obtidos por tratamento à 480°C, pelo tempo de 1 hora são apresentados nas figuras que se seguem.

A figura IV.4 mostra as microestruturas da matriz no estado como fundido e após tratamento. Em (a) se observa a microestrutura da matriz antes do tratamento e em (b) após homogeneização à 480°C por 1 hora. Uma forte coloração, com diferentes tonalidades, pode ser observada na estrutura como fundida; contornos dendríticos contendo a fase eutética são claramente identificáveis. Após o tratamento nota-se atenuação da diferença de coloração dentro das dendritas, indicando uma melhor distribuição do cobre. Nota-se também dissolução parcial dos contornos, os mais estreitos desaparecem e os mais grosseiros se tornam descontínuos; porém estes contornos não perderam sua forma original, podendo ser facilmente identificados.

Na figura IV.5 são apresentados os perfis de concentração do cobre obtidos na linha demarcada nas micrografias, antes e após o tratamento térmico. O perfil de cobre na matriz apresenta um aspecto senoidal típico, com valores máximos de cobre ocorrendo a distâncias da ordem de 25 - 30 μm . Pode-se observar que o perfil após o tratamento se mostra com menores variações, apresentando um aumento na composição média da liga. O efeito do tratamento à 480°C por 1 hora é já bastante sensível para a matriz.

As figuras seguintes apresentam os resultados obtidos para o compósito tratado nas mesmas condições.

Na figura IV.6 observa-se a microestrutura do compósito. Em (a), antes do tratamento e, em (b) após homogeneização à 480°C por 1 hora. Pode ser notada variação intensa de cores no compósito como fundido, indicando grande variação na composição de cobre na matriz entre fibras. Após tratamento, observa-se que as cores se tornam mais discretas, mostrando a redistribuição parcial do cobre na liga. Aparecem minúsculos glóbulos, identificados como CuAl_2 , espalhados por toda a estrutura do

compósito, sem nenhuma relação com o reforço.

Os perfis de microsegregação do cobre são mostrados na figura IV.7, em (a) antes do tratamento, e em (b) após tratamento. No compósito como fundido, pode ser observada uma variação irregular de cobre, algumas vezes com alguns máximos e mínimos (linhas 1 e 3), indicando a possível presença de braços dendríticos com espaçamento da ordem de 15 - 20 μm .

Uma outra linha de varredura (linha 2) indica reduzido teor de cobre no centro da região inter-fibras. Em todos os 3 casos, elevados teores de cobre estão presentes em regiões próximas às fibras.

Os perfis obtidos para o cobre no compósito como fundido são ainda sensivelmente distintos dos obtidos na matriz como fundida, sem reforço. Gradientes composicionais muito menos acentuados são observados no compósito.

O efeito do tratamento à 480°C por 1 hora na distribuição de cobre do compósito pode ser observado por comparação dos perfis apresentados na figura IV.7 (a) e (b). Os resultados mostram uma ligeira redistribuição do cobre associada a um pequeno aumento na composição média da liga.

Comparando as figuras IV.4 (a) e IV.6 (a) nota-se que a diferença de coloração ao longo de uma linha de dimensões da ordem de 30 μm é menor no compósito que na matriz; portanto as diferenças composicionais nesta dimensão são menores no compósito do que na matriz. Isto se deve provavelmente ao reduzido espaço inter-fibras, que barra o soluto durante a solidificação.

Comparando-se qualitativamente os perfis de cobre na matriz e no compósito após tratamento nas mesmas condições não é possível avaliar claramente a eficiência da homogeneização. Dados quantitativos serão apresentados em item posterior, que possibilitarão uma melhor avaliação.

IV.2.1.2 - 5 HORAS DE TRATAMENTO:

Na figura IV.8 (a) é mostrada a microestrutura da matriz no estado como fundido, e após homogeneização à 480°C por 5 horas em (b). Pode ser observada a redução da variação de coloração dentro das dendritas, indicando redistribuição do cobre com o tratamento térmico. Contornos dendríticos são ainda bastante distintos, embora tenham se tornado descontínuos, constituídos de pequenos glóbulos enfileirados.

Os resultados de microanálise correspondentes à estas microestruturas são apresentados na figura IV.9 (a) e (b). Na condição sem tratamento (figura IV.9 (a)) pode ser observado um perfil de distribuição de cobre típico para a estrutura dendrítica. Distâncias interdendríticas da ordem de 25 - 30 μm podem ser claramente observadas. Após tratamento à 480°C por 5 horas, a distribuição de cobre se apresenta atenuada, ainda apresentando alguns picos de alta composição. Há aumento da composição média de cobre na matriz α e incompleta dissolução da fase eutética.

Na figura IV.10 (a) é mostrado o resultado obtido para o compósito tratado nas mesmas condições. As microestruturas do compósito antes e após o tratamento de homogeneização são apresentadas em (a) e (b), respectivamente. No compósito como fundido podem ser notadas fortes variações de cores, com regiões de coloração vermelho intenso, correspondendo à regiões ricas em alumínio e, regiões de coloração verde (junto às fibras) correspondendo àquelas ricas em cobre. Na microestrutura após o tratamento se observa uma coloração mais homogênea e discreta, indicando redistribuição do cobre; nota-se também a presença da fase eutética de coloração verde-avermelhada, ainda ao redor das fibras do reforço.

Os perfis de microsegregação destas regiões são apresentados na figura IV.11: em (a), o perfil antes do tratamento e em (b) após homogeneização. Pode ser observado em (a) perfis com gradientes composicionais não muito acentuados, se comparados com os obtidos para estruturas dendríticas; novamente se nota o maior teor de cobre associado às interfaces fibra/matriz. Os perfis de concentração de cobre após tratamento à 480°C por 5 horas são observados na figura (b).

Pode-se notar perfis mais lineares, mostrando a redistribuição do cobre dentro da matriz. O pico observado na linha de varredura 2 pode

ser devido à presença de eutético junto à fibra situada aproximadamente no centro da linha analisada.

Pela simples observação das micrografias e perfis de concentração de cobre não é possível comparar a eficiência do tratamento à 480°C por 5 horas na distribuição deste elemento na matriz sem e com reforço. Em ambos os casos há redução de gradientes de composição, verificadas quer pela redução de gradientes de tonalidades, quer por redução de altura de picos nos gráficos concentração X distância.

Comparando-se as matrizes tratadas por 1 hora com aquelas tratadas por 5 horas (figuras IV.4 (b) e IV.8 (b)) não se observa grandes variações nas microestruturas da matriz tratada por 1 hora ou por 5 horas; apenas uma tendência à maior homogeneidade pode ser notada na matriz tratada pelo maior tempo; o mesmo é observado nos respectivos perfis de concentração do cobre (figuras IV.5 e IV.9).

Comparando o efeito do aumento do tempo de tratamento de 1 para 5 horas para o compósito, pode-se notar, através da comparação das microestruturas das figuras IV.6 (b) e IV.10 (b) e perfis de concentração de cobre das figuras IV.7 (b) e IV.11 (b), que o aumento do tempo levou à maior homogeneização da coloração da estrutura da matriz mas não à dissolução do eutético, que ainda é observado junto às fibras do reforço.

IV.2.1.3 - 10 HORAS DE TRATAMENTO:

Na figura IV.12 (a) é mostrada a microestrutura da matriz como fundida, enquanto em (b) se observa a mesma região após tratamento térmico à 480°C por 10 horas. Pode-se observar o quase total desaparecimento da morfologia dendrítica na estrutura tratada: uns poucos contornos descontínuos podem ser ainda notados (aqueles originalmente mais espessos); os menos espessos sofreram dissolução.

Os perfis de microsegregação do cobre para a região antes e após o tratamento são mostrados na figura IV.13 (a) e (b), respectivamente. Observa-se a redução na altura da maioria dos picos de cobre, indicando

uma dissolução da fase eutética e redistribuição do cobre na matriz, que apresenta agora uma distribuição de cobre quase linear.

Em IV.14 são apresentadas as microestruturas do compósito antes e após homogeneização a 480°C por 10 horas (em (a) e (b), respectivamente). Observa-se, por efeito do tratamento, a redução dos gradientes de cores nos espaçamentos inter-fibras, dando lugar à uma coloração homogênea em quase toda a estrutura. Parece haver dissolução parcial do eutético, porém este ainda está presente e sempre associado às fibras, com morfologia globularizada.

Os perfis de concentração de cobre correspondentes são apresentados na figura IV.15 (a) e (b). Nota-se uma distribuição mais uniforme do cobre, associado à um aumento na composição média da liga (devido à dissolução parcial do eutético), quando comparada com a estrutura do compósito no estado como fundido.

Comparando-se as microestruturas da matriz e do compósito antes e após os tratamentos, (figuras IV.12 e IV.14) observa-se acentuada atenuação dos gradientes de cor entre contornos dendríticos ainda visíveis na matriz e entre fibras no compósito. Observa-se o desaparecimento quase total da fase eutética na matriz, enquanto no compósito esta aparece mais nítida após tratamento térmico, tendo sofrido globularização. Neste último caso, o eutético parece tender a não envolver totalmente as fibras, mas sim permanecer como partículas globulares entre fibras vizinhas.

Comparando-se os perfis de concentração do cobre na matriz e no compósito tratados a 480°C por 10 horas (figuras IV.13 (b) e IV.15 (b)), pode-se notar uma redistribuição de cobre mais eficiente (perfil mais plano) com o tratamento na matriz do que no compósito.

Comparando-se as microestruturas das matrizes tratadas por 1, 5 e 10 horas (figuras IV.4 (b), IV.8 (b) e IV.12(b), respectivamente), se observa que as microestruturas se apresentam mais homogêneas com o aumento do tempo de tratamento. A coloração da matriz se tornou mais uniforme e houve uma maior dissolução do eutético, como se comprova nos perfis de concentração de cobre (figuras IV.5 (b), IV.9 (b) e IV.13(b)).

Comparando-se as microestruturas dos compósitos tratados nos três tempos (1, 5 e 10 horas, representados nas figuras IV.6 (b), IV.10 (b) e IV.14 (b), respectivamente), observa-se que o aumento do tempo de tratamento leva à redução dos gradientes de cores no interior da liga, já bem homogênea após tratamento por 5 horas. A observação dos gradientes composicionais obtidos por microanálise indicam um aumento da homogeneização com o tempo de tratamento, embora não tão drástico quanto o observado para a matriz sem reforço tratada nas mesmas condições. Pode-se observar ainda que o aumento do tempo de tratamento levou à globularização de eutéticos não dissolvidos presentes ao redor de fibras do reforço.

IV.2.2 TRATAMENTOS À MAIOR TEMPERATURA (510°C)

IV.2.2.1 - 1 HORA DE TRATAMENTO

Resultados típicos obtidos por tratamentos de matrizes e compósitos à temperatura de 510°C pelo tempo de 1 hora são apresentados nas figuras que se seguem.

Na figura IV.16 podem ser observadas as microestruturas da matriz como fundida (a) e homogeneizada à 510°C por 1 hora (b). Nota-se a eliminação das regiões ricas em alumínio (no centro das dendritas, com coloração escura na figura IV.16 (a)), dando lugar à uma estrutura de coloração mais homogênea; nota-se também a dissolução parcial dos contornos dendríticos.

Os perfis de concentração do cobre obtidos nas duas condições são apresentados na figura IV.17 (a) e (b). Pode-se observar que o perfil de cobre se apresenta quase linear após o tratamento térmico, tendo ocorrido significativa redução na altura dos picos de concentração de cobre.

O efeito do tratamento térmico à 510°C por 1 hora na microestrutura do compósito pode ser observado na figura IV.18. Em (a) é apresentada a microestrutura do compósito como fundido e em (b) após o tratamento, onde pode ser notado a redução de gradientes de coloração na liga entre as fibras do reforço. As regiões escuras, indicativas de reduzido teor de cobre, presentes entre fibras no compósito fundido, desapareceram quase que totalmente com o tratamento térmico. Nota-se ainda na amostra tratada, a presença de pequenos glóbulos de CuAl_2 espalhados por toda o material.

Os perfis de concentração do cobre no compósito são apresentados na figura IV.19 (a) e (b) (antes e após homogeneização, respectivamente). Após o tratamento, nota-se um aumento na composição média da liga, devido à redistribuição do cobre, provavelmente difusão a partir de regiões próximas à superfície das fibras, em direção ao centro das regiões inter-fibras.

Comparando-se os efeitos do tratamento na microestrutura da matriz e do compósito (figuras IV.16 e IV.18), observa-se em ambos os materiais um sensível aumento na homogeneidade da coloração da liga. A comparação dos perfis de concentração de cobre na matriz e no compósito, apresentados nas figuras IV.17 e IV.19, respectivamente, leva à supor uma homogeneização mais eficiente na matriz.

O efeito da temperatura de tratamento na matriz pode ser comparado através das figuras IV.4 e IV.16. Na matriz tratada à maior temperatura (510°C), houve uma maior dissolução dos contornos e maior homogeneidade de coloração da estrutura, sugerindo que a homogeneização foi mais eficiente à maior temperatura. Na observação dos perfis de concentração de cobre (figuras IV.5 e IV.17), nota-se maior redução na altura dos picos de cobre e aumento na composição média da liga para a matriz tratada à maior temperatura, também sugerindo maior eficiência da homogeneização à temperatura mais alta.

Comparando-se as microestruturas do compósito tratadas por 1 hora à 480°C e 510°C apresentadas nas figuras IV.6 e IV.18, respectivamente, observa-se que o tratamento à maior temperatura provocou uma distribuição mais homogênea de cores, podendo sugerir que o tratamento de homogeneização foi mais eficiente à temperatura mais alta. Observa-se

ainda que, com o aumento da temperatura, houve diminuição na porcentagem de glóbulos de CuAl_2 entre as fibras, que podem ter sido dissolvidos com o aumento da temperatura.

Nos respectivos perfis de concentração de cobre (figuras IV.7 e IV.19) observa-se um maior aumento na composição média da liga no compósito tratado à maior temperatura, provavelmente devido à dissolução parcial do eutético.

Comparando-se as microestruturas da matriz e do compósito antes e após tratamentos à 510°C por 1 hora, apresentados nas figuras IV.16 e IV.18, nota-se na matriz acentuada atenuação de gradientes de cor entre contornos dendríticos, que ainda podem ser distinguidos, e entre fibras no compósito. Observa-se, ainda, o quase total desaparecimento da fase eutética CuAl_2 na matriz, enquanto no compósito esta fase se precipitou formando pequenos glóbulos.

Comparando-se os perfis de concentração de cobre na matriz e compósito tratados à 510°C por 1 hora apresentados nas figuras IV.17 e IV.19, pode-se notar um perfil mais plano na matriz do que no compósito.

IV.2.2.2 - 5 HORAS DE TRATAMENTO

A figura IV.20 apresenta as microestruturas da matriz no estado como fundido e após homogeneização à 510°C por 5 horas. Pode-se observar o total desaparecimento da morfologia dendrítica na estrutura tratada. Observa-se dissolução dos contornos e uniformização da coloração, persistindo ainda alguns glóbulos da fase eutética.

Os perfis de concentração de cobre antes e após o tratamento são vistos na figura IV.21 (a) e (b), respectivamente. Após o tratamento, observa-se um perfil quase linear, indicando a dissolução da fase eutética e redistribuição do cobre na matriz. Houve dissolução dos picos de eutético e aumento na composição média da liga.

Na figura IV.22 é apresentada a microestrutura do compósito

antes e após o tratamento térmico à 510°C por 5 horas, em (a) e (b), respectivamente. Observa-se no compósito como fundido fortes variações de cores, com regiões de coloração vermelho intenso, correspondendo à regiões ricas em alumínio e regiões de coloração verde (junto às fibras), correspondendo àquelas ricas em cobre. Na microestrutura após o tratamento se observa uma coloração mais homogênea e discreta, indicando redistribuição do cobre. Nota-se também a precipitação de pequenos glóbulos do eutético em regiões entre-fibras do reforço, além do aparecimento de uma coloração rosa-avermelhada no compósito após o tratamento, tendo sido observado a presença de ferro entre os elementos.

Os perfis de microsegregação destas regiões são apresentados na figura IV.23: em (a), antes do tratamento e em (b) após homogeneização. Estes perfis, que não apresentavam grandes gradientes composicionais, após o tratamento se apresentam com menores variações, podendo sugerir uma redistribuição de cobre mais eficiente; isto associado à um aumento na composição média da liga. Novamente nota-se maior teor de cobre associado à interface fibra/matriz.

Comparando-se os efeitos dos tratamentos na microestrutura da matriz e do compósito (figuras IV.20 e IV.22), observa-se que a matriz apresenta menores gradientes de coloração, podendo sugerir uma distribuição de cobre mais uniforme.

Observando-se os perfis de concentração de cobre (figuras IV.21 e IV.23), nota-se perfis bastante lineares em ambos os materiais, matriz e compósito, após tratamento; porém a composição média do compósito é mais próxima da composição nominal da liga, podendo sugerir redistribuição do cobre mais eficiente no compósito.

O efeito da temperatura de tratamento na homogeneização de matrizes tratadas por 5 horas à 480°C e 510°C pode ser comparado através das figuras IV.8 e IV.20, onde observa-se distribuição mais homogênea de cores e maior dissolução de contornos nas amostras tratadas à maior temperatura, que desaparecem quase totalmente, restando apenas alguns glóbulos de eutético.

Comparando-se os perfis de concentração de cobre destas matrizes (figuras IV.9 e IV.21), observa-se um perfil de cobre mais linear na matriz tratada à maior temperatura (510°C), podendo indicar redistribuição do cobre mais eficiente.

Com o aumento da temperatura de tratamento nos compósitos (comparar figuras IV.10 e IV.22), observa-se maiores gradientes de coloração e o aparecimento de inúmeros glóbulos associados às fibras, além do aparecimento de uma coloração avermelhada, sugerindo a presença de algum óxido de ferro na microestrutura tratada à maior temperatura.

Comparando-se os perfis de distribuição do cobre nas amostras do compósito tratadas às duas diferentes temperaturas e apresentados nas figuras IV.11 e IV.23, observa-se perfis mais uniformes (com menores gradientes) no compósito tratado à menor temperatura; no entanto, o compósito tratado à menor temperatura apresenta um maior valor de composição média de cobre, sugerindo maior dissolução da fase eutética.

IV.2.2.3 - 10 HORAS DE TRATAMENTO

Os resultados obtidos para tratamento à 510°C por 10 horas são apresentados nas figuras IV.24 à IV.27.

Na figura IV.24 (a) é mostrada a microestrutura da matriz como fundida e em (b) e após tratamento por 10 horas à 510°C. Nota-se que houve homogeneização das regiões ricas em alumínio anteriormente presentes no centro das dendritas indicado pela diminuição no gradiente de coloração presente na matriz. Observa-se também um engrossamento dos contornos, que tendem a se globularizar, e a precipitação de inúmeros glóbulos de CuAl_2 no interior das dendritas, provavelmente formados devido à precipitação do cobre que estava dissolvido na estrutura.

Nos perfis de microsegregação referentes às duas condições (apresentados na figura IV.25(a) e (b)), observa-se redução nos gradientes da concentração de cobre na matriz com o tratamento; picos de concentração de cobre ainda se mantêm. Nota-se também que a composição média da liga apresenta um valor baixo, podendo sugerir redistribuição incompleta do cobre na matriz.

Em IV.26 se observa a microestrutura do compósito como fundido (a) e após tratamento (b). A microestrutura como fundida apresenta regiões de maior concentração de alumínio no centro da região

inter-fibras, de coloração mais escura, e eutético junto às fibras, unindo-as. Após o tratamento, observa-se o desaparecimento das regiões ricas em alumínio e a redução de gradientes de coloração, porém houve o aparecimento de grande número de glóbulos de CuAl_2 , concentrados principalmente em regiões onde as fibras estavam mais agrupadas. Isto possivelmente ocorreu porque as fibras barraram a distribuição do cobre dentro da liga.

Os perfis de concentração de cobre correspondentes são apresentados na figura IV.27 (a) no estado como fundido e em (b) após tratamento térmico. Nota-se uma redistribuição do cobre, associada à um aumento na composição média da liga, provavelmente devida à dissolução parcial do eutético na estrutura tratada, quando comparada com a estrutura do compósito no estado como fundido. O pico observado na liga de varredura 3 após o tratamento pode ser devido à presença do eutético junto à fibra.

Comparando-se as microestruturas da matriz e do compósito antes e após os tratamentos à 510°C por 10 horas (figuras IV.24 e IV.26, respectivamente), observa-se em ambos os casos o aparecimento de glóbulos de CuAl_2 , de dimensões ligeiramente maiores no compósito, sendo, porém, mais numerosos na matriz. A coloração parece semelhante em ambos os casos.

Comparando-se os perfis de concentração da matriz e do compósito após tratamento térmico (figuras IV.25 (b) e IV.27 (b), respectivamente), observa-se que o compósito apresenta um perfil com menores gradientes do que a matriz. Nota-se ainda que, no compósito há um aumento na composição média da liga, que porém ainda está abaixo de sua composição nominal (5,69%); isto se deve, provavelmente, à grande quantidade de cobre que ficou retida nos glóbulos sob a forma de CuAl_2 .

Comparando-se as microestruturas das matrizes tratadas à maior temperatura (510°C) por 1, 5 e 10 horas apresentadas nas figuras IV.16, IV.20 e IV.24, respectivamente, observa-se que o aumento do tempo de tratamento de 1 para 5 horas provoca uma maior homogeneização da estrutura; entretanto o aumento do tempo para 10 horas leva à precipitação de inúmeros glóbulos espalhados pela estrutura e ao arredondamento dos contornos dendríticos sobreviventes.

Isto se comprova ao observarmos os perfis de concentração do cobre, apresentados nas figuras IV.17, IV.21 e IV.25; observa-se um perfil com maiores gradientes de composição na amostra tratada por 10 horas; menores gradientes são observados na matriz tratada por 5 horas.

Comparando-se as microestruturas dos compósitos tratados à 510°C por tempos de 1, 5 e 10 horas e apresentados nas figura IV.18, IV.22 e IV.26, respectivamente, observa-se que o aumento do tempo de tratamento provoca o aparecimento de inúmeros glóbulos de CuAl_2 no espaço inter-fibras e a globularização do eutético presente na interface fibra/matriz da liga.

Comparando-se os perfis de concentração de cobre nas amostras de compósito tratadas à 510°C por diferentes tempos e apresentadas nas figuras IV.19, IV.23 e IV.27), observa-se menores gradientes de composição no compósito tratado por maior tempo, que apresenta, porém, menor valor da composição média na liga, podendo indicar redistribuição incompleta do cobre presente nos contornos e maior quantidade de cobre consumido na precipitação de CuAl_2 nas regiões inter-fibras.

Comparando-se as microestruturas das matrizes tratadas por 10 horas à 480°C e à 510°C apresentadas nas figuras IV.12 (b) e IV.24 (b), respectivamente, observa-se dissolução parcial dos contornos nas amostras tratadas à menor temperatura (480°C), enquanto na matriz tratada à maior temperatura (510°C) observa-se arredondamento de contornos sobreviventes e precipitação de inúmeras pequenas partículas de CuAl_2 por toda a matriz.

Comparando-se os perfis de concentração do cobre na matriz após tratamento por 10 horas à 480°C e 510°C apresentados nas figuras IV.12 (b) e IV.26 (b), respectivamente, observa-se menores gradientes de composição e maior redução na altura dos picos de concentração de cobre na matriz tratada à 480°C, podendo sugerir maior eficiência da homogeneização neste caso.

Comparando-se as microestruturas dos compósitos tratados por 10 horas à 480°C e 510°C apresentados nas figuras IV.14 (b) e IV.26 (b), respectivamente, observa-se que o compósito tratado à 480°C apresenta

menor quantidade de partículas de CuAl_2 precipitadas nas regiões inter-fibras. Estas partículas são ainda de menores dimensões que aquelas encontradas no compósito tratado à 510°C por 10 horas. Observando-se os perfis de concentração referentes à estas amostras e apresentados nas figuras IV.15 e IV.27, nota-se menores gradientes de composição na matriz tratada à menor temperatura (480°C), que também apresenta maior valor de composição média, podendo sugerir redistribuição mais eficiente do cobre na estrutura.

IV.3 RESULTADOS QUANTITATIVOS DOS TRATAMENTOS

Os resultados quantitativos obtidos, relacionados com a microsegregação do elemento cobre na liga utilizada neste trabalho, são apresentados a seguir.

Valores máximos e mínimos do teor deste elemento na matriz sem reforço e no compósito, no estado como fundido e tratado nas condições explicitadas no capítulo III, foram utilizados para os cálculos de Índice de Microsegregação (I_S) e de Índice de Microsegregação Residual (δ_i), para avaliação do efeito dos tratamentos efetuados na sua redistribuição na liga estudada. Estes índices foram calculados segundo as equações 17 e 23, apresentadas no capítulo II.

$$I_S = \frac{C_M}{C_m}$$

$$\delta_i = \frac{C_M - C_m}{C_M^0 - C_m^0}$$

onde: C_M^0 é a concentração máxima de cobre na liga antes do tratamento;

C_m^0 é a concentração mínima deste elemento antes do tratamento;

C_M é a concentração máxima após tratamento;

C_m é a concentração mínima após tratamento;

I_S^0 é o Índice de Segregação no material como fundido;

I_S é o Índice de Segregação no material após tratamento e

δ_i é o Índice de Microsegregação Residual.

A tabela IV.1 apresenta os valores das concentrações máxima e mínima de cobre antes e depois dos tratamentos, os respectivos índices de Microsegregação e Índices de Microsegregação Residual para as

matrizes sem reforço, para as várias amostras tratadas nas diversas condições.

Tabela IV.1 - Resultados quantitativos de microanálises na matriz, em função das condições de tratamento.

T(°C)	t(h)	Amostra	C _M ^o	C _m ^o	C _M	C _m	I _s ^o	I _s	δ _i
480	1	1	27,46	1,78	8,67	3,87	15,42	2,24	0,19
		2	12,15	1,38	6,19	3,97	8,78	1,56	0,21
		3	14,34	1,43	10,98	4,00	10,03	2,75	0,54 (0,31)
	5	1	12,49	1,45	6,86	4,02	8,62	1,71	0,26
		2	23,45	0,98	10,68	3,74	23,84	2,86	0,31
		3	33,97	0,78	7,33	3,61	43,36	2,03	0,11 (0,23)
	10	1	20,70	2,14	12,97	2,92	9,66	4,44	0,54
		2	26,48	1,22	6,09	3,62	21,63	1,68	0,01
		3	9,29	1,35	4,60	3,87	6,88	1,19	0,09 (0,21)
510	1	1	27,76	0,90	6,91	4,33	33,08	1,60	0,09
		2	5,60	1,49	5,13	3,84	3,75	1,33	0,31
		3	34,14	1,13	7,75	4,96	30,20	1,56	0,09 (0,16)
	5	1	26,45	1,55	4,64	4,04	17,01	1,15	0,02
		2	7,88	1,62	6,10	4,33	4,87	1,41	0,28 (0,15)
	10	1	30,67	1,35	16,79	1,32	22,76	12,69	0,53
		2	37,02	1,09	39,00	1,50	34,08	25,97	1,04
		5	8,57	2,05	3,90	1,97	4,19	1,98	0,30 (0,62)

Observação: os valores entre parênteses representam a média dos três valores que os precedem.

A análise dos valores apresentados na tabela IV.1 revela, em primeiro lugar, significativa variação nos valores de C_M^0 , desde um mínimo de 5,60% Cu até um máximo de 37,02% Cu. Esta variação se deve à presença ou não do eutético nos pontos analisados na linha de varredura escolhida. Quando a fase eutética é atingida, altos valores de cobre são detetados. Uma análise mais adequada dos resultados pode ser feita pela observação de todos os dados obtidos para uma determinada condição, isto é, considerando as três amostras tratadas nesta condição.

Assim, pode-se observar, de maneira geral, que o efeito dos tratamentos térmicos efetuados na matriz reduziu o valor de C_M para ordens de grandeza de 6 - 10% Cu nas amostras tratadas à 480°C e de 4 - 7% Cu nas amostras tratadas à 510°C (excetuando o maior tempo de tratamento à maior temperatura, onde, conforme observado nas micrografias apresentadas anteriormente, houve precipitação da fase $CuAl_2$, prejudicando a homogeneização).

Os valores de C_m aumentaram, de maneira geral, de uma ordem de grandeza de 1 - 2% Cu nas amostras sem tratamento, para valores de 3 - 4% Cu no material tratado a 480°C e 4 - 5% Cu quando tratado a 510°C (novamente excetuando-se o particular resultado obtido para tratamento a 510°C por 10 horas).

Os índices de Microsegregação Residual, que refletem a eficiência do tratamento de homogeneização, são apresentados na última coluna da tabela. Pode-se observar a redução do índice, (indicando aumento da eficiência do tratamento de homogeneização) com o aumento do tempo de tratamento, para ambas as temperaturas utilizadas (exceto para o caso do maior tempo à maior temperatura). Ainda pode ser observado que os menores valores de δ_1 são obtidos para tratamentos à maior temperatura: a eficiência da homogeneização a 510°C por 1 hora é mesmo superior aquela obtida a 480°C por 10 horas.

A menor temperatura (480°C) observa-se que houve uma diminuição no valor do Índice de Microsegregação Residual, como esperado.

A maior temperatura (510°C), o índice de Microsegregação Residual diminui com o tempo de homogeneização, atingindo o valor mínimo em 5 horas de tratamento; depois apresenta uma elevação. Estas observações concordam com as microestruturas e perfis de concentração apresentados nas figuras IV.24 e IV.25, onde se observa a precipitação da fase $CuAl_2$, a partir do cobre em solução, ocasionando uma pior redistribuição deste elemento.

A tabela IV.2 apresenta os valores das concentrações máxima e mínima de cobre antes e após os tratamentos, os respectivos Índices de Segregação e Índices de Microsegregação Residual para os compósitos, tratados nas diversas condições.

A observação dos dados da tabela IV.2 revela reduzidos gradientes composicionais no compósito como fundido (C_H^0 e C_m^0), quando comparados com os gradientes da matriz sem reforço, também no mesmo estado.

Os valores máximos do teor de cobre para os compósitos ficam em torno de 6 - 8% Cu (a não ser em casos onde fases eutéticas são atingidas pelo feixe de Raios-X da microanálise), bem menores que os observados para a liga sem reforço. Os valores mínimos (C_m^0) na situação sem tratamento são, por outro lado, superiores nos compósitos quando comparados às matrizes. Gradientes composicionais na condição inicial são, portanto, superiores nas matrizes.

Após tratamento, os compósitos apresentam valores de composição máxima e mínima apenas levemente superiores aos valores máximos e mínimos da condição inicial, para qualquer tempo de tratamento à 480°C. Este fato se reflete nos valores semelhantes de I_S^0 e I_S , a maioria em torno de 1,00 a 2,00.

Os valores de Índice de Microsegregação Residual obtidos são também elevados, indicando inferior efeito de homogeneização nos compósitos, quando comparados com a matriz.

Pode-se observar que o aumento do tempo de tratamento à 480°C não leva à uma significativa redução do Índice de Microsegregação Residual, o qual varia de 0,70 para 1 hora de tratamento, para 0,60 após 5 horas e novamente se situa a 0,70 para 10 horas de tratamento.

O aumento da temperatura de tratamento, para 510°C, leva, de um modo geral, à obtenção de C_H e C_m superiores aos obtidos a 480°C.

Os Índices de Microsegregação Residual obtidos nos compósitos tratados a 510°C são também, de modo geral, superiores aos obtidos para a menor temperatura de tratamento, indicando pior redistribuição do cobre no primeiro caso.

Tabela IV.2 - Resultados quantitativos de microanálises no compósito.

T(°C)	t(h)	Amostra	C _H ^o	C _m ^o	C _H	C _m	I _s ^o	I _s	δ _i
480	1	1 L1	3,86	2,94	4,59	3,08	1,31	1,49	1,68
		L2	4,32	1,91	4,73	3,93	2,26	1,14	0,33
		L3	3,76	2,55	4,45	3,57	1,47	1,25	0,73 (0,91)
		2 L1	3,30	2,17	4,25	3,27	1,52	1,30	0,85
		L2	4,29	3,13	4,36	2,87	1,37	1,51	1,27
		L3	4,36	0,90	4,15	3,33	4,86	1,25	0,24 (0,79)
		3 L1	4,48	2,04	3,91	3,30	2,19	1,18	0,25
		L2	3,74	2,31	4,07	3,34	1,62	1,22	0,51
		L3	6,27	2,02	4,88	3,06	3,10	1,60	0,43 (0,40)
	5	1 L1	4,15	1,23	3,89	1,94	3,36	2,00	0,67
		L2	4,08	1,72	4,31	2,88	2,37	1,50	0,60
		L3	3,83	2,30	4,38	3,06	1,67	1,43	0,86 (0,71)
		2 L1	3,35	1,12	3,97	3,27	2,97	1,21	0,31
		L2	8,21	3,10	9,85	3,42	2,65	2,88	1,26
		L3	10,15	2,88	4,37	4,05	3,52	1,08	0,04 (0,54)
		3 L1	3,58	2,03	4,45	3,82	1,77	1,17	0,41
		L2	4,38	2,56	4,51	3,00	1,71	1,50	0,83
		L3	4,83	2,45	4,95	3,96	1,97	1,25	0,42 (0,55)
	10	1 L1	3,01	1,20	4,20	3,44	2,50	1,22	0,43
		L2	6,63	2,45	5,34	3,70	5,10	1,30	0,39
		L3	10,14	1,99	4,59	3,53	2,70	1,44	0,13 (0,32)
		2 L1	4,18	2,11	5,11	3,63	1,98	1,41	0,71
		L2	3,27	1,56	4,89	3,68	2,09	1,33	0,71
		L3	4,76	2,12	5,76	3,49	2,25	1,65	0,82 (0,75)
3 L1		3,85	2,52	4,73	3,11	1,53	1,52	1,22	
L2		3,65	2,63	4,51	3,17	1,39	1,42	1,32	
L3		21,30	1,23	13,94	3,31	17,37	4,21	0,53 (1,02)	

Tabela IV.2 - (continuação)

T(-C)	t(h)	Amostra	C _M ⁰	C _m ⁰	C _M	C _m	I _e ⁰	I _e	δ _i
510	1	1 L1	3,63	1,61	5,81	3,52	2,25	1,65	1,13
		L2	3,71	1,61	5,47	4,74	2,31	1,15	0,35
		L3	3,86	2,29	6,79	4,59	1,69	1,48	1,40 (0,96)
		2 L1	4,01	2,57	5,75	4,30	1,56	1,37	1,01
		L2	4,12	2,83	5,21	4,32	1,46	1,21	0,69
		L3	5,20	2,56	5,58	3,91	2,03	1,43	0,63
		L4	3,90	2,89	7,08	3,88	1,35	1,82	3,16 (1,37)
		3 L1	4,34	2,04	4,94	4,36	2,13	1,14	0,25
		L2	3,90	2,46	6,86	4,75	1,58	1,44	1,46
		L3	8,87	3,28	5,64	4,27	2,70	1,32	0,25
		L4	4,02	2,89	5,22	3,72	1,39	1,40	1,32 (0,82)
		5 L1	5,93	1,96	6,20	4,97	3,02	1,25	0,31
	L2	4,03	1,96	32,20	5,82	2,06	5,54	12,72	
	L3	4,31	0,78	36,97	4,88	5,53	7,57	9,08 (7,37)	
	2 L1	5,10	3,46	6,15	5,17	1,47	1,19	0,60	
	L2	4,05	2,25	6,11	4,50	1,80	1,36	0,90	
	L3	4,50	3,41	6,19	4,72	1,32	1,31	1,34 (0,95)	
	10 L1	4,60	0,63	2,84	2,29	7,31	1,24	0,14	
	L2	4,51	2,07	2,89	1,45	2,18	1,99	0,59	
	L3	26,69	1,86	36,50	1,16	14,37	31,57	1,42 (0,72)	
	2 L1	2,96	1,83	3,94	3,22	1,62	1,22	0,64	
	L2	4,96	1,45	3,70	2,88	3,43	1,28	0,23	
	L3	3,10	1,69	15,72	2,69	1,83	5,83	9,25 (3,37)	
	3 L1	5,34	2,23	8,21	3,91	2,40	2,10	1,38	
L2	3,69	2,81	4,64	3,39	1,31	1,37	1,43		
L3	3,24	2,02	4,30	2,54	1,61	1,70	1,44 (1,42)		

Observação: os valores entre parênteses representam a média para a determinada amostra.

Estes altos índices observados, com valores maiores do que 1,00, no caso do compósito tratado a 510°C por diferentes tempos, indicando o aumento do gradiente composicional no material após tratamento, pode ser explicado pela significativa precipitação da fase CuAl_2 na matriz entre fibras, conforme observado nas microestruturas apresentadas anteriormente.

A tabela IV.3 apresenta as médias dos valores dos Índices de Microsegregação Residual para a matriz, enquanto a tabela IV.4 apresenta a média dos valores dos Índices de Microsegregação Residual para o compósito, para as diferentes condições analisadas.

Tabela IV.3 - Valores médios dos Índices de Microsegregação Residual para a matriz.

T (°C)	tempo (horas)		
	1	5	10
480	0,31	0,23	0,21
510	0,16	0,15	0,62

Tabela IV.4 - Valores médios dos Índices de Microsegregação Residual para o compósito.

T (°C)	tempo (horas)		
	1	5	10
480	0,70	0,60	0,70
510	1,05	4,16	1,84

Estes valores foram graficados e são apresentados nas figuras IV.28 e IV.29.

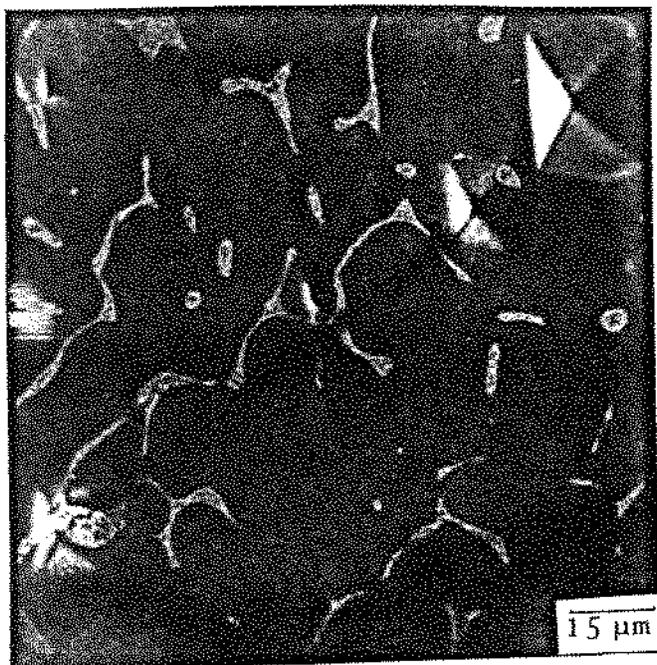
Em IV.28, observa-se a variação do índice de Microsegregação Residual médio em função das condições de tratamento para a matriz. Nos tratamentos efetuados a 480°C observa-se um ligeiro decaimento no valor do índice no início do tratamento. A derivada da curva diminui com o aumento de tempo de tratamento, podendo indicar menores taxas de homogeneização nos estágios finais de tratamento. Nos tratamentos efetuados a 510°C, a curva apresenta nos estágios iniciais derivada levemente superior à observada a 480°C para os mesmos tempos.

Os valores para δ_1 médio obtidos para o compósito são apresentados na figura IV.29. A 480°C observa-se um ligeiro decaimento nos estágios iniciais do tratamento, atingindo um mínimo em 5 horas de tratamento, seguido de ligeiro aumento. Um aumento inesperado no δ_1 é observado para o maior tempo de tratamento à 510°C.

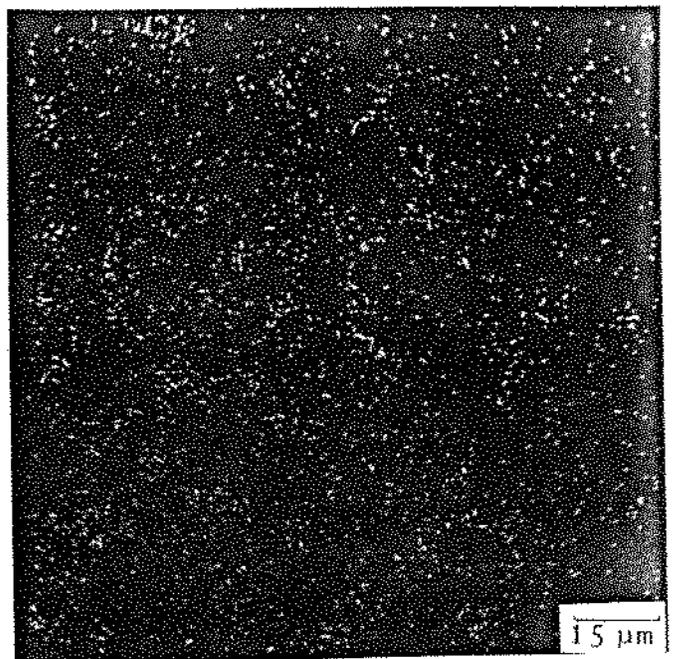
Pode-se considerar constante o valor de δ_1 com o tempo de tratamento de 1 a 10 horas, a 480°C. À maior temperatura (510°C), observou-se irregularidade no comportamento dos índices, cujos valores foram sempre superiores à 1,00, indicando efeito contrário à esperada homogeneização da distribuição do cobre na matriz do compósito.



(a)

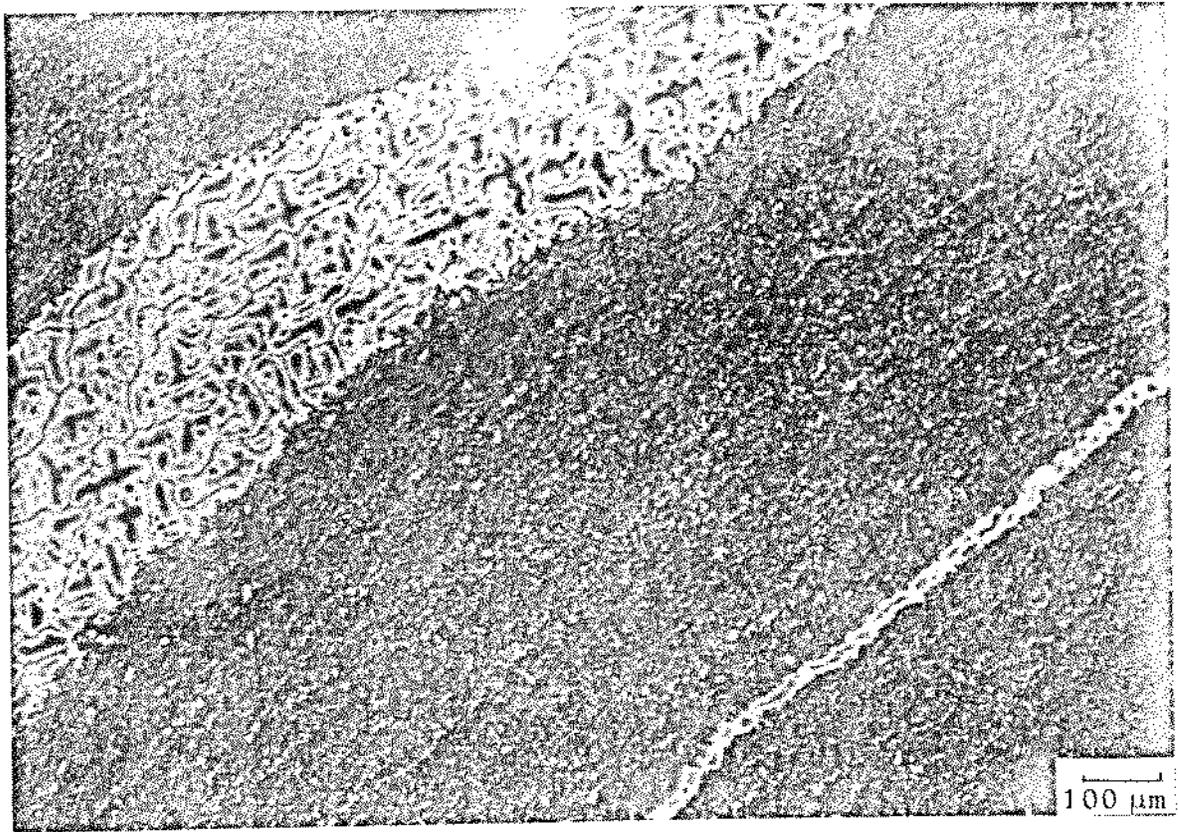


(b1)



(b2)

Figura IV.1 - Microestruturas da matriz Al-5,7% Cu como fundida:
(a) imagem obtida em microscópio ótico;
(b1) imagem obtida no MEV, por elétrons secundários;
(b2) imagem obtida no MEV, por Raio-X do Cobre na mesma região.



(a)

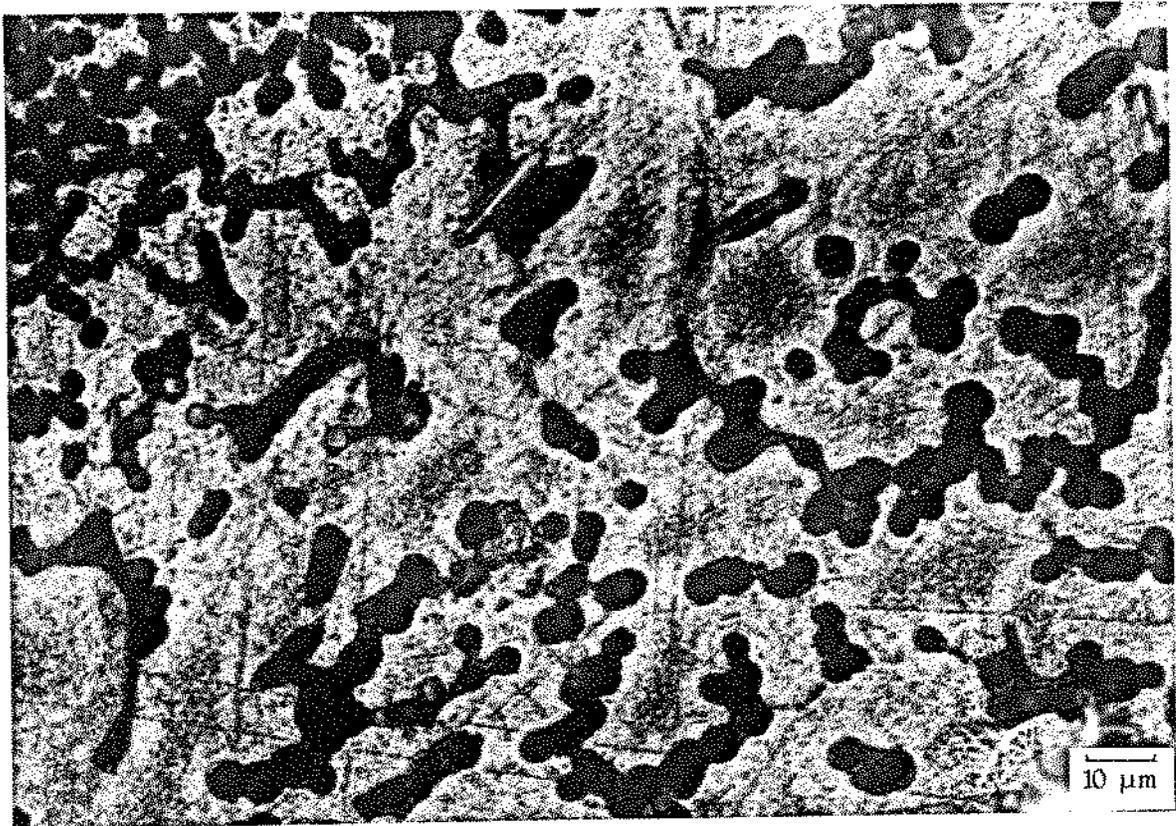


(b)

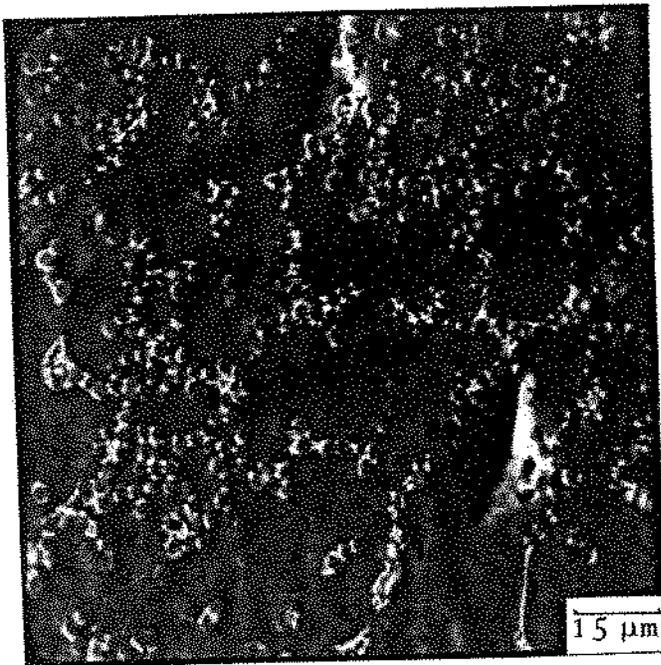
Figura IV.2 - Microestruturas do compósito Al-5,7% Cu + 30% vol Al_2O_3 no estado como fundido, mostrando:

(a) distribuição irregular de fibras - "rios" de liga sem reforço;

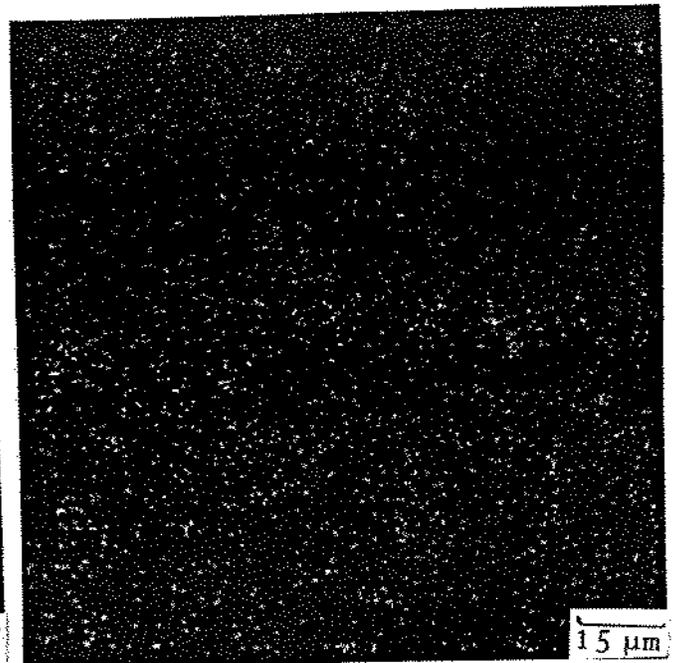
(b) estrutura típica de região reforçada.



(a)

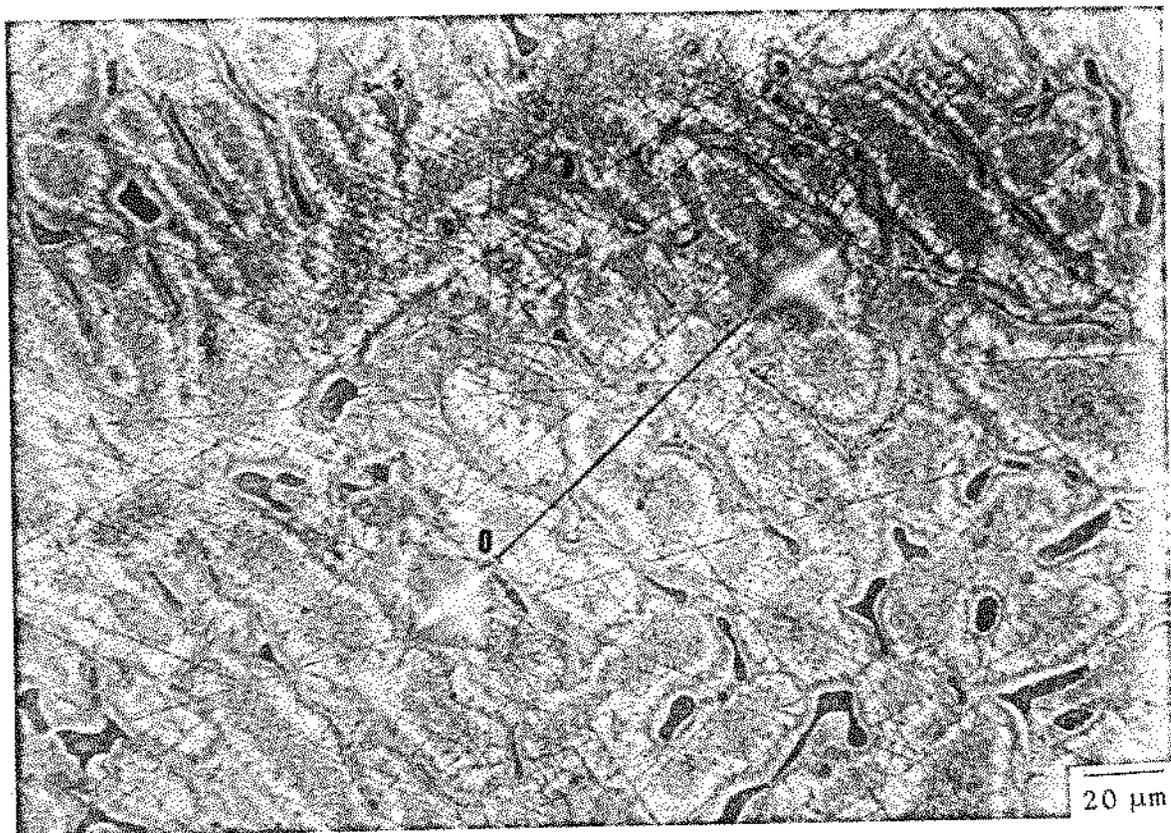


(b1)

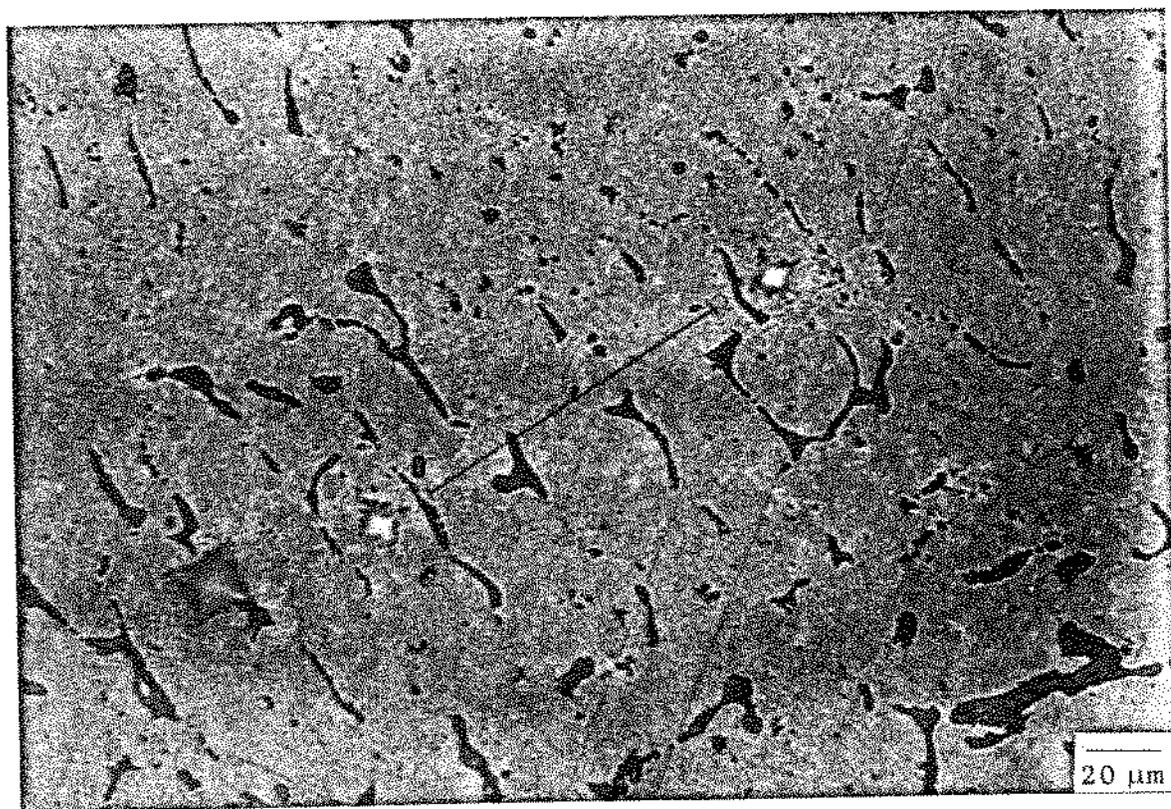


(b2)

Figura IV.3 - Microestruturas do compósito Al-5,7% Cu + 30% vol Al_2O_3 no estado como fundido:
 (a) imagem obtida no microscópio ótico;
 (b1) imagem obtida no MEV, por elétrons secundários;
 (b2) imagem obtida no MEV, por Raio-X do cobre na mesma região.

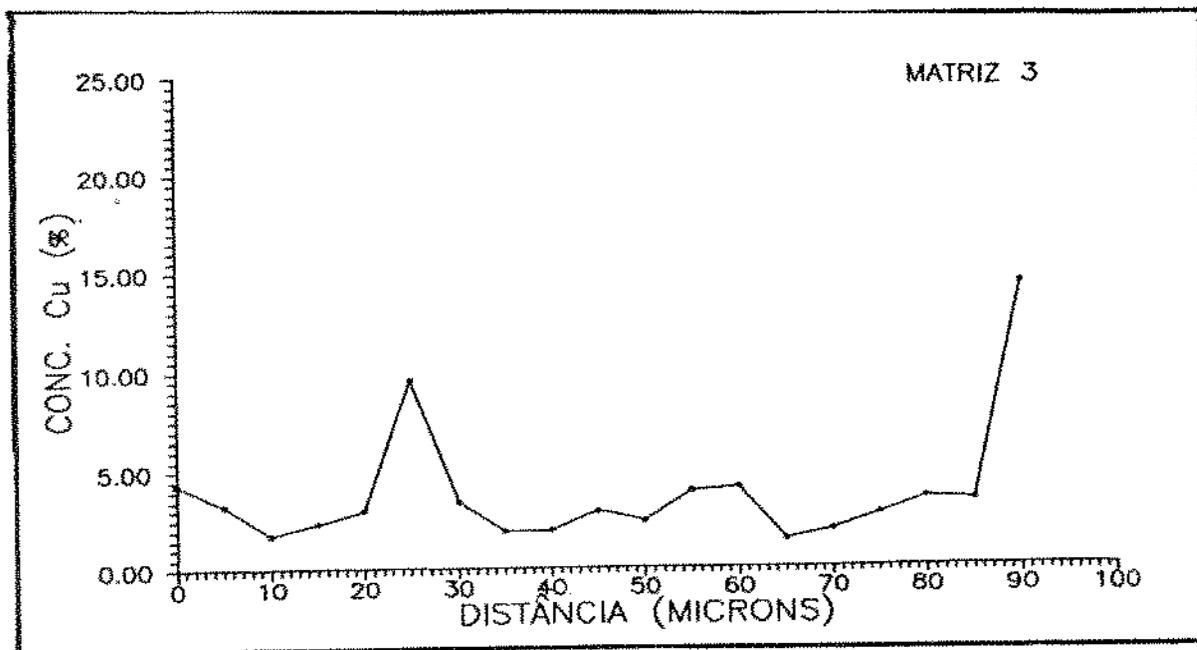


(a)

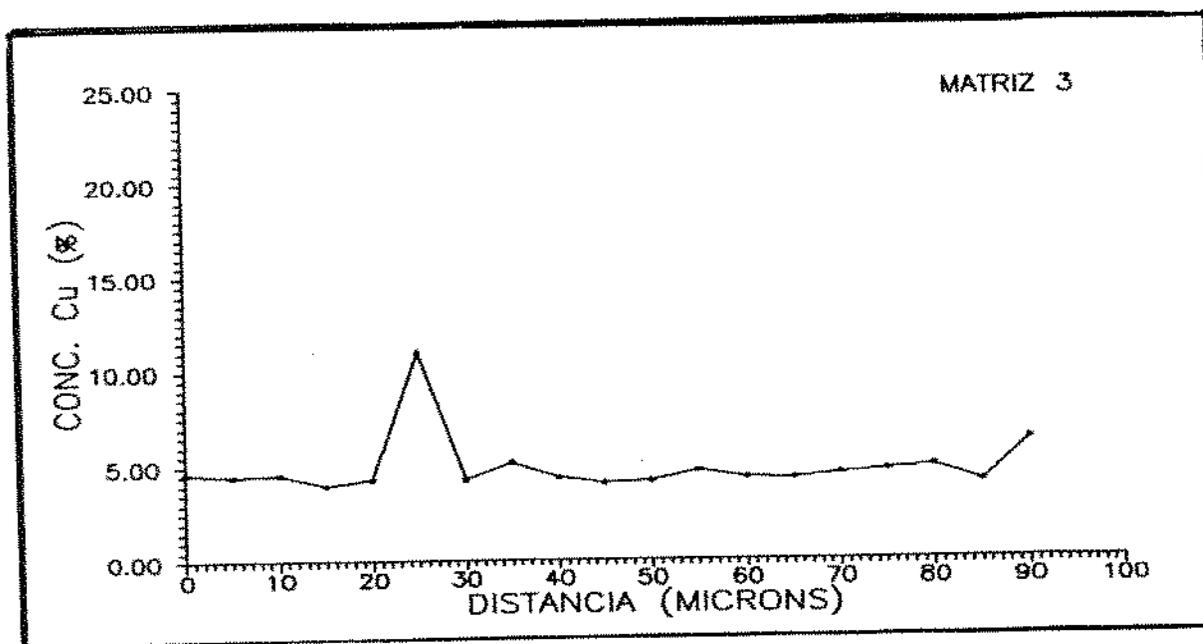


(b)

Figura IV.4 - Microestrutura da matriz:
(a) como fundida (antes do tratamento);
(b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 1 hora.

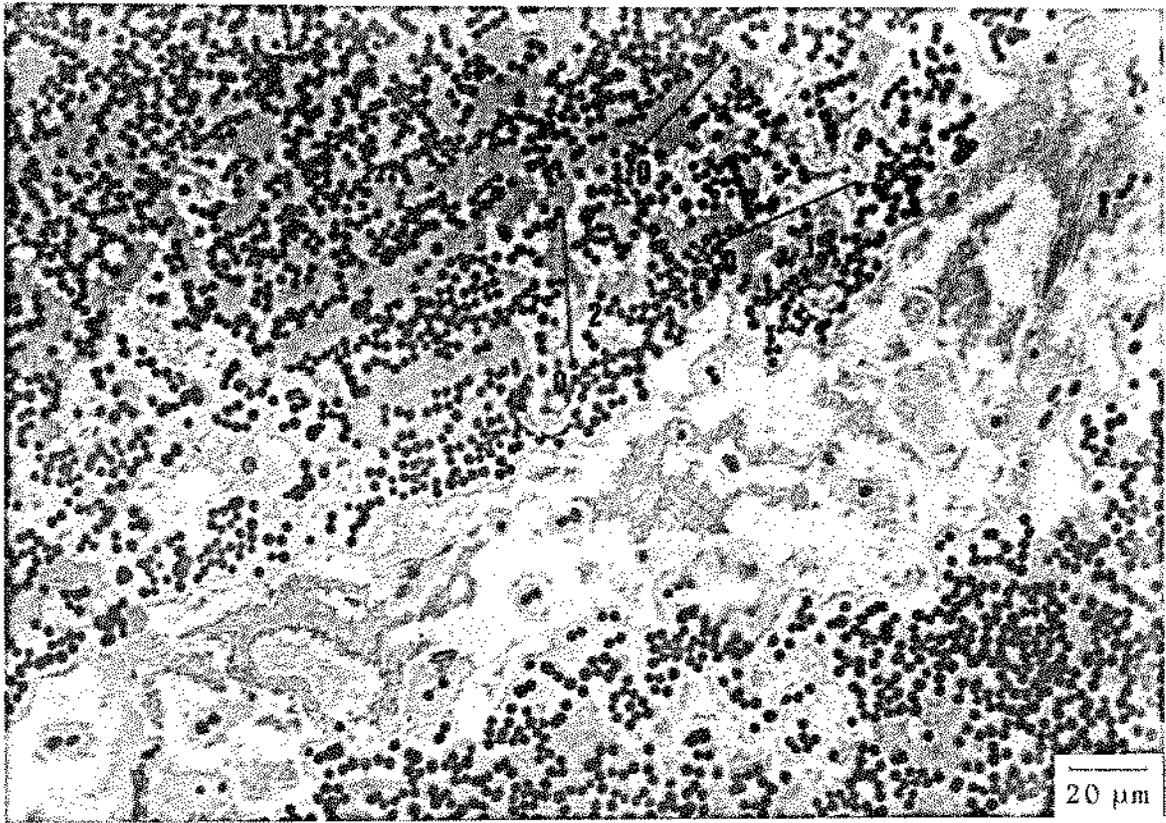


(a)

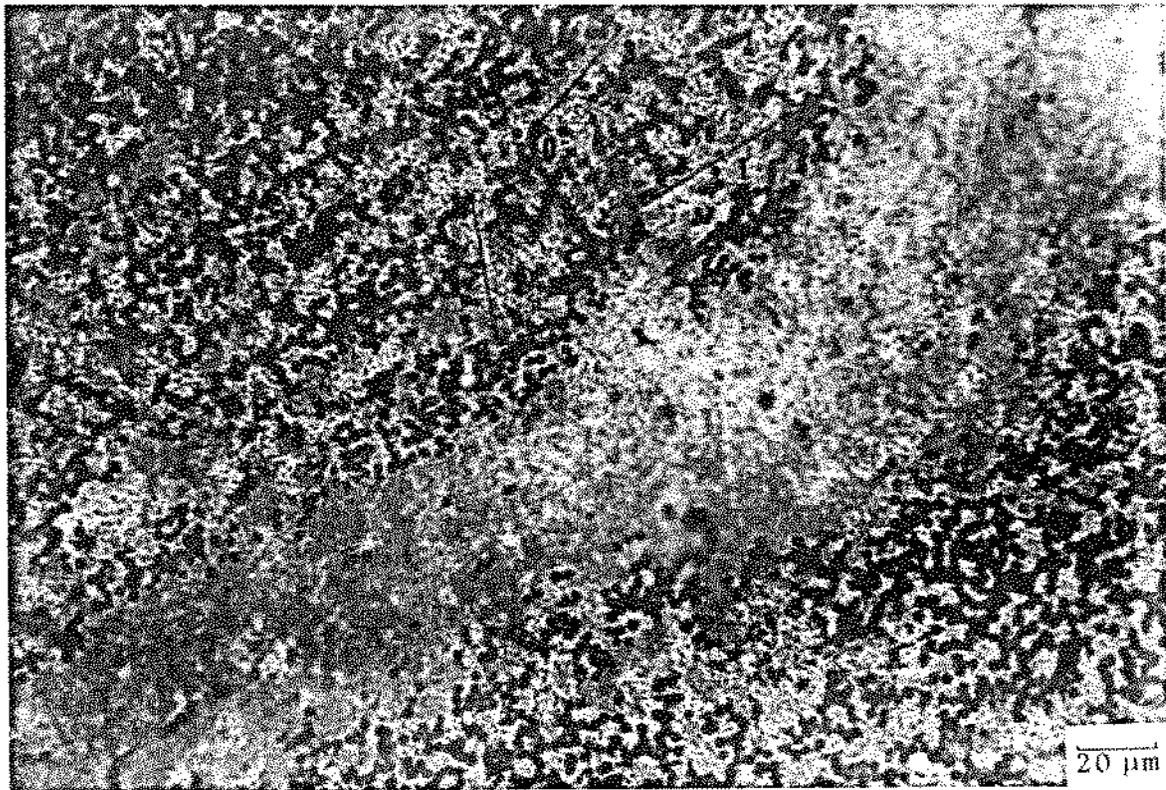


(b)

Figura IV.5 - Perfis de concentração do cobre na matriz:
 (a) como fundida (antes do tratamento);
 (b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 1 hora.



(a)

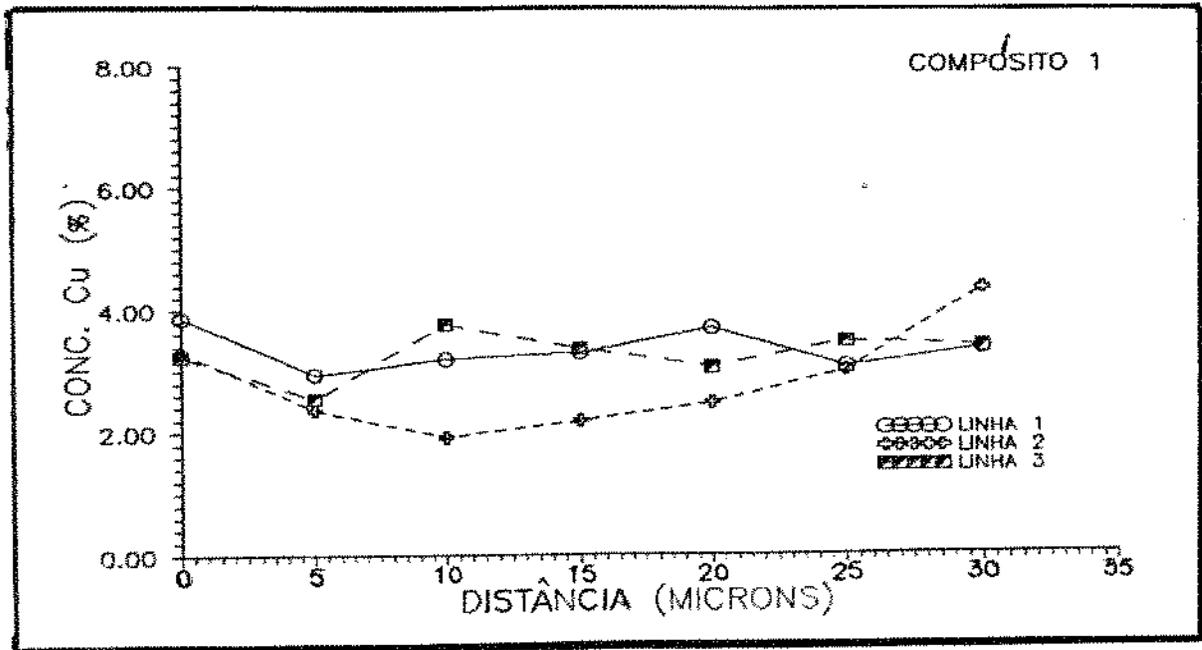


(b)

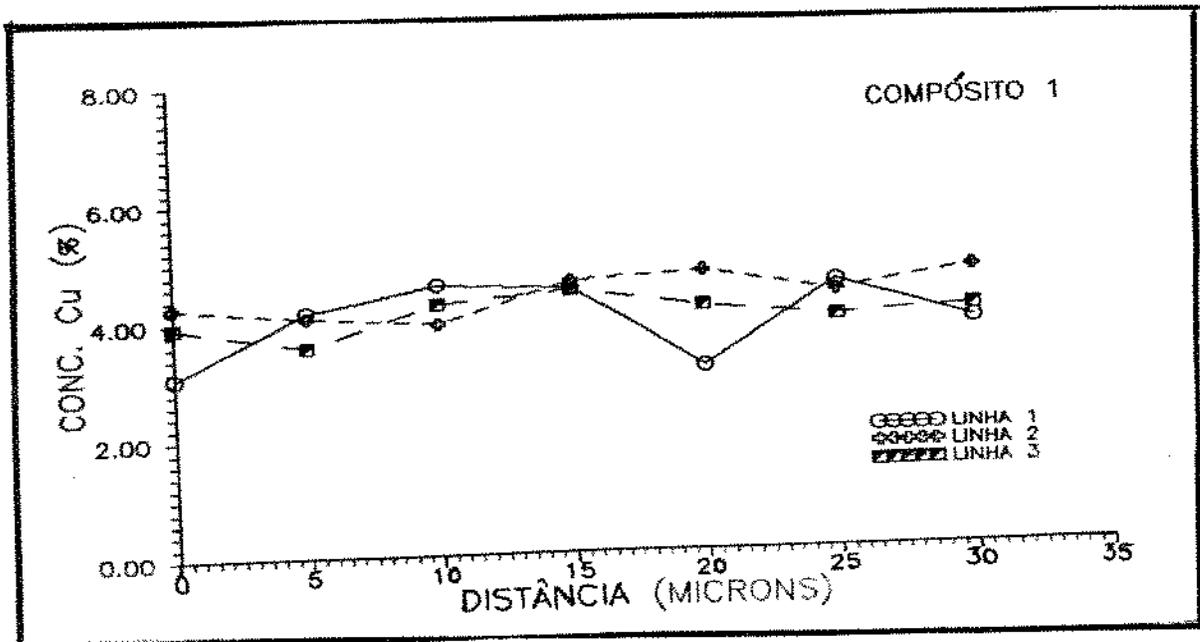
Figura IV.6 - Microestrutura do compósito:

(a) como fundido (antes do tratamento);

(b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 1 hora.

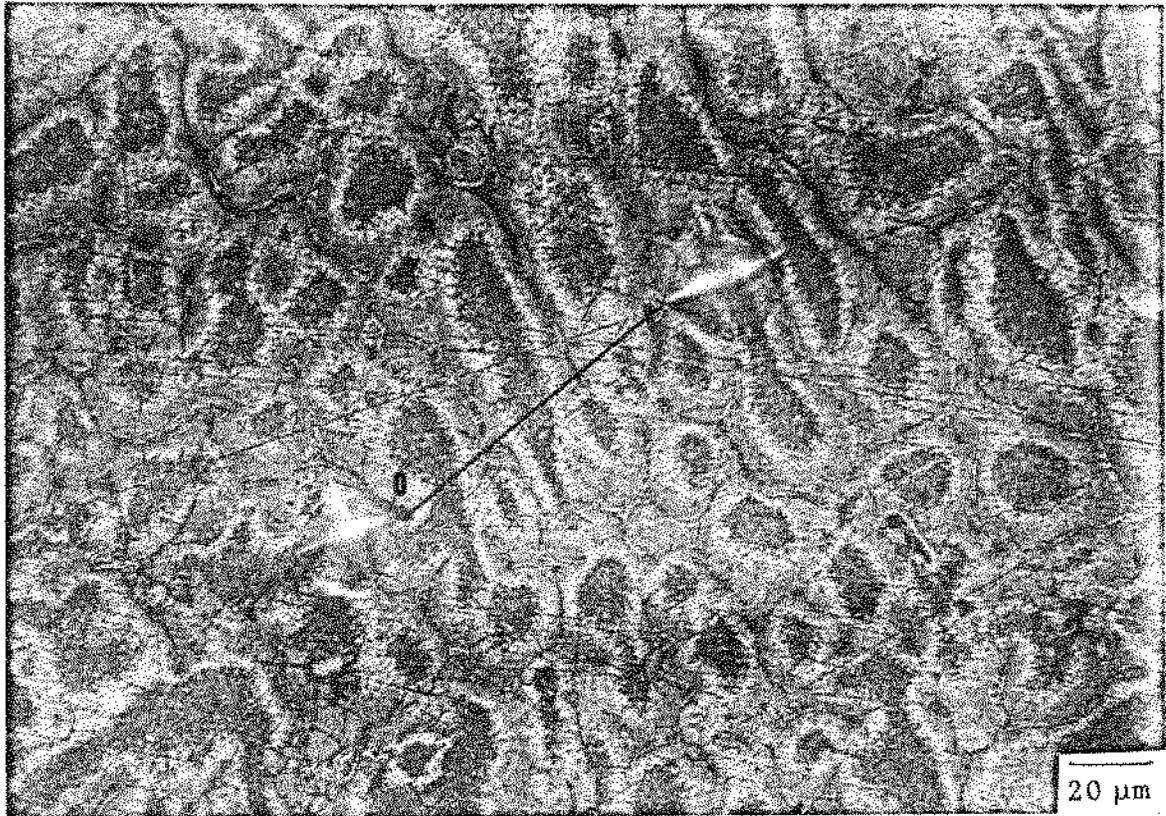


(a)

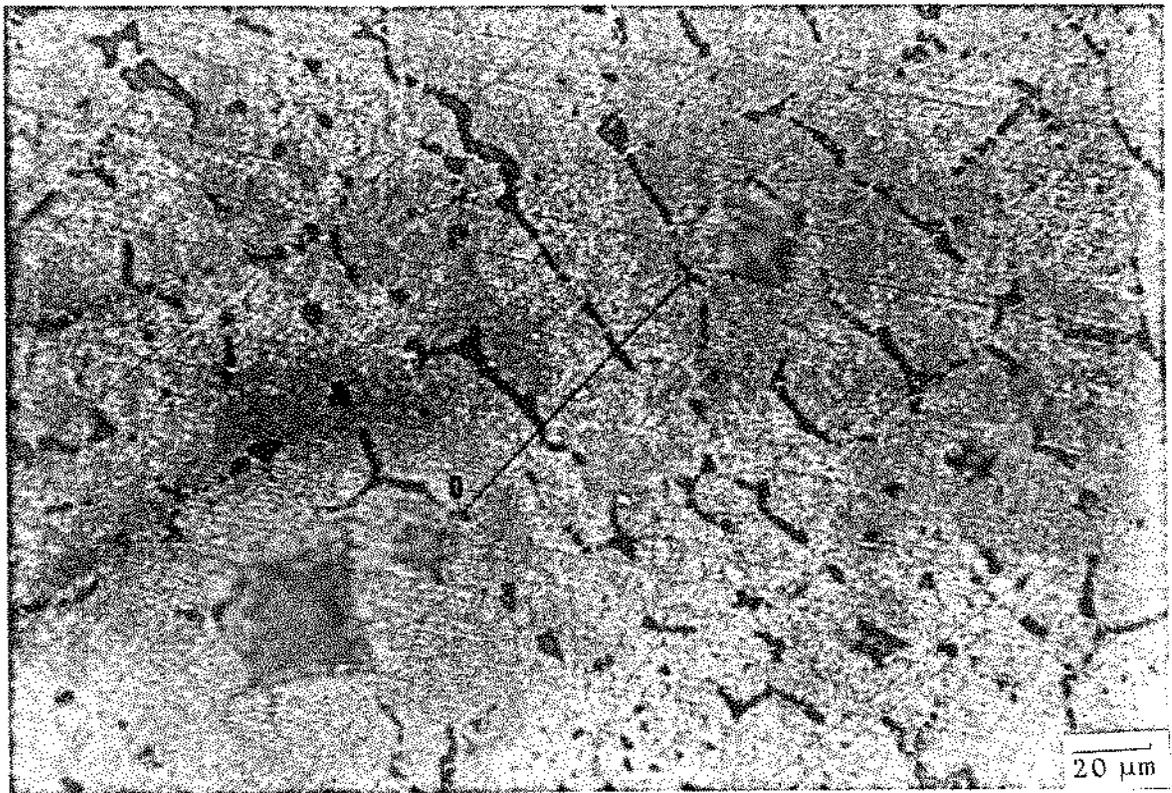


(b)

Figura IV.7 - Perfis de concentração do cobre no compósito:
 (a) como fundido;
 (b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 1 hora.



(a)

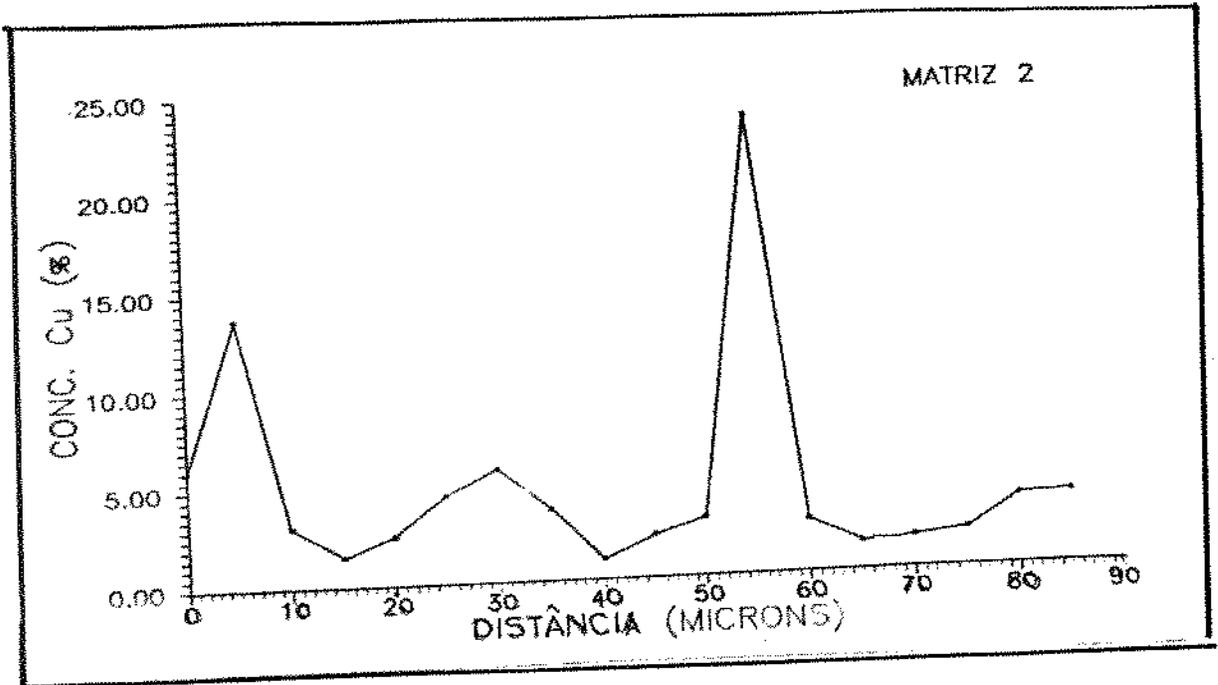


(b)

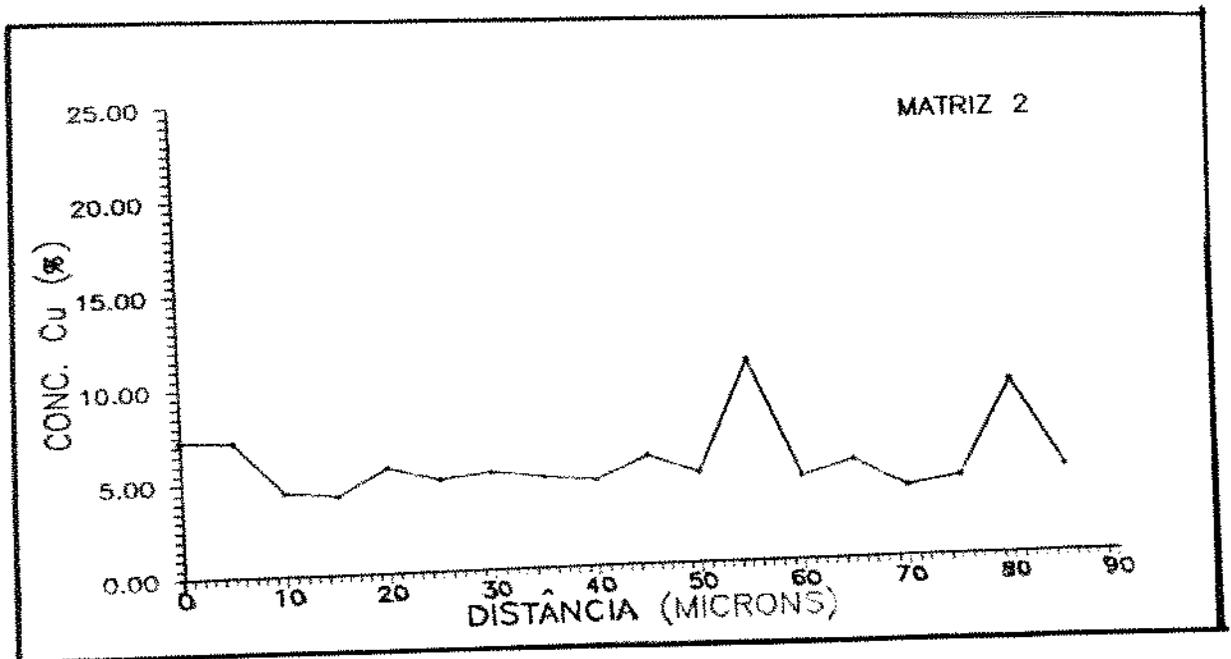
Figura IV.8 - Microestrutura da matriz:

(a) como fundida;

(b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 5 horas.

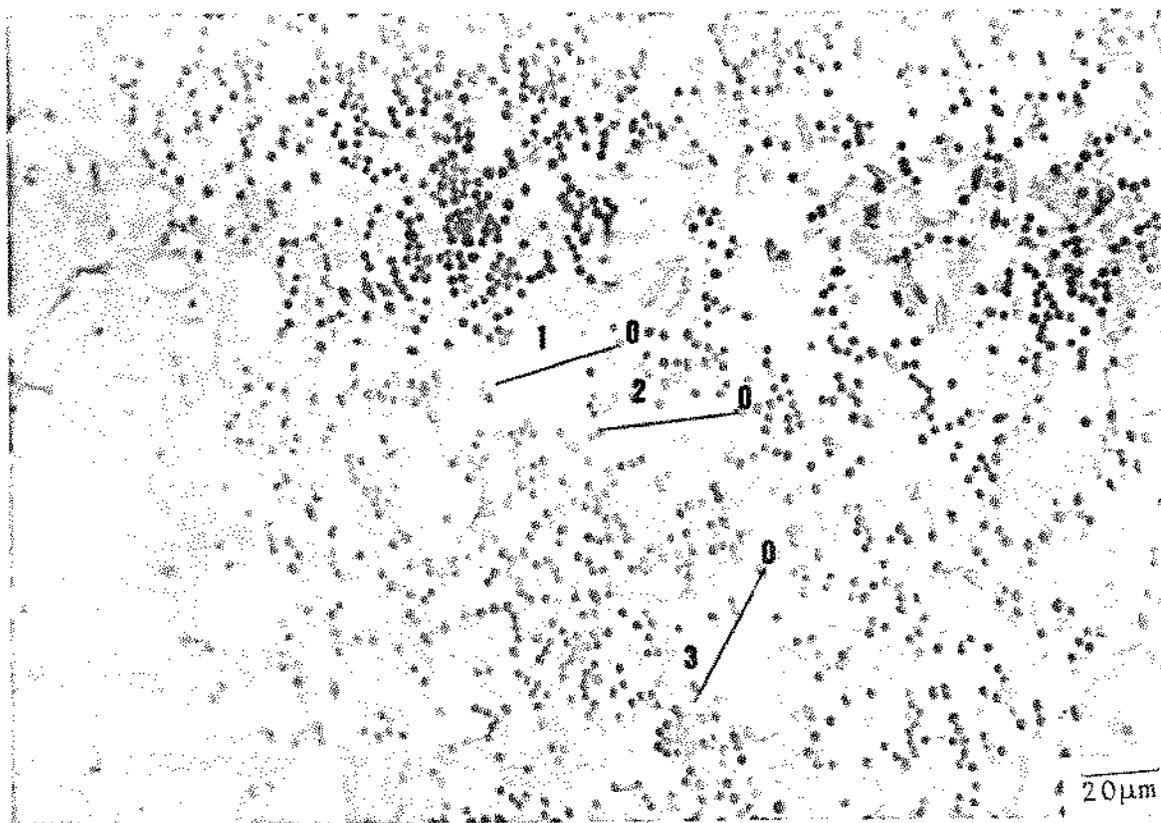


(a)

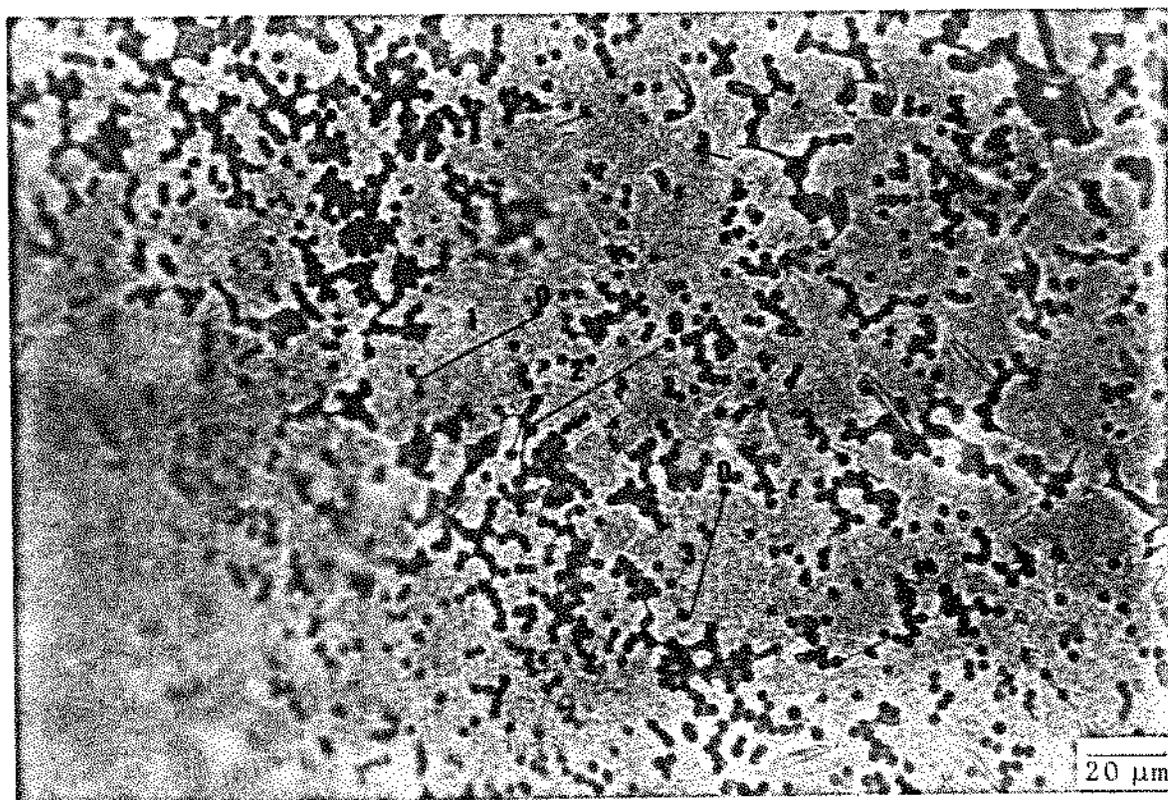


(b)

Figura IV.9 - Perfis de concentração do cobre na matriz:
 (a) como fundida;
 (b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 5 horas.



(a)

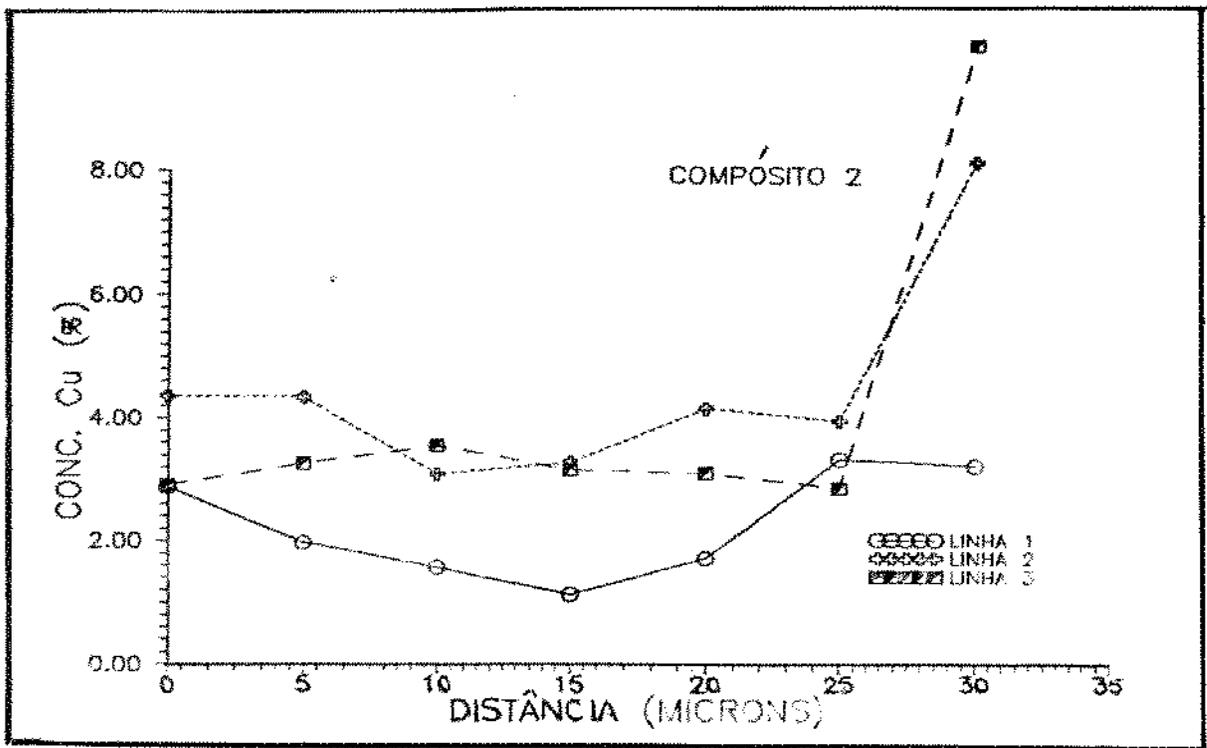


(b)

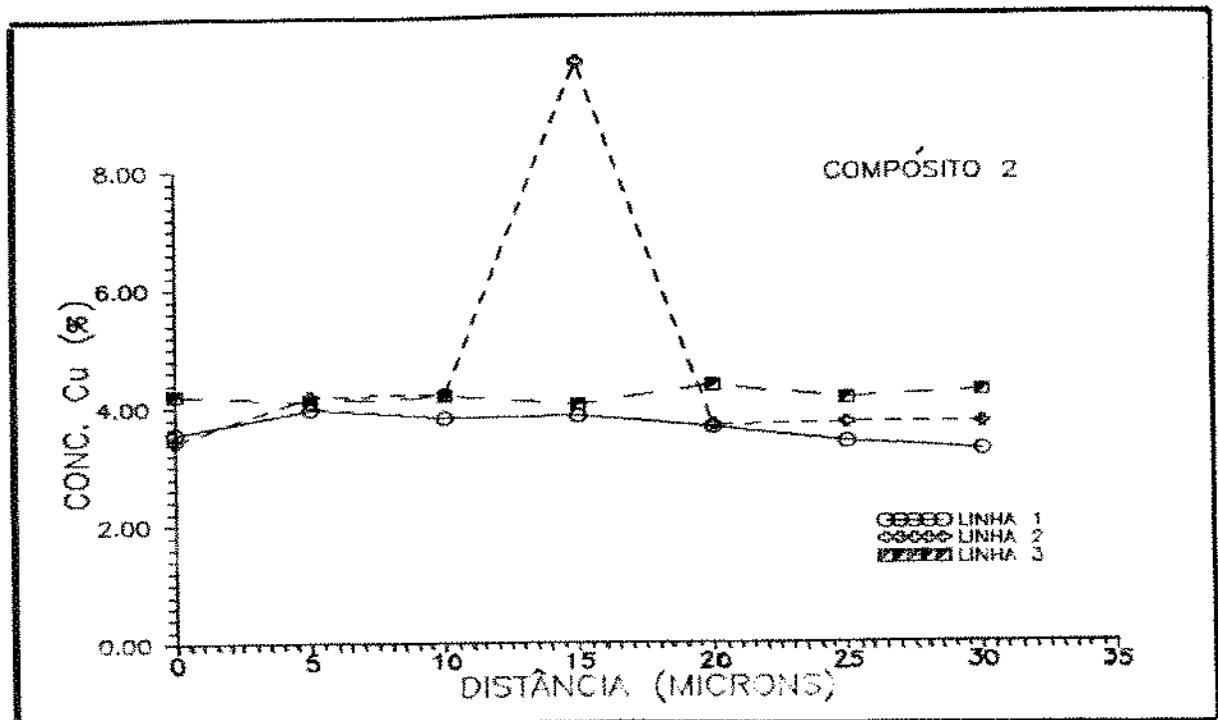
Figura IV.10 - Microestrutura do compósito:

(a) como fundido;

(b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 5 horas.

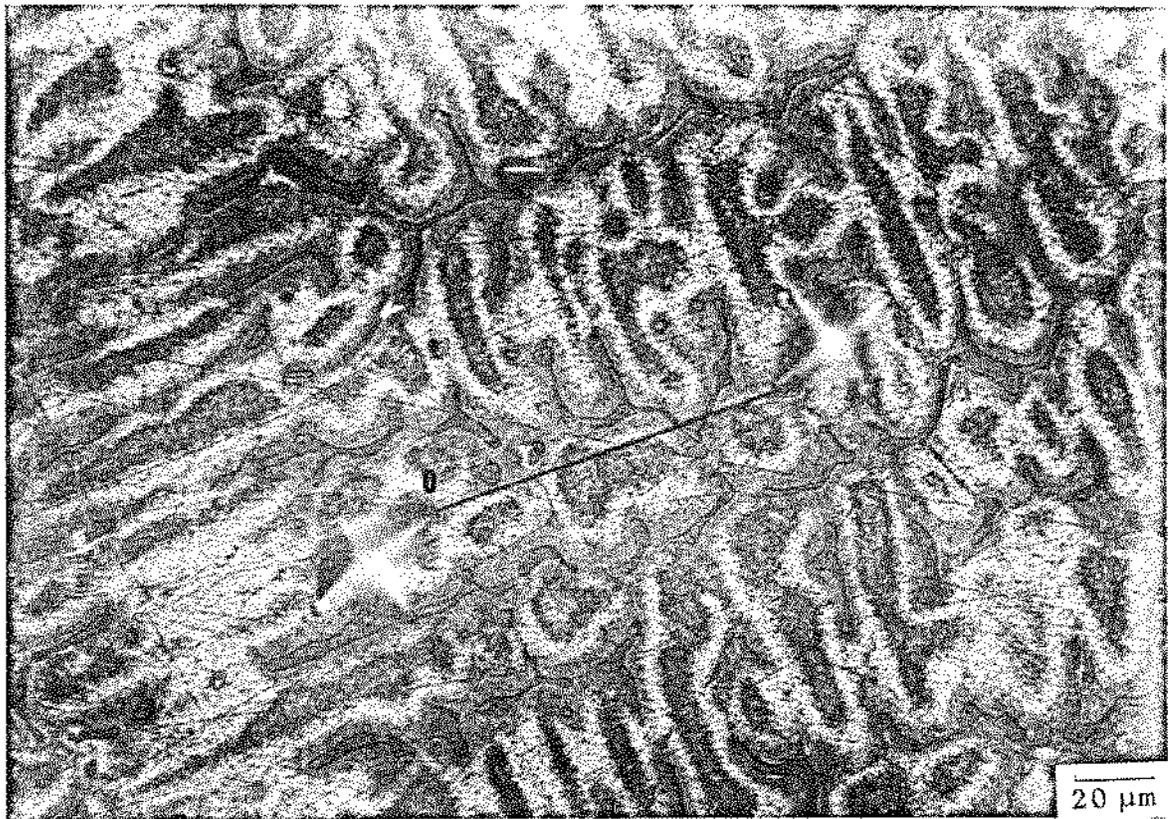


(a)

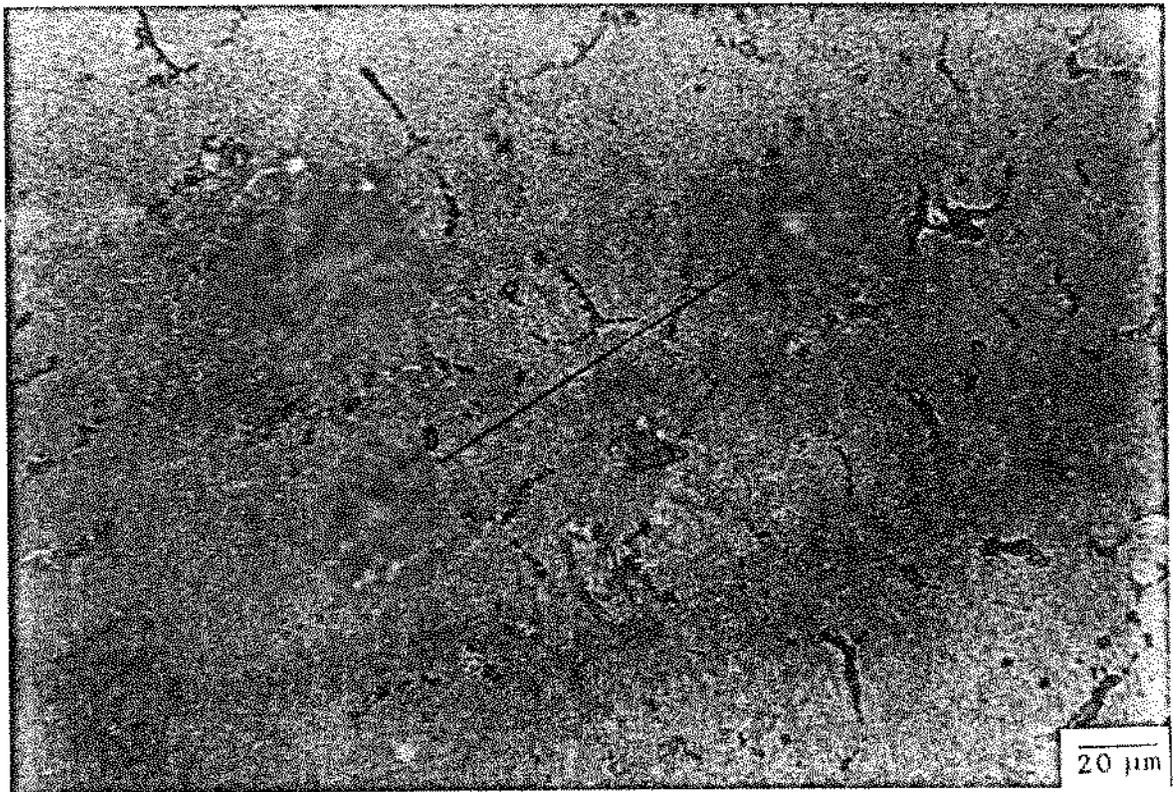


(b)

Figura IV.11 - Perfis de microsegregação do cobre no composto:
 (a) como fundido;
 (b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 5 horas.



(a)

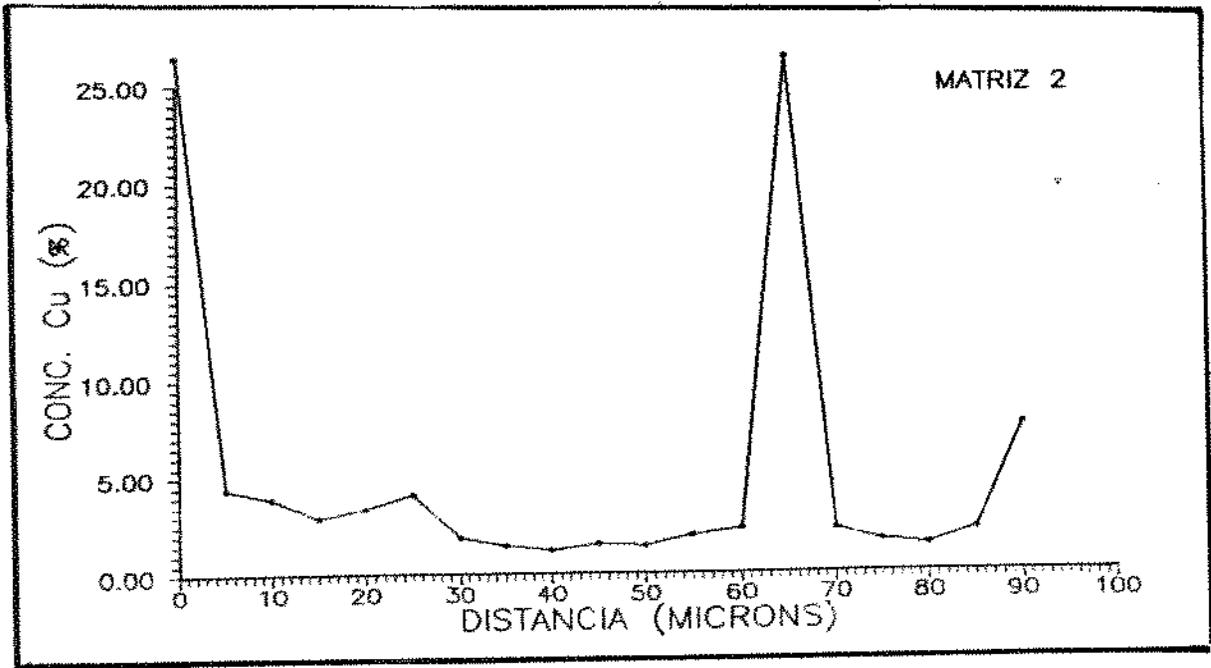


(b)

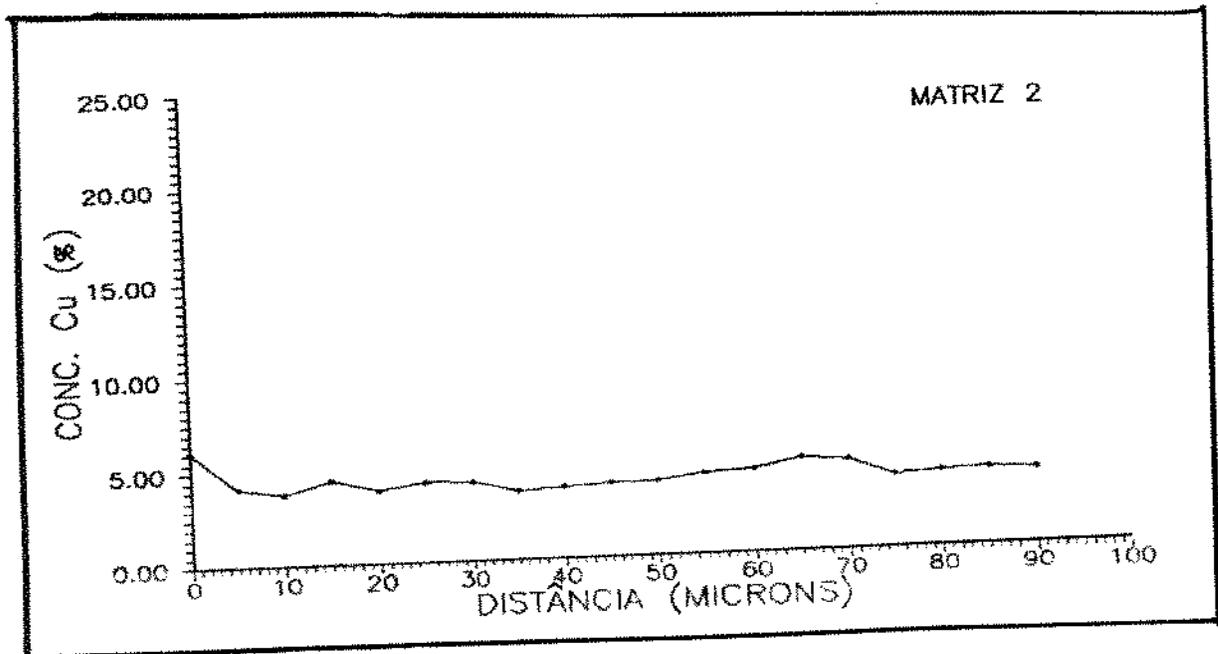
Figura IV.12 - Microestrutura da matriz:

(a) como fundida;

(b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 10 horas.

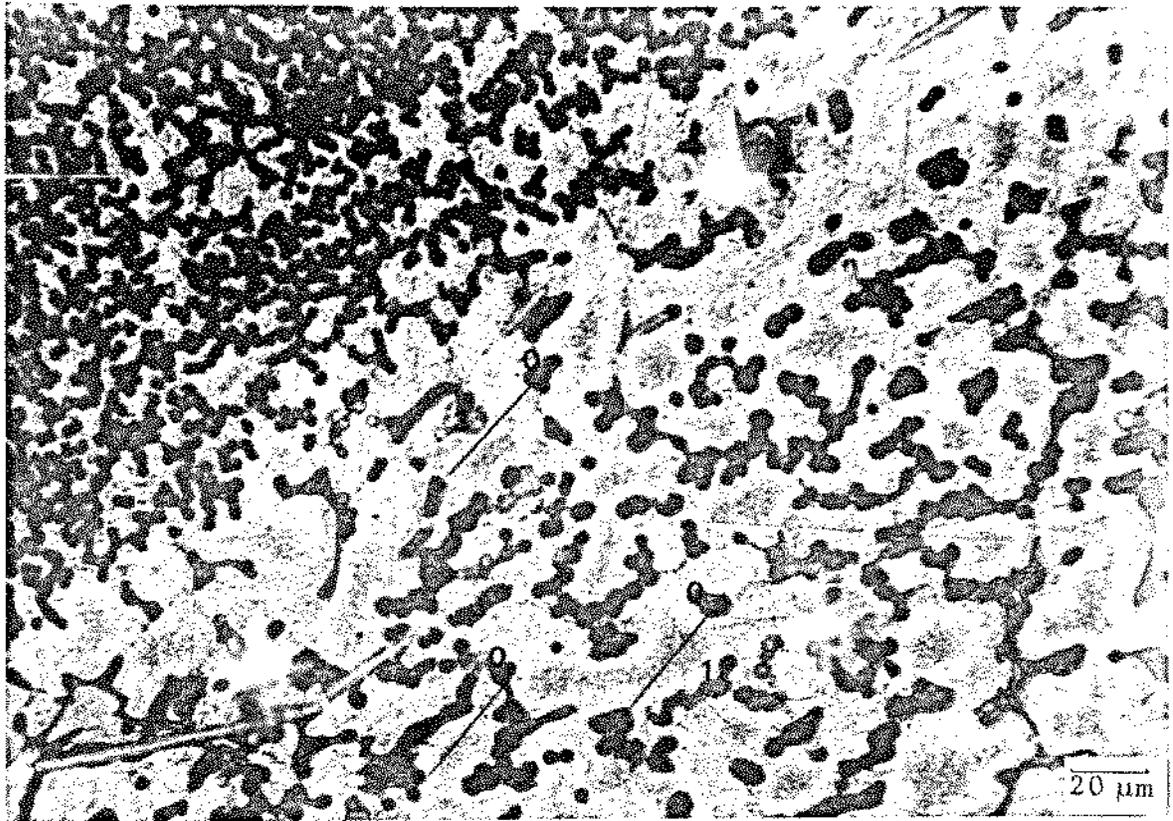


(a)

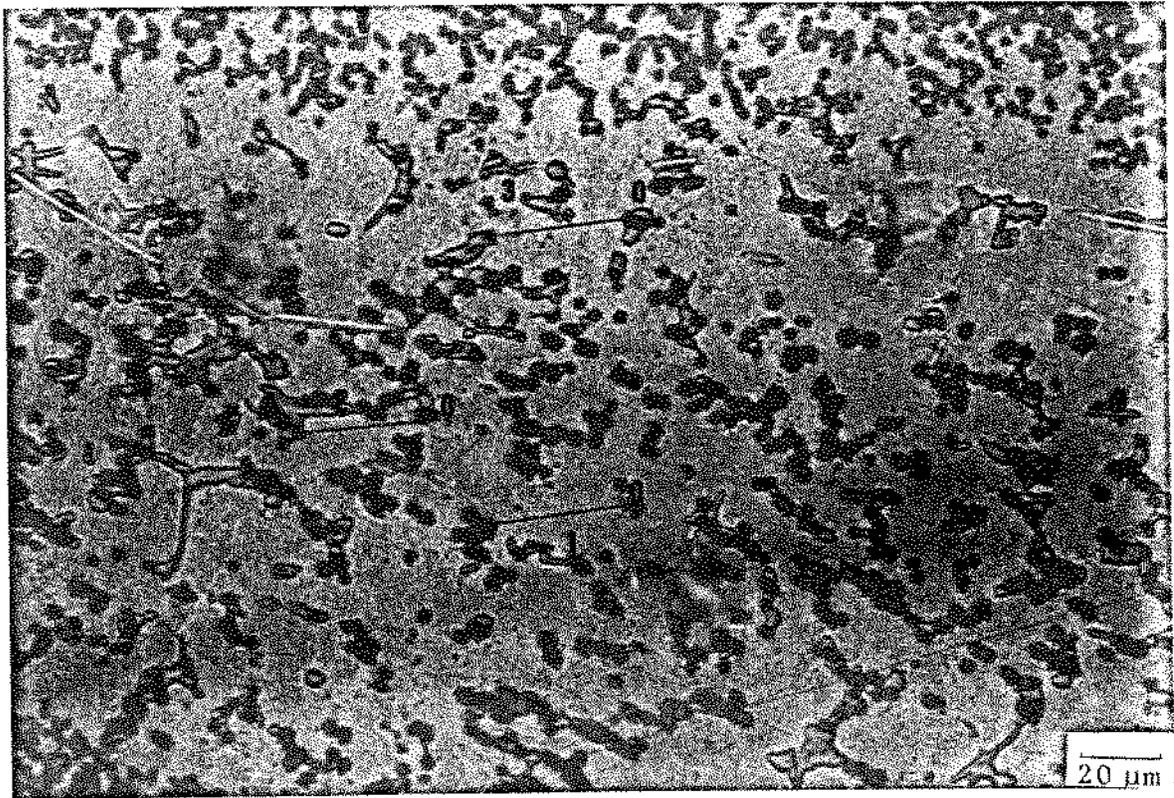


(b)

Figura IV.13 - Perfis de concentração do cobre na matriz:
 (a) como fundida;
 (b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 10 horas.



(a)

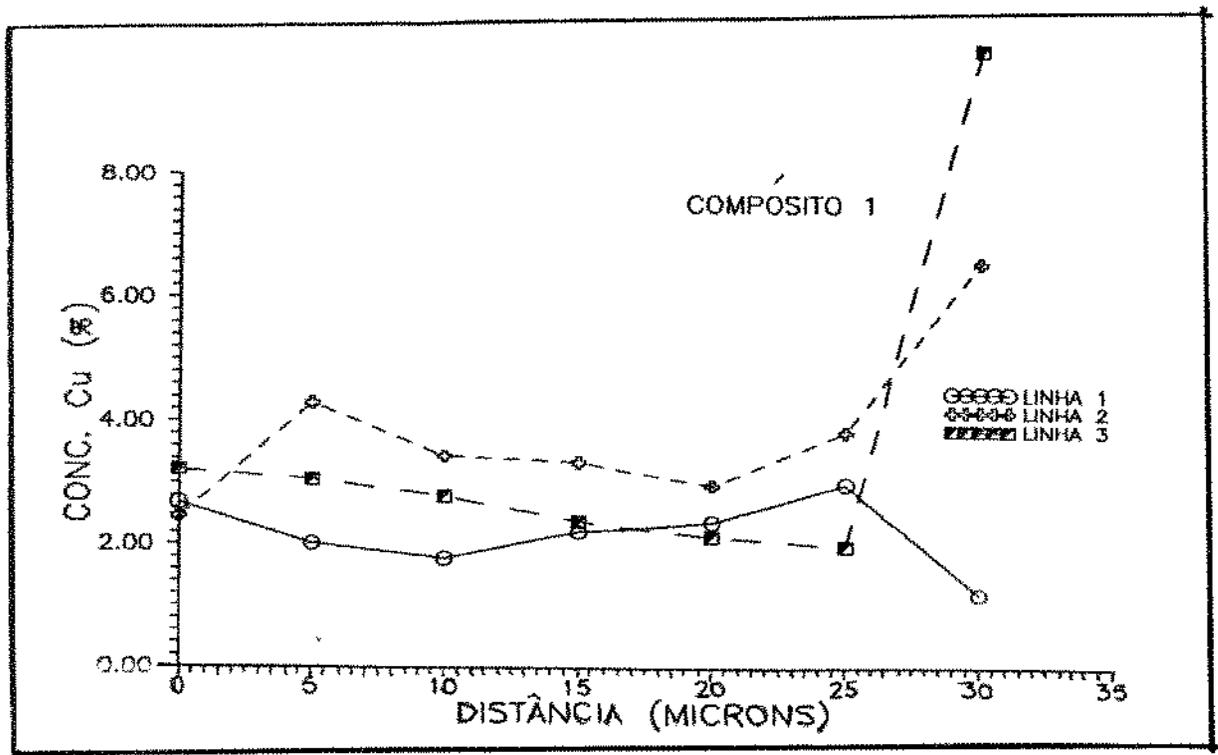


(b)

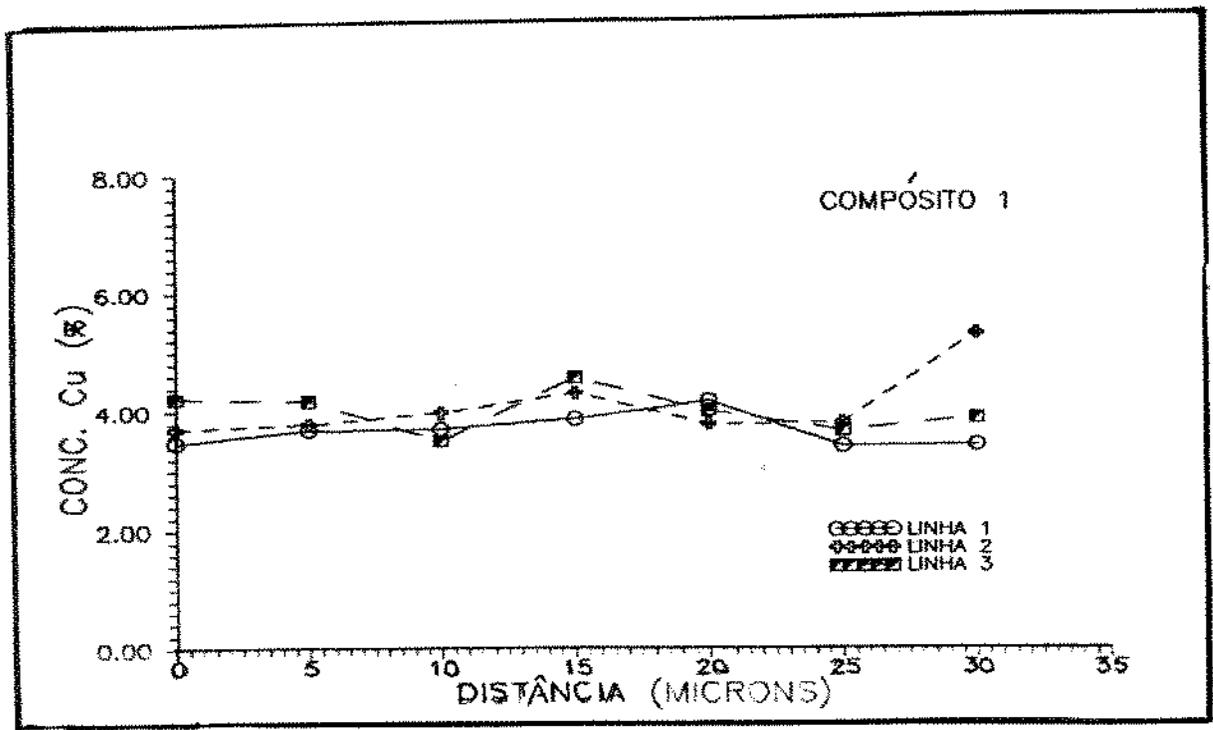
Figura IV.14 - Microestrutura do compósito:

(a) como fundido;

(b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 10 horas.

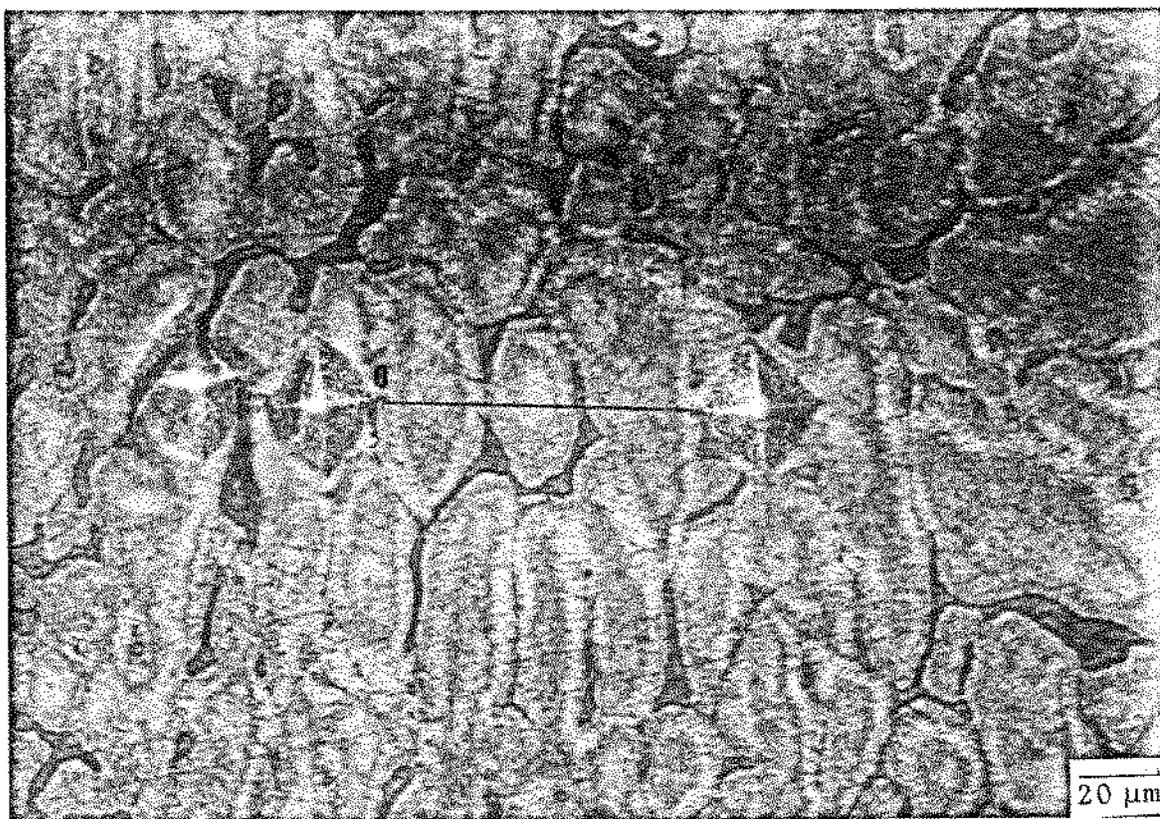


(a)

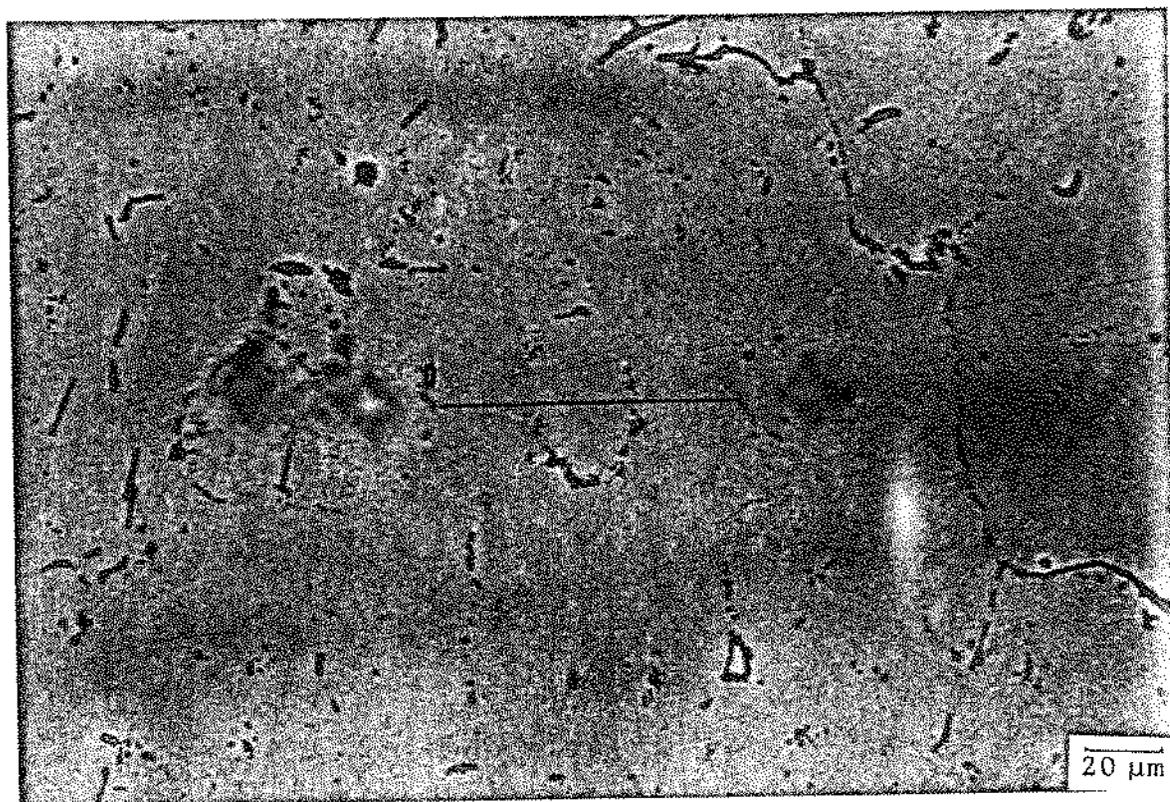


(b)

Figura IV.15 - Perfis de microsegregação do cobre no compósito:
 (a) como fundido;
 (b) após tratamento de homogeneização à 480°C por 10 horas.



(a)

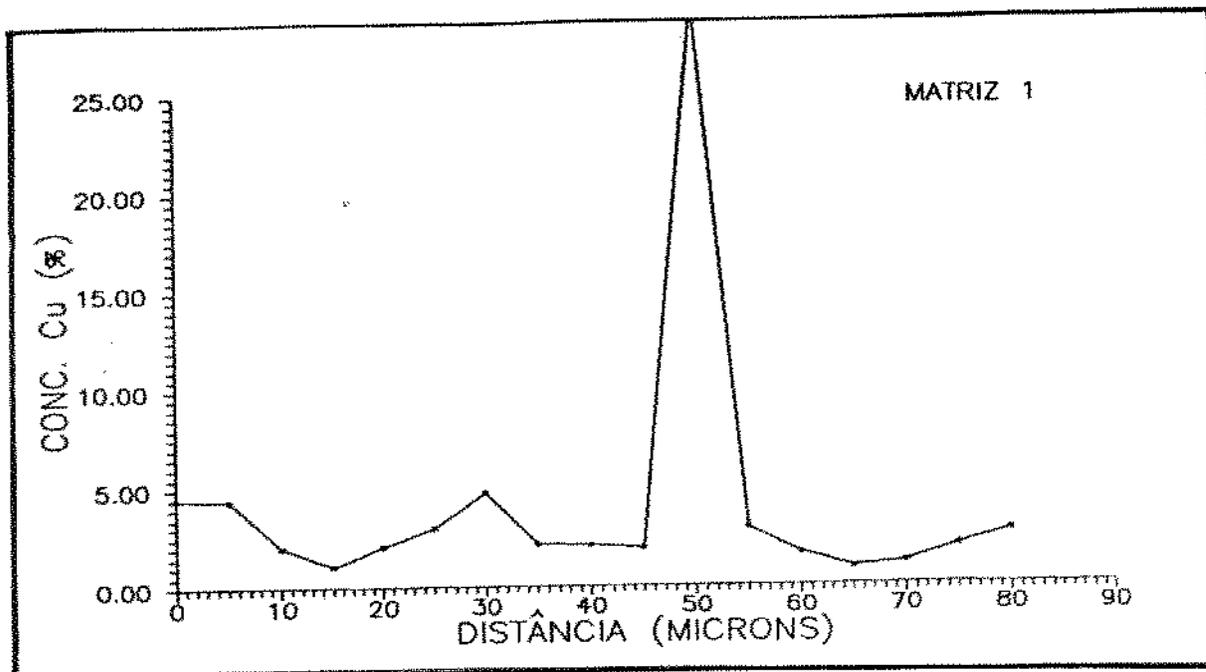


(b)

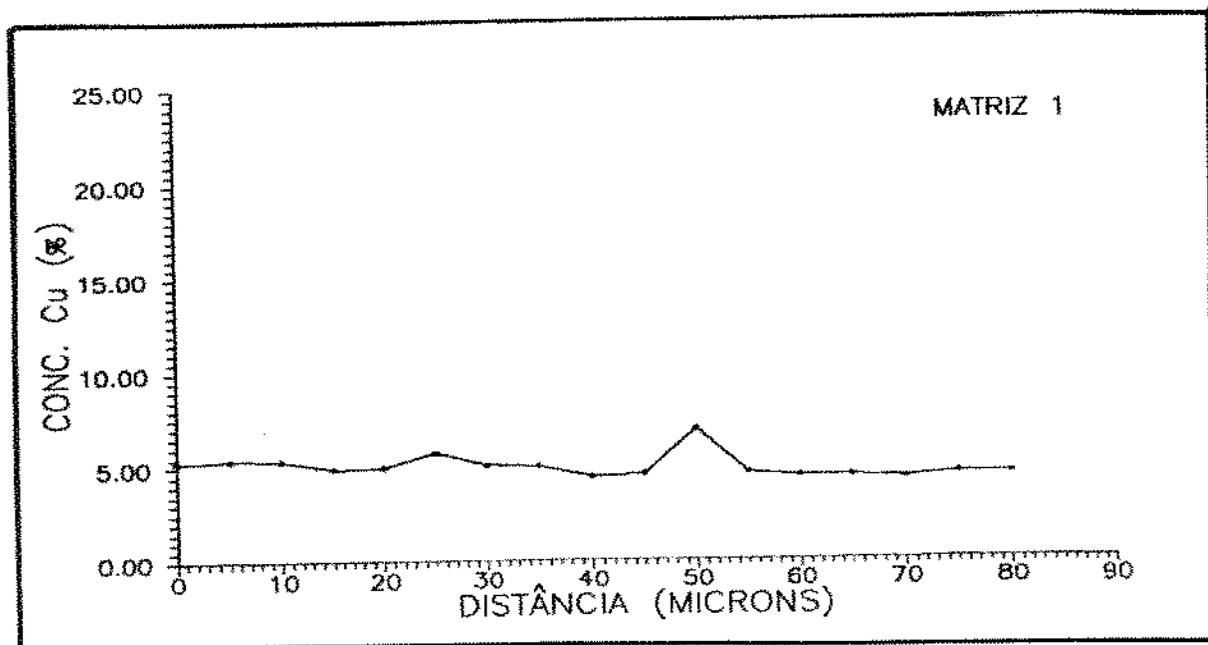
Figura IV.16 - Microestrutura da matriz:

(a) como fundida;

(b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 1 hora.



(a)

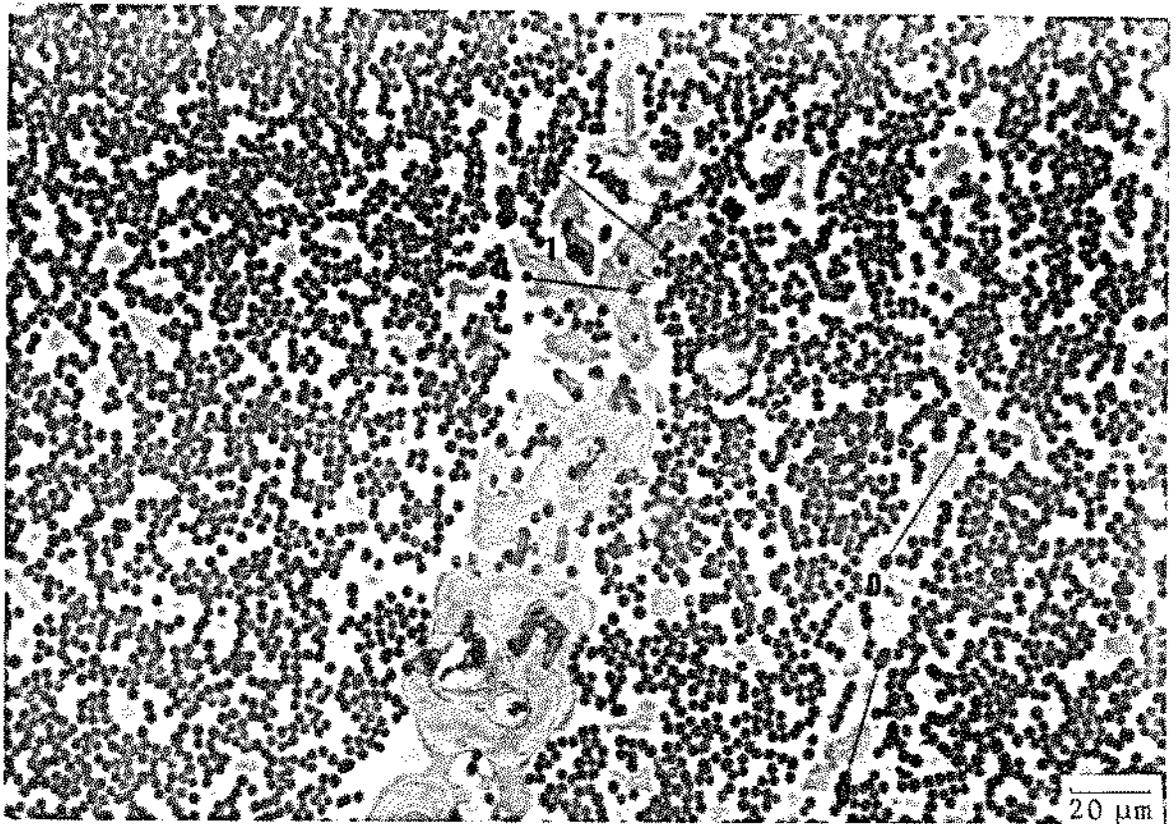


(b)

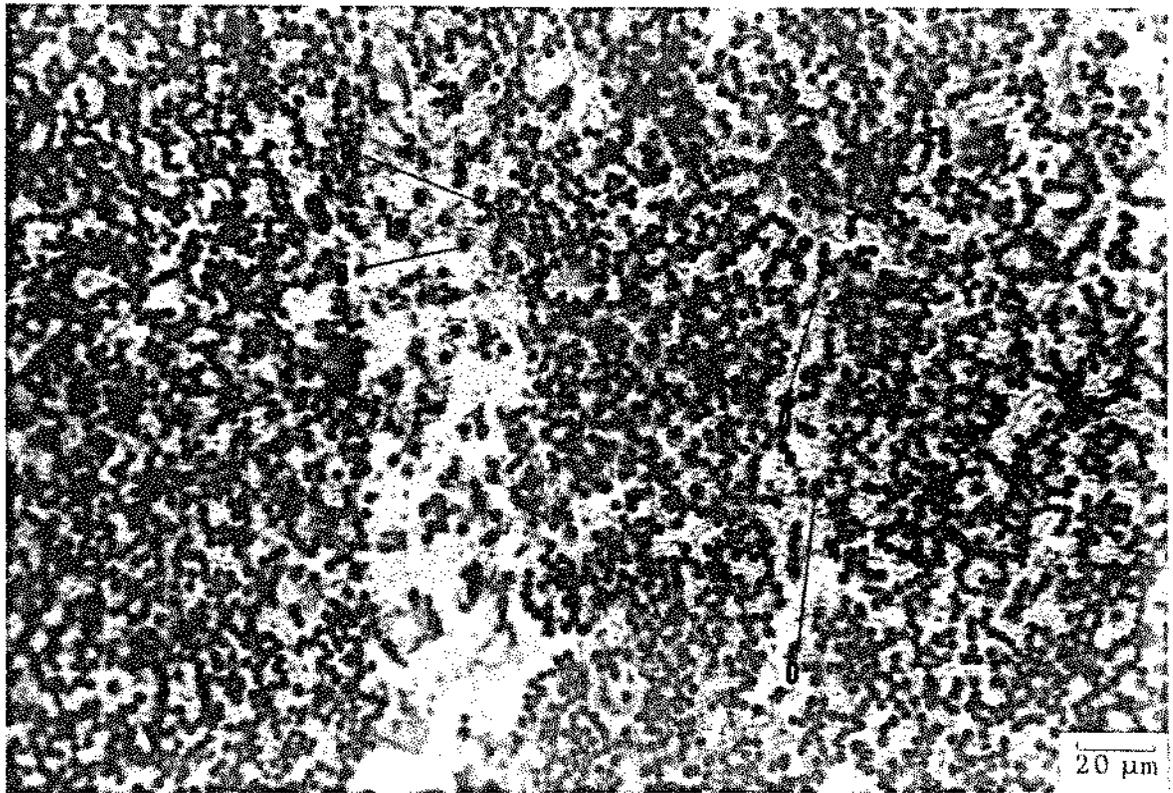
Figura IV.17 - Perfis de concentração do cobre na matriz:

(a) como fundida;

(b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 1 hora.



(a)

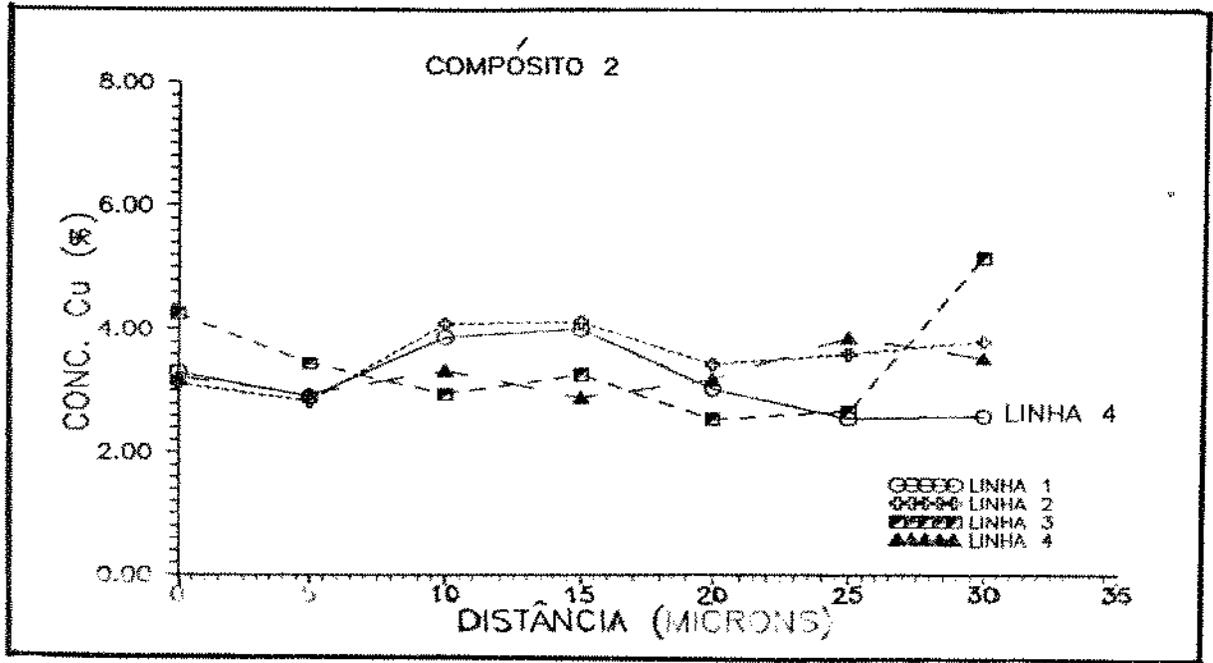


(b)

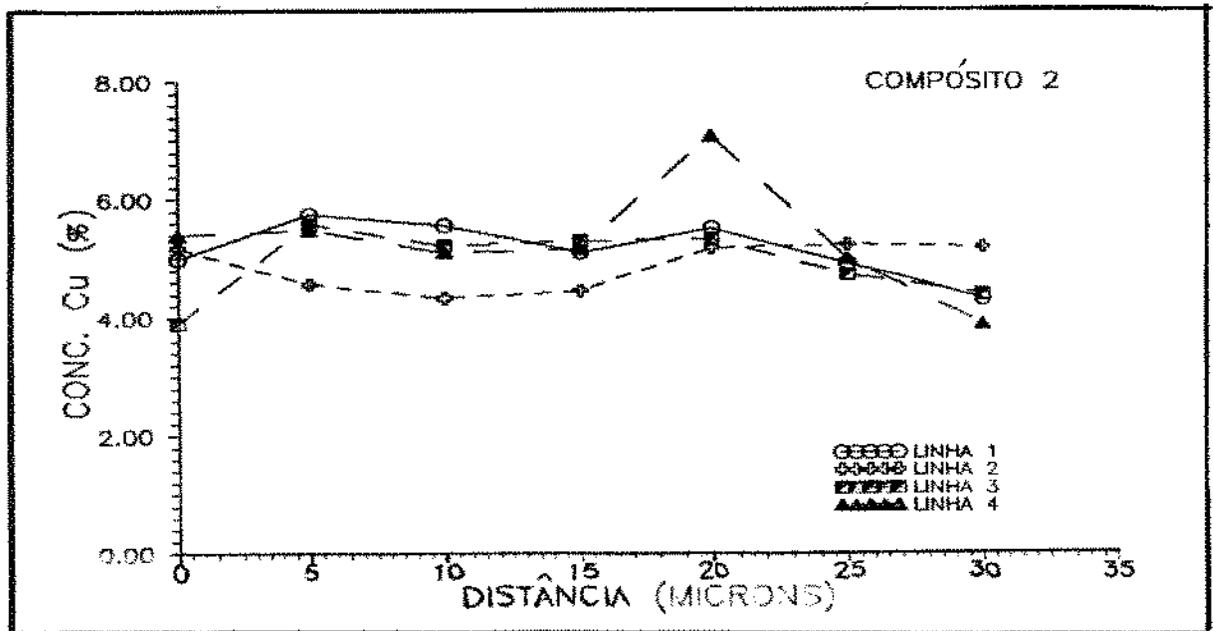
Figura IV.18 - Microestrutura do compósito:

(a) como fundido;

(b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 1 hora.

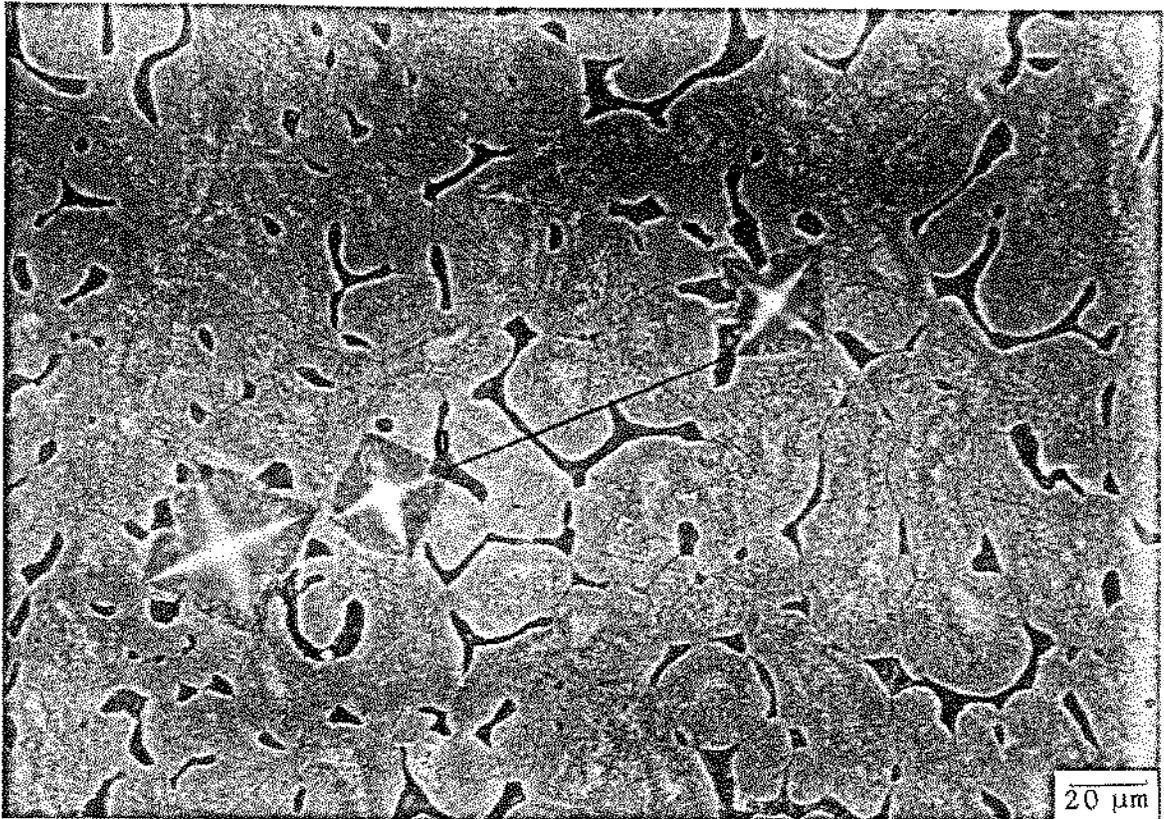


(a)

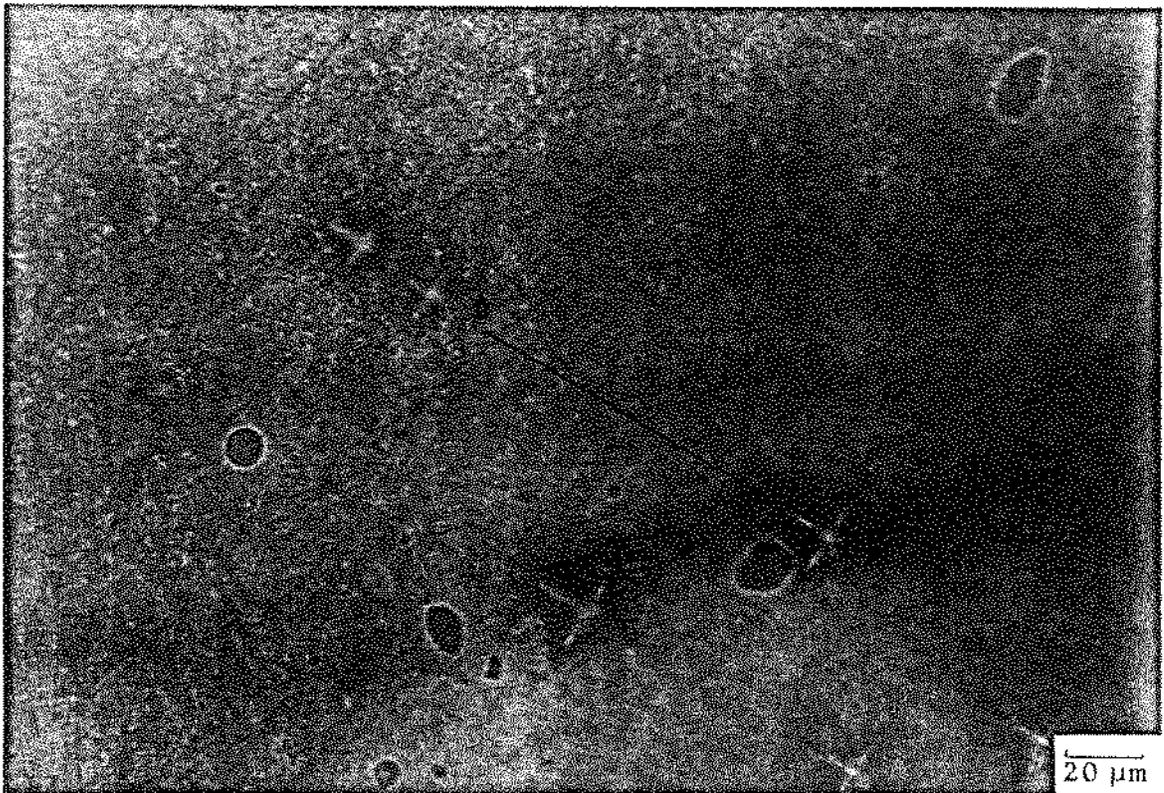


(b)

Figura IV.19 - Perfis de microsegregação do cobre no composto:
 (a) como fundido;
 (b) após tratamento de homogeneização a 510°C por 1 hora.



(a)

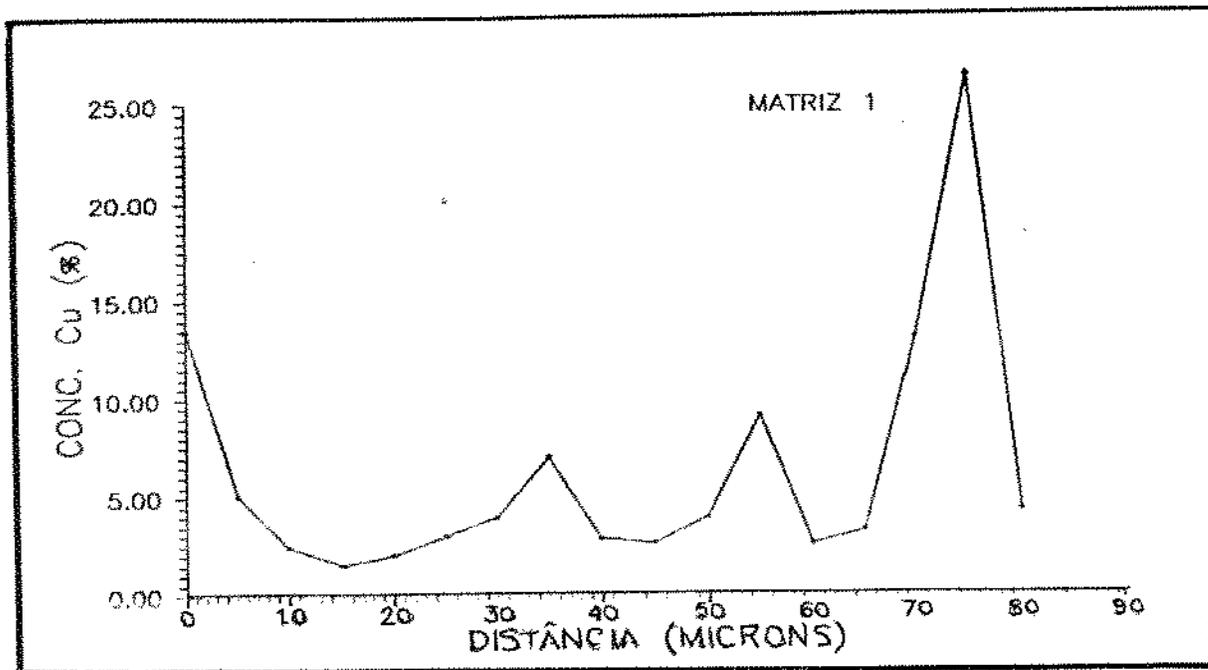


(b)

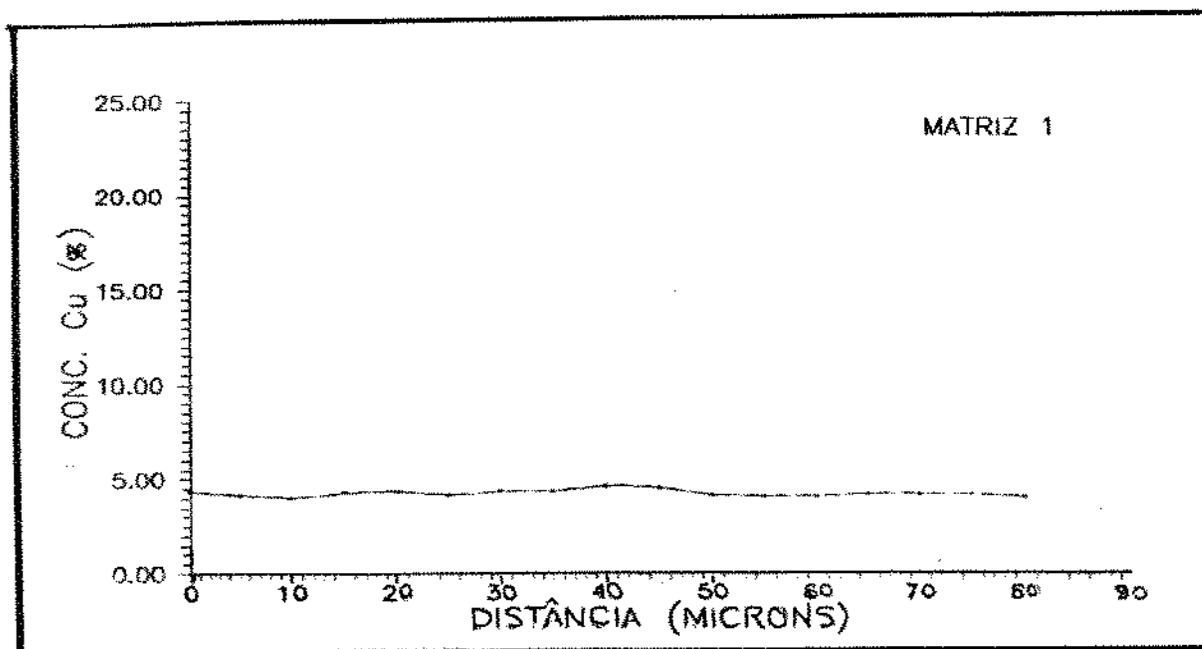
Figura IV.20 - Microestrutura da matriz:

(a) como fundida;

(b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 5 horas.

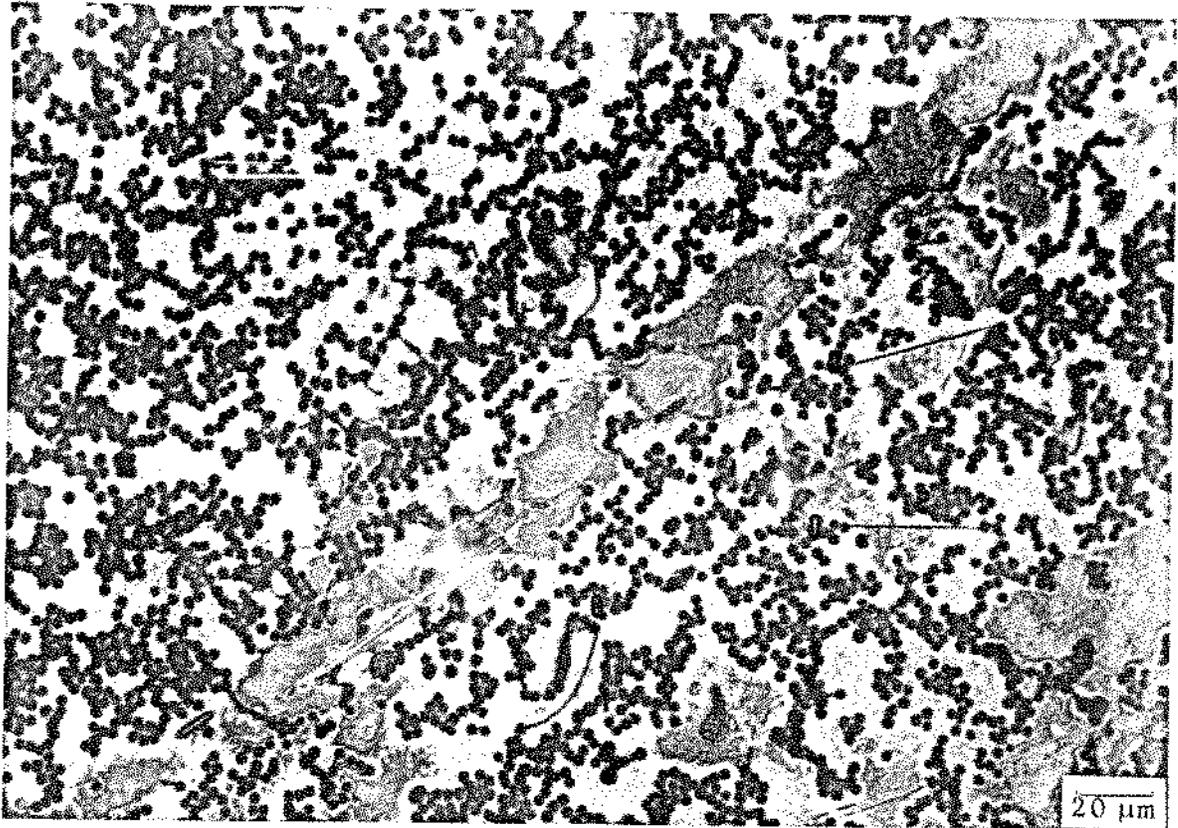


(a)

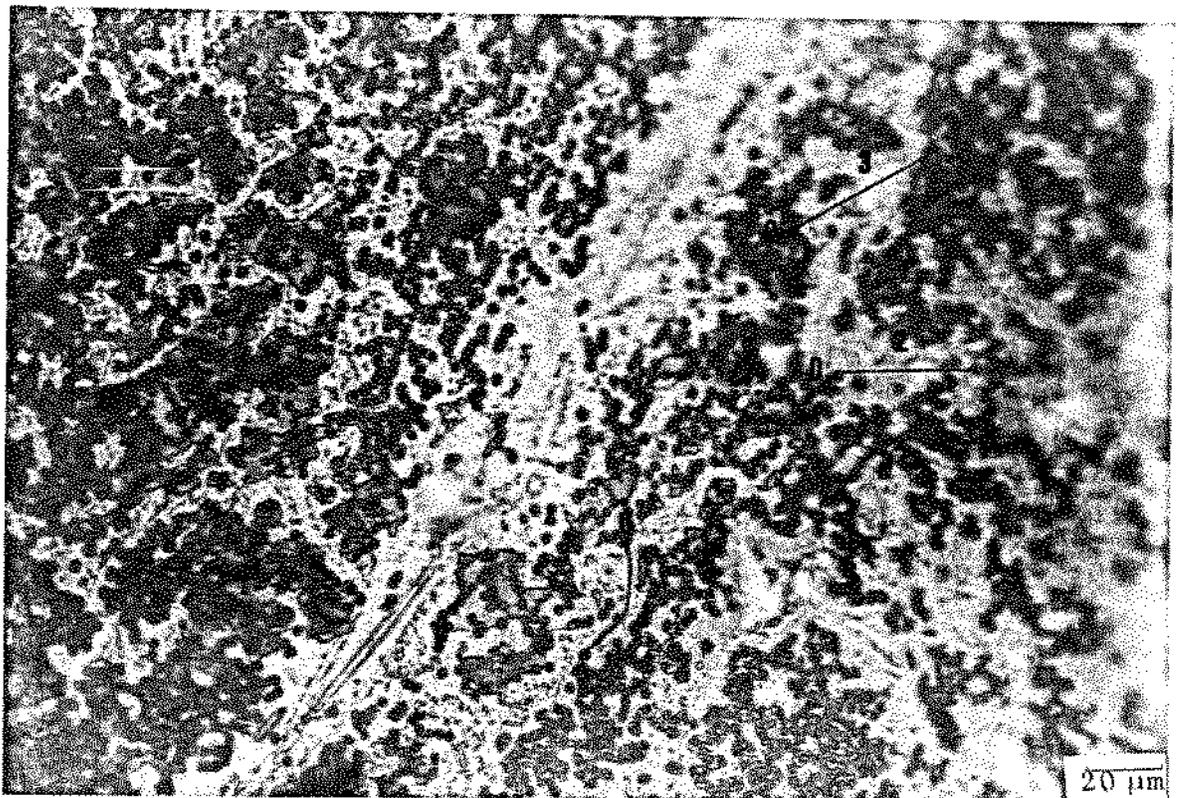


(b)

Figura IV.21 - Perfis de concentração do cobre na matriz:
 (a) como fundida;
 (b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 5 horas.



(a)

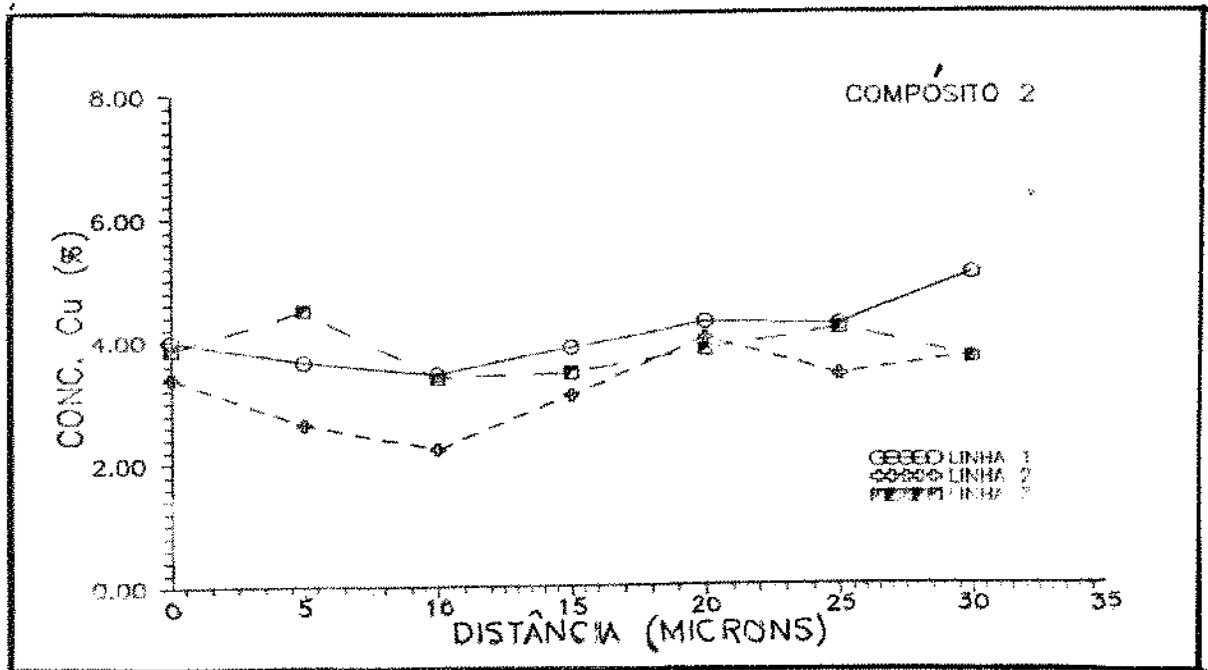


(b)

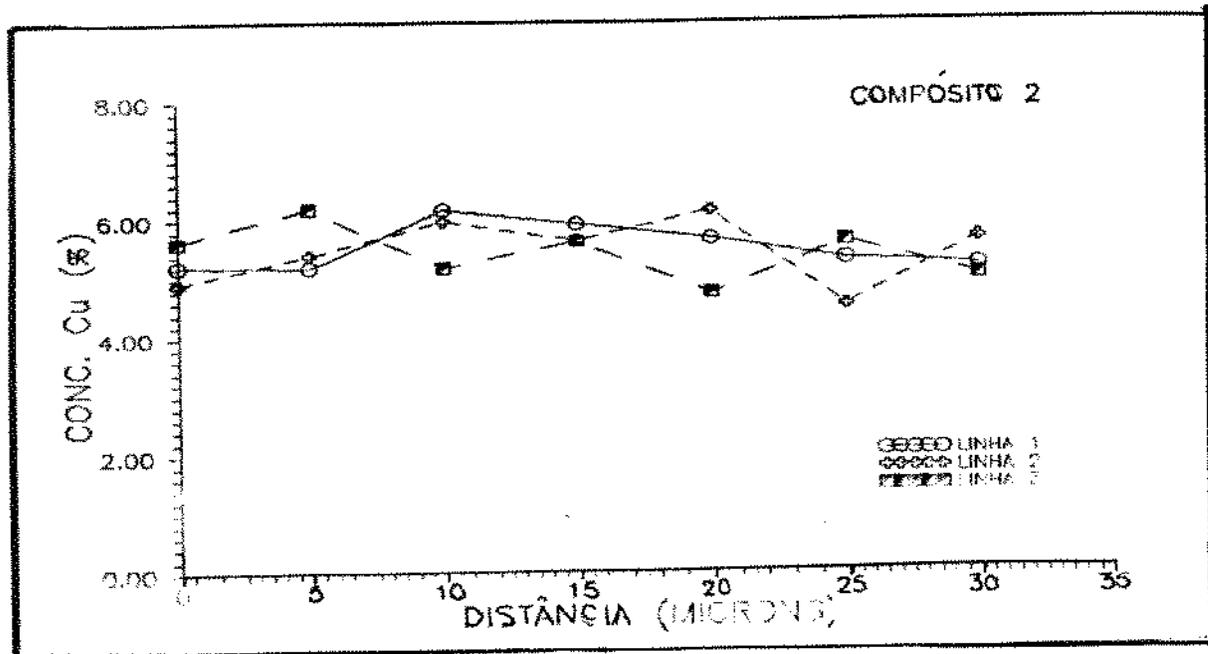
Figura IV.22 - Microestrutura do compósito:

(a) como fundido;

(b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 5 horas.



(a)

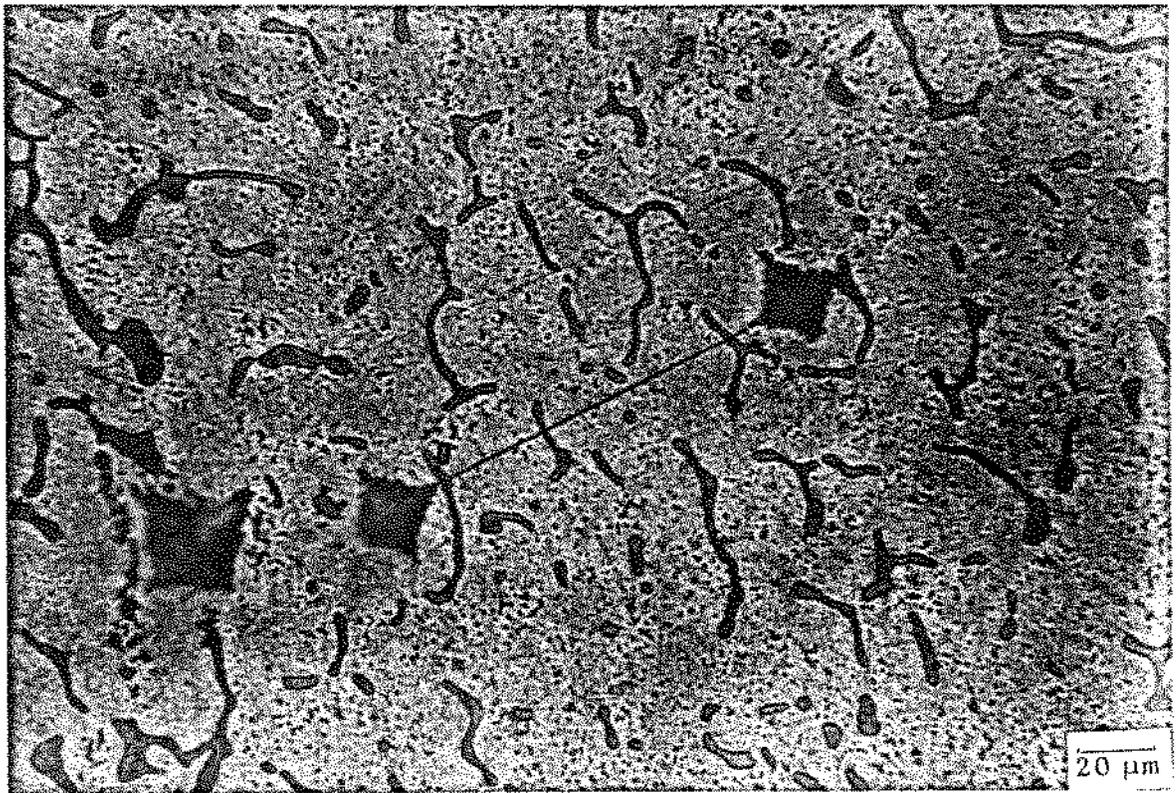


(b)

Figura IV.23 - Perfis de microsegregação do cobre no compósito:
 (a) como fundido;
 (b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 5 horas.



(a)

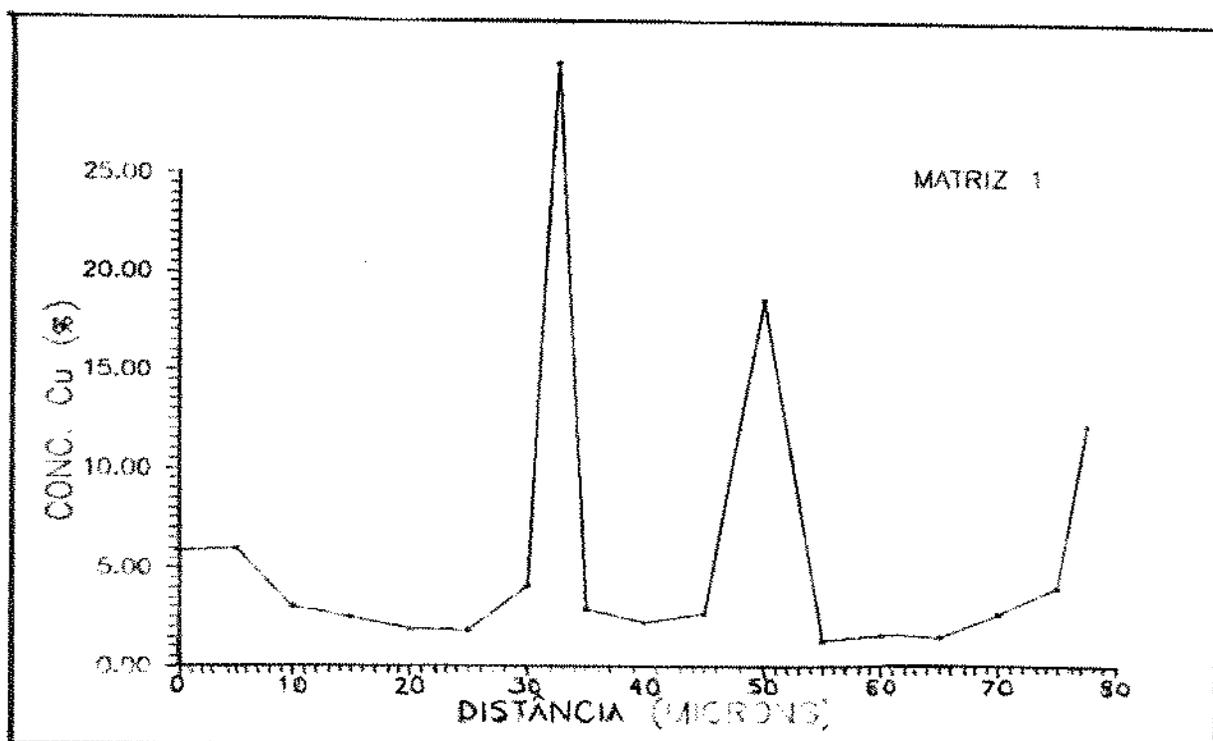


(b)

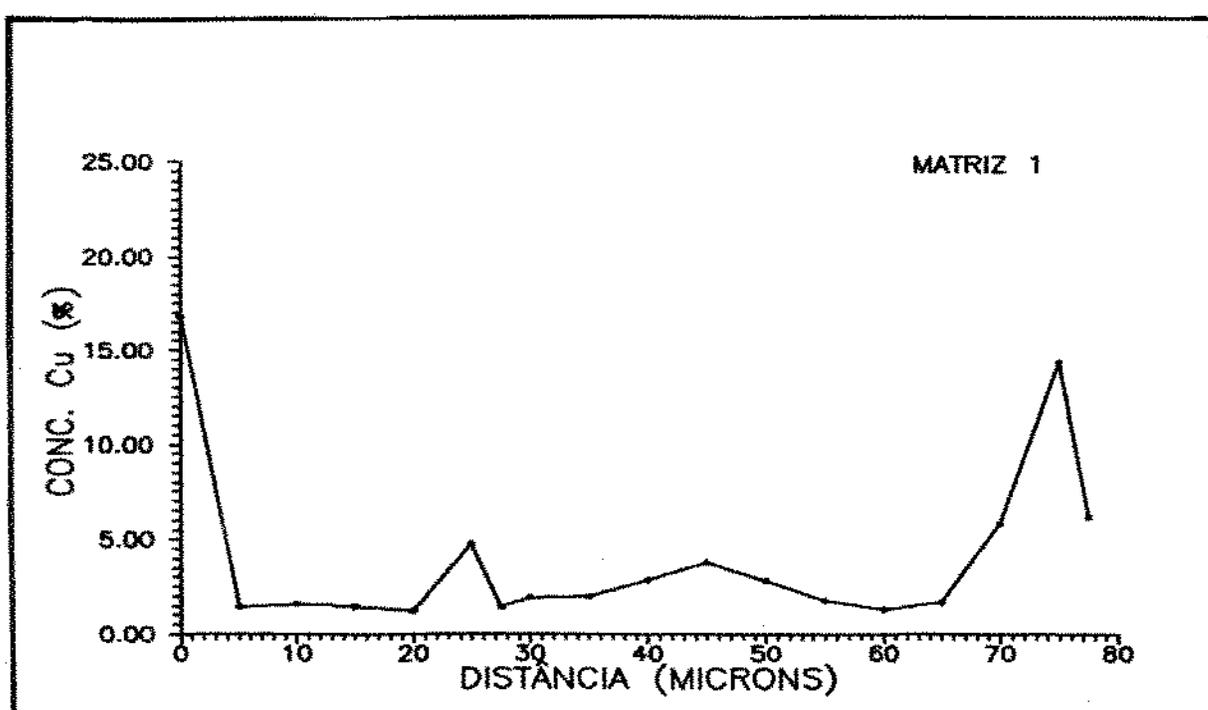
Figura IV.24 - Microestrutura da matriz:

(a) como fundida;

(b) após tratamento de homogeneização a 510°C por 10 horas.

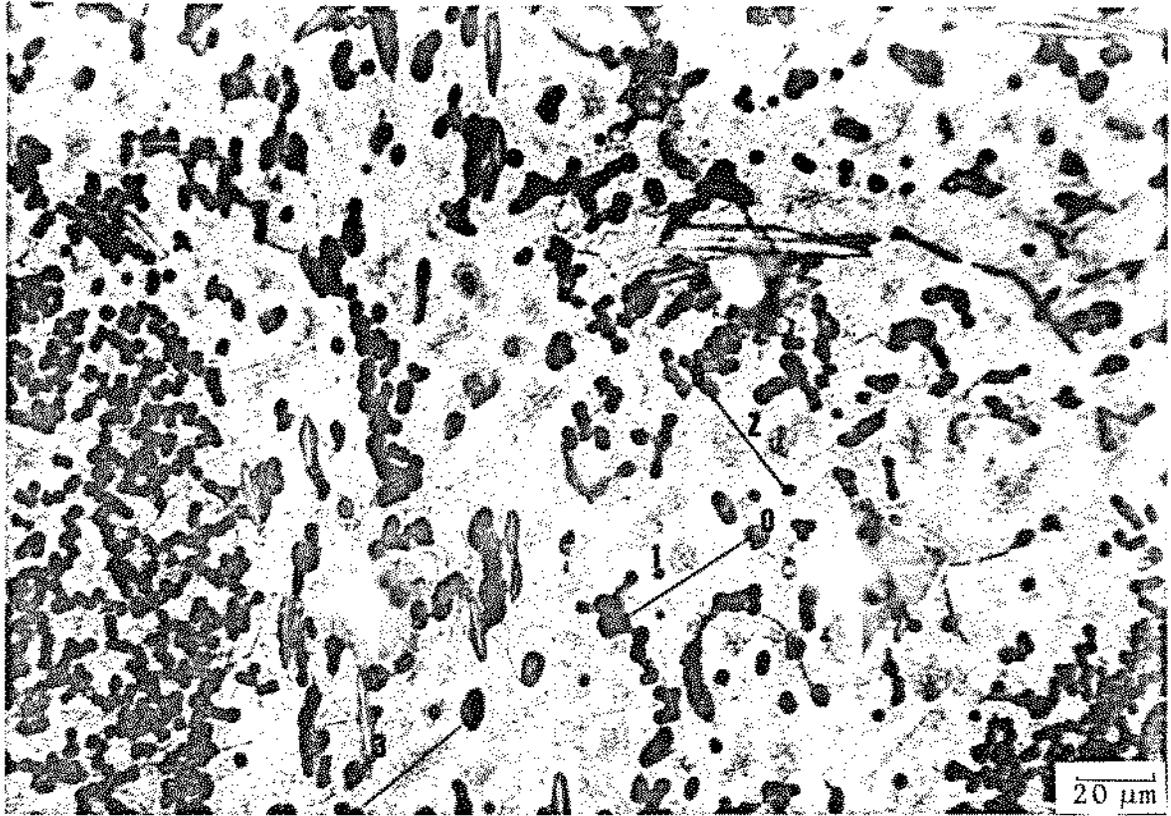


(a)

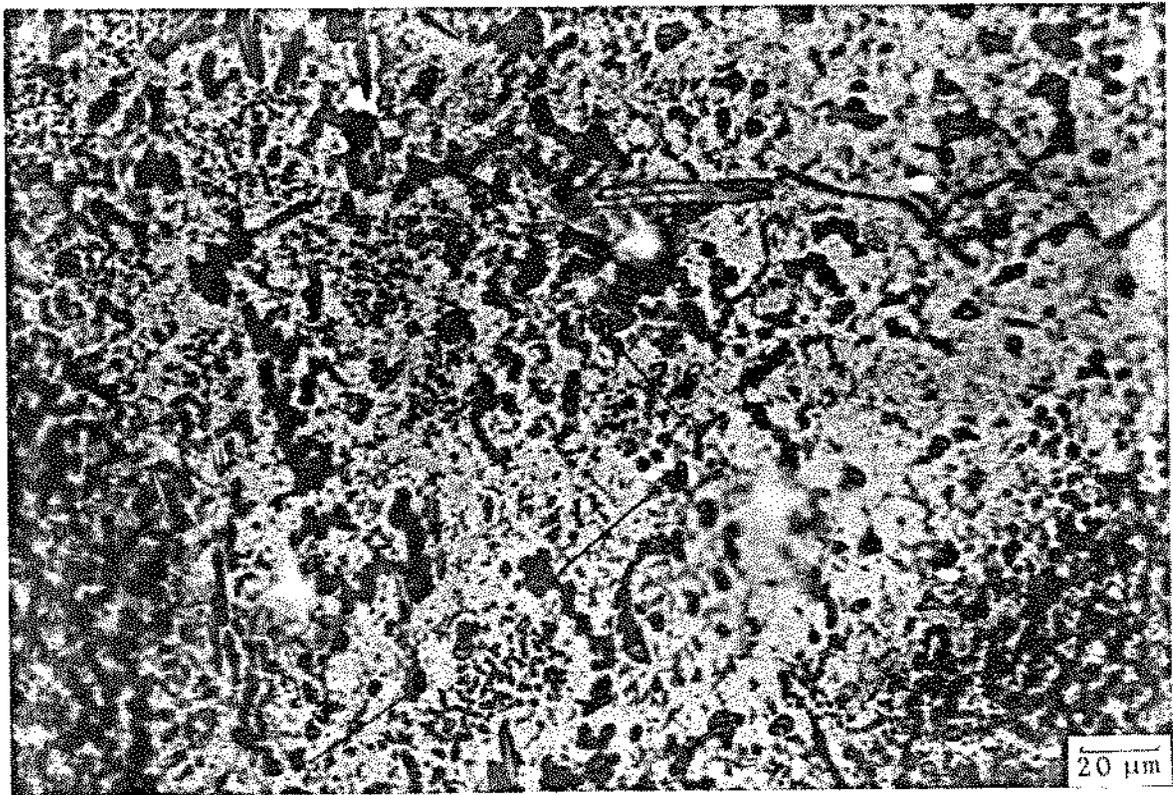


(b)

Figura IV.25 - Perfis de concentração do cobre na matriz:
 (a) como fundida;
 (b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 10 horas.



(a)

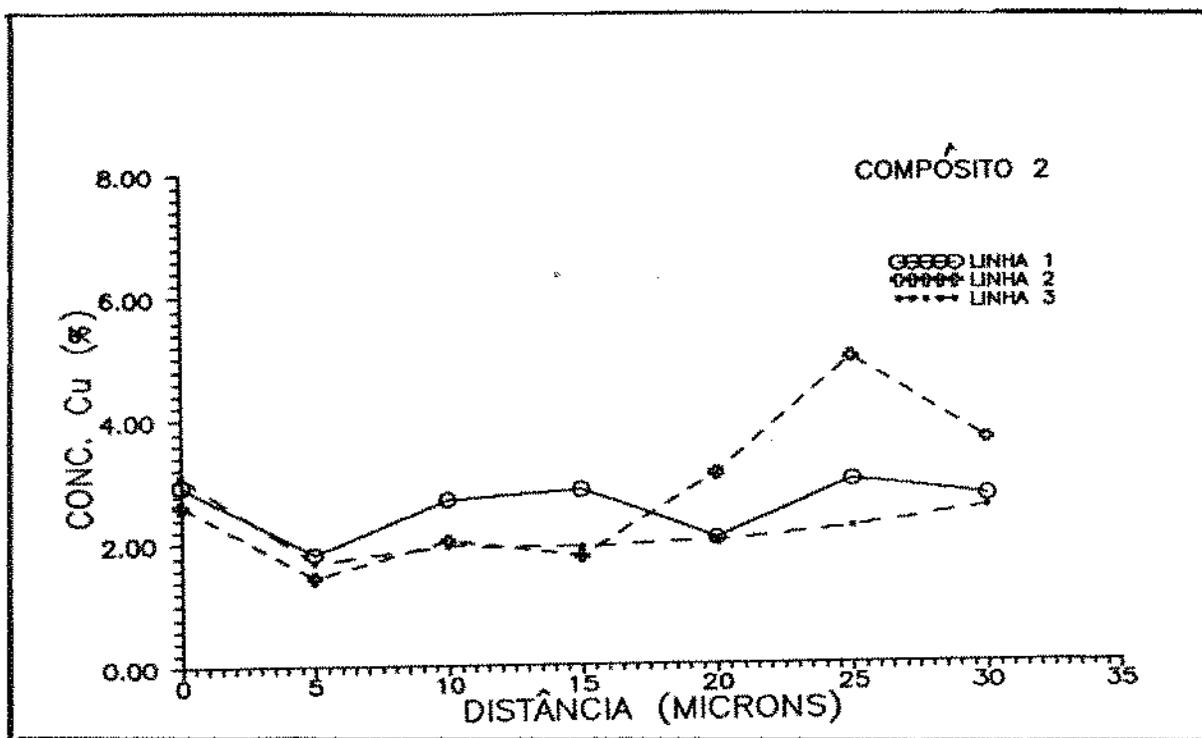


(b)

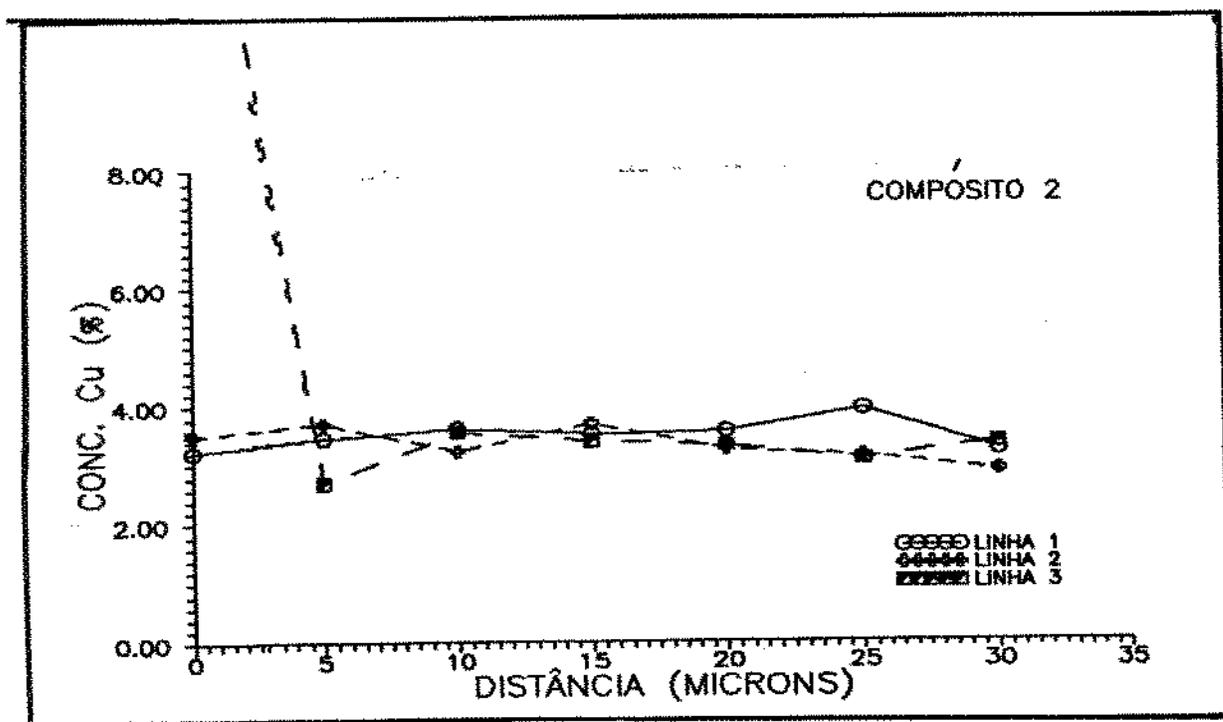
Figura IV.26 - Microestrutura do compósito:

(a) como fundido;

(b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 10 horas.



(a)



(b)

Figura IV.27 - Perfis de microsegregação do cobre no compósito:
 (a) como fundido;
 (b) após tratamento de homogeneização à 510°C por 10 horas.

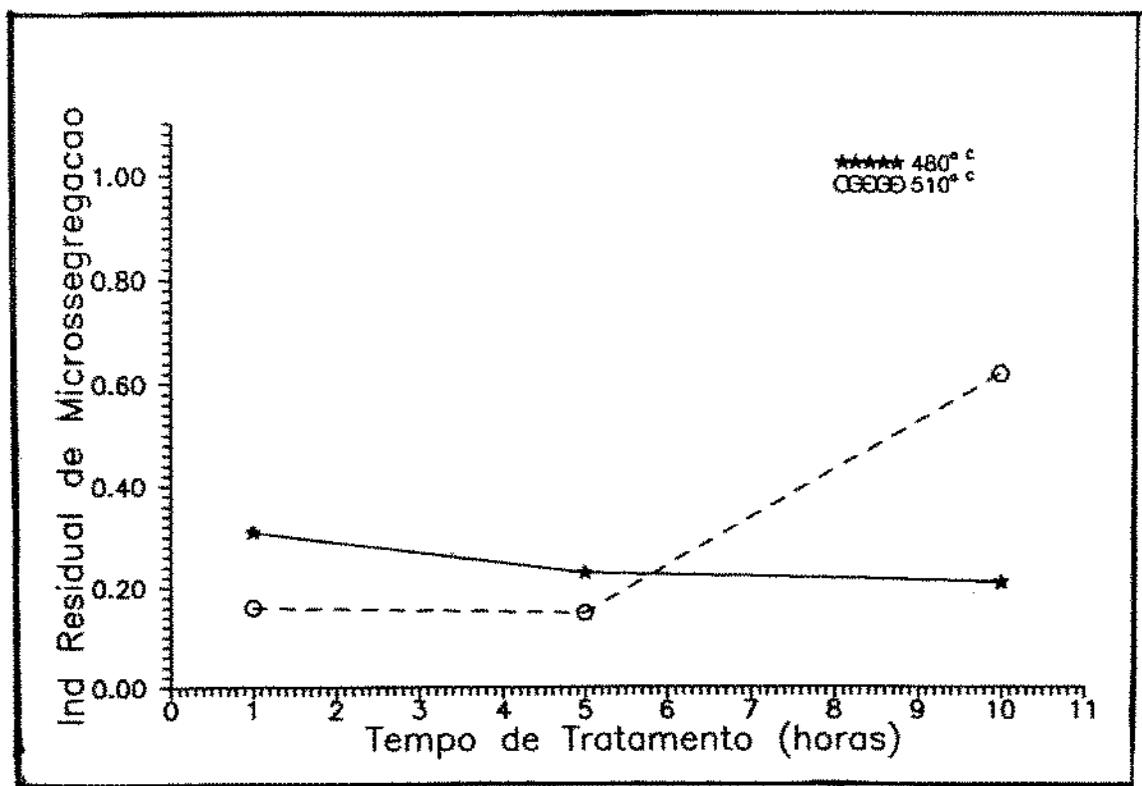


Figura IV.28 - Índice de Microsegregação Residual em função das condições de tratamento para a matriz.

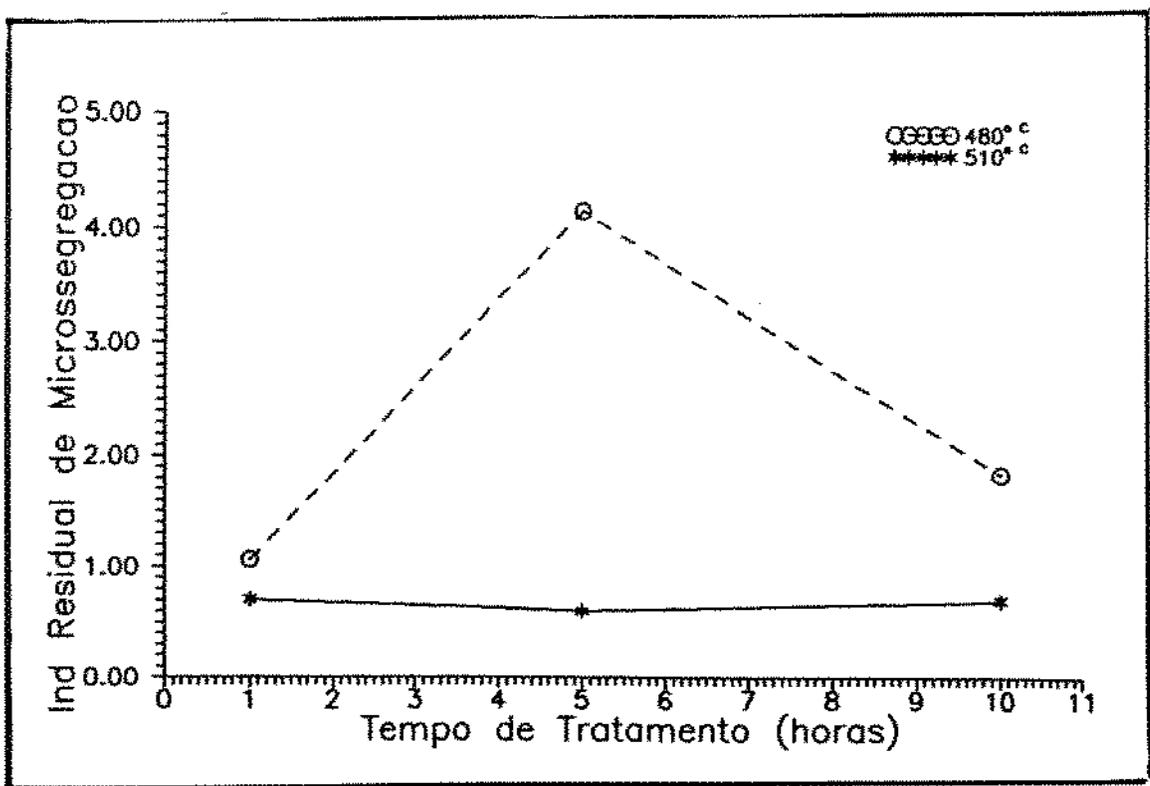


Figura IV.29 - Índice de Microsegregação Residual em função das condições de tratamento para o compósito.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS DO CAPÍTULO IV

- [1] BADINI, C. - "SiC Whiskers-Aluminium 6061 Composite: Microstructure and Mechanical Characteristic Anisotropy", Journal of Materials Science, 25, 1990, pp 2607 - 2614.
- [2] JINGYU YANG, D; CHUNG, D.L. - "Casting Particulate and Fibrous Metal - Matrix Composites by Vacuum Infiltration of a Liquid Metal Under an Inert Gas Pressure", Journal of Materials Science, 24, 1989, pp 3605 - 3612.
- [3] LATOYE, L.; SUÉRY, M. - "Modelling of Particle Segregation During Centrifugal Casting of Al - Matrix Composites", Proc. of Int. Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, Chicago, Sept. 1988, pp 15 - 20.
- [4] GUNGOR, M.N.; CORNIE, J.A.; FLEMINGS, M.C. - "Solidification Processing of an Aluminum/Alumina Composite", Proc. the Int. Symposium on Advances in Cast Reinforced Metal Composites, Sept. 1988, Chicago, pp 39 - 45.
- [5] MASUR, L.J.; MORTENSEN, A.; CORNIE, J.A.; FLEMINGS, M.C. - "Pressure Casting of Fiber - Reinforced Metals", Proc. of Sixth Int. Conference on Composite Materials - ICCM, London, July 1987, pp 2.321 - 2.329.

V - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Neste capítulo são discutidos os resultados apresentados no capítulo anterior, buscando-se o entendimento dos fenômenos que levaram aos resultados obtidos.

V.1 EFEITO DAS CONDIÇÕES DE TRATAMENTO NA ESTRUTURA DA LIGA SEM REFORÇO

O efeito do tempo de tratamento térmico na microestrutura das matrizes tratadas a 480°C é apresentado nas figuras IV.4, IV.8 e IV.12. Observa-se que o aumento do tempo de tratamento leva à menores gradientes de coloração, e à dissolução parcial dos contornos dendríticos. Os respectivos perfis de concentração de cobre comprovam a redução do gradiente com o aumento do tempo de tratamento, sendo observado o menor gradiente na amostra tratada pelo tempo mais longo. A homogeneização mais eficiente é obtida à esta temperatura, para o maior tempo de tratamento, como pode ser observado nos perfis apresentados nas figuras IV.5, IV.9 e IV.13. Nota-se dissolução parcial do eutético presente nos contornos, levando a um aumento da composição média da liga, conforme observado nos resultados de microanálise obtidos.

Pode-se observar globularização da fase eutética remanescente, se iniciando já para o menor tempo de tratamento.

Quanto ao tratamento à maior temperatura, pode-se observar, pelas figuras IV.16, IV.20 e IV.24, que a matriz tratada por 5 horas apresenta melhor resultado de distribuição do cobre. Neste caso, uma estrutura quase que totalmente homogênea é obtida: apenas algumas ilhas isoladas de CuAl_2 ainda podem ser observadas. Há total dissolução de contornos dendríticos originais.

Da análise dos perfis de concentração do cobre apresentados nas figuras IV.17, IV.21 e IV.25 observa-se aumento da composição média da liga com tempo de tratamento, de 1 a 5 horas, devido à dissolução do eutético.

A globularização do eutético nos contornos nos estágios iniciais da difusão (1 hora de tratamento) pode ser explicada pela dissolução preferencial de regiões onde o contorno é mais estreito. Esta dissolução interrompe a continuidade do contorno, criando pequenas "ilhas" de eutético, que tendem a se globularizar para diminuir sua energia superficial.

Estes resultados já foram anteriormente observados por Singh, Brody, Flemings, Kattamis e Skolianos [1 - 4]: a dissolução parcial de eutéticos em contornos dendríticos, para condições de homogeneização não completa, levando à formação de pequenos glóbulos desta fase.

Os resultados obtidos para tratamentos da liga utilizada, por 1 e 5 horas a 480° e 510°C indicam uma cinética de dissolução do CuAl_2 e difusão do cobre na matriz mais acelerada à maior temperatura, como é de se esperar, uma vez que estes fenômenos são termicamente ativados. O grau de homogeneização obtido a 510°C por 1 hora é superior ao obtido para 10 horas a 480°C, indicando a fundamental importância da temperatura nos mecanismos de dissolução e difusão.

Uma completa homogeneização da liga, prevista para o tratamento à 510°C por 10 horas, com base nos resultados obtidos para 1 e 5 horas de tratamento a esta temperatura, não se confirma para as amostras analisadas. Nesta condição, não se obtém completa dissolução de eutéticos, além de se observar a presença de inúmeras partículas, identificadas como CuAl_2 , presentes no interior das dendritas originais, cujos contornos não se dissolveram.

A figura V.1 apresenta a microestrutura da liga utilizada, tratada por 10 horas a 510°C. Estão presentes os contornos originais, com tendência ao arredondamento de sua morfologia e partículas de CuAl_2 de diferentes dimensões espalhadas pela matriz.

Uma explicação para a fraca dissolução do eutético original e a precipitação de adicional CuAl_2 no interior da matriz seria o alto teor de cobre nominal na liga utilizada. Considerando que este valor está próximo da solubilidade máxima do cobre no Al - α (teoricamente igual a 5,65% Cu - [5]) e num fundido a distribuição do soluto não é homogênea a

níveis micro e macroscópico, pode-se supor que a região tratada tenha maior teor de cobre (um leve aumento já seria suficiente). Neste caso, após um breve tempo de difusão para eliminação de gradientes e alguma dissolução do eutético original, a matriz saturaria em cobre, provocando a precipitação de CuAl_2 como pequenas partículas distribuídas por toda sua extensão, e a paralisação da dissolução do eutético original, que tenderia agora a arredondar seus contornos para redução de tensões superficiais.

Através das microestruturas e perfis de concentração de cobre obtidos no tratamento das matrizes, pode-se pensar nos mecanismos envolvidos nas modificações estruturais observadas. Nos estágios iniciais do tratamento, ocorre a dissolução dos eutéticos mais finos dos contornos, os quais se tornam descontínuos, constituídos de pequenos blocos enfileirados, que se globularizam para redução de energia superficial. O cobre liberado se difunde para a região mais pobre neste elemento, isto é, o centro das dendritas, da mesma maneira que o cobre em solução na matriz, no sentido de reduzir gradientes composicionais. Com o aumento do tempo de tratamento pode ocorrer a dissolução destes glóbulos, com a simultânea redistribuição do cobre na liga por difusão, aumentando sua composição média.

Na figura V.2 são apresentadas microestruturas da matriz obtidas no MEV. Em (a), antes do tratamento, e em (b) após tratamento à 510°C por 5 horas, por elétrons secundários e por Raios-X do cobre. Antes do tratamento, observa-se o eutético em contornos de grãos e de dendritas, a imagem por Raios-X do cobre comprova maior concentração deste elemento nestas regiões. Após o tratamento, contornos contendo eutéticos não são mais observados, restando poucos glóbulos do eutético. A imagem por Raios-X do cobre revela uma distribuição regular e uniforme deste elemento na matriz, como se observa em (b2).

V.2 - EFEITO DAS CONDIÇÕES DE TRATAMENTO NA ESTRUTURA
DA LIGA REFORÇADA

Pela análise das microestruturas do compósito tratadas a 480°C pelos diferentes tempos (1, 5 e 10 horas), e apresentadas nas figuras IV.6, IV.10 e IV.14, se observa a redução de gradientes composicionais na matriz, por efeito do tratamento térmico. Em curtos tempos de tratamento (1 hora), já se observa a precipitação de glóbulos identificados como CuAl_2 nos espaçamentos inter-fibras, sendo mais numerosos em pequenos espaçamentos; estas regiões apresentavam altos gradientes de cores antes do tratamento.

Com o aumento do tempo de tratamento para 5 horas observa-se o agrupamento destas partículas de CuAl_2 precipitadas em regiões com reduzidos espaçamentos inter-fibras, o que pode provocar seu engrossamento por coalescência entre partículas que entram em contato.

Pode-se observar também a mudança de morfologia do eutético remanescente junto às fibras: para redução de tensões superficiais, blocos de eutético, ao invés de filamentos originais, são formados.

Observando-se os perfis de concentração de cobre destas amostras, apresentados nas figuras IV.7, IV.11 e IV.15, observa-se pequeno aumento na composição média da liga em tempos curtos de tratamento (1 e 5 horas), indicando homogeneização da matriz e dissolução parcial do eutético original. O aumento do tempo ocasiona diminuição nesta composição média, devido, provavelmente, à precipitação do cobre que estava dissolvido na matriz sob a forma de CuAl_2 .

A análise dos índices de Microsegregação Residual (δ_1) obtidos confirma estas observações: observa-se pequena diminuição no valor de δ_1 nos estágios iniciais de tratamento, seguido de pequeno aumento, retornando ao valor obtido após 1 hora de tratamento.

Nos compósitos tratados à 510° C, cujas microestruturas são apresentadas nas figuras IV.18, IV.22 e IV.26, observa-se também a precipitação de glóbulos de CuAl_2 mesmo em curtos tempos de tratamento; o aumento do tempo provoca a precipitação de maior número de glóbulos. Nas amostras tratadas pelo tempo mais longo (10 horas), observa-se o crescimento destes glóbulos, o que pode ter ocorrido por coalescência. Também são observados maior número de precipitados em reduzidos

espaçamentos inter-fibras, onde estas agem como barreiras à difusão do cobre.

Pelos perfis de concentração de cobre destes compósitos, apresentados nas figuras IV.19, IV.23 e IV.27, observa-se aumento na composição média das amostras tratadas por 1 e 5 horas, sendo o aumento mais efetivo na amostra tratada pelo menor tempo. O aumento do tempo de tratamento provoca a diminuição da composição média do compósito, sugerindo precipitação de cobre sob a forma de CuAl_2 .

Da análise dos Índices de Microsegregação Residual (δ_1) obtidos para as amostras tratadas nesta temperatura, o menor valor é encontrado no compósito tratado pelo menor tempo.

Os resultados obtidos no tratamento da liga reforçada indicam uma cinética de dissolução da fase eutética e redistribuição do cobre mais eficiente à menor temperatura pelo tempo médio (5 horas). O aumento do tempo e/ou temperatura de tratamento provoca aumento na precipitação da fase CuAl_2 nas regiões inter-fibras, provavelmente devido às fibras atuarem como barreiras à difusão do soluto.

A figura V.3 apresenta as microestruturas dos compósitos tratados a 480°C por 1 hora (em (a)) e a 510°C por 5 horas (em (b)). Observa-se em (a) o aparecimento de glóbulos da fase CuAl_2 , ocorrendo já em estágios iniciais de tratamento.

O eutético original remanescente, observado mais claramente em (b), aparece na forma de placas contínuas ao redor das fibras.

A figura V.4 apresenta microestruturas obtidas no MEV: em (a), antes do tratamento, e em (b) após tratamento a 510°C por 5 horas, por elétrons secundários e por Raios-X do cobre na mesma região. Antes dos tratamentos, observa-se o eutético ao redor de fibras, e pouco cobre dissolvido no espaço inter-fibras. Após tratamento, observa-se a fase eutética ao redor das fibras, formando um bloco contínuo mais grosseiro em regiões de reduzidos espaçamentos inter-fibras.

Pelas observações experimentais, constata-se que o tempo para eliminação de gradientes composicionais na liga é muito mais curto no compósito do que na matriz sem reforço, dadas as pequenas distâncias para difusão do soluto no compósito. A taxa de redução da microsegregação é, no entanto, maior na liga sem reforço devido à maior

força motriz inicial (maior gradiente inicial).

Observa-se a existência de um tempo crítico no tratamento do compósito, além do qual ocorre a saturação da matriz e precipitação da fase CuAl_2 , piorando a redistribuição do cobre. Subsequente aumento do tempo de tratamento provoca o engrossamento do eutético remanescente ao redor das fibras e da fase CuAl_2 precipitada. O aumento na temperatura de tratamento acelera estes processos, formando os precipitados em tempos mais curtos.

Na matriz sem reforço, a dissolução de fases e transporte de massa é incentivado pelo aumento do tempo e / ou temperatura de tratamento, uma vez que não há barreiras físicas para a difusão.

Os mecanismos envolvidos devem ser os mesmos, porém no compósito as fibras atuam como barreiras à difusão, formando pequenas regiões isoladas dentro da estrutura. Como o soluto não consegue se difundir pela matriz do compósito e com o tratamento ocorre a dissolução de mais eutético, a máxima solubilidade é alcançada em curtos tempos de tratamento, provocando a precipitação de glóbulos de composição CuAl_2 .

Como último comentário, pode-se acrescentar que não foi observada, com as técnicas utilizadas, nenhuma alteração das fibras durante os tratamentos.

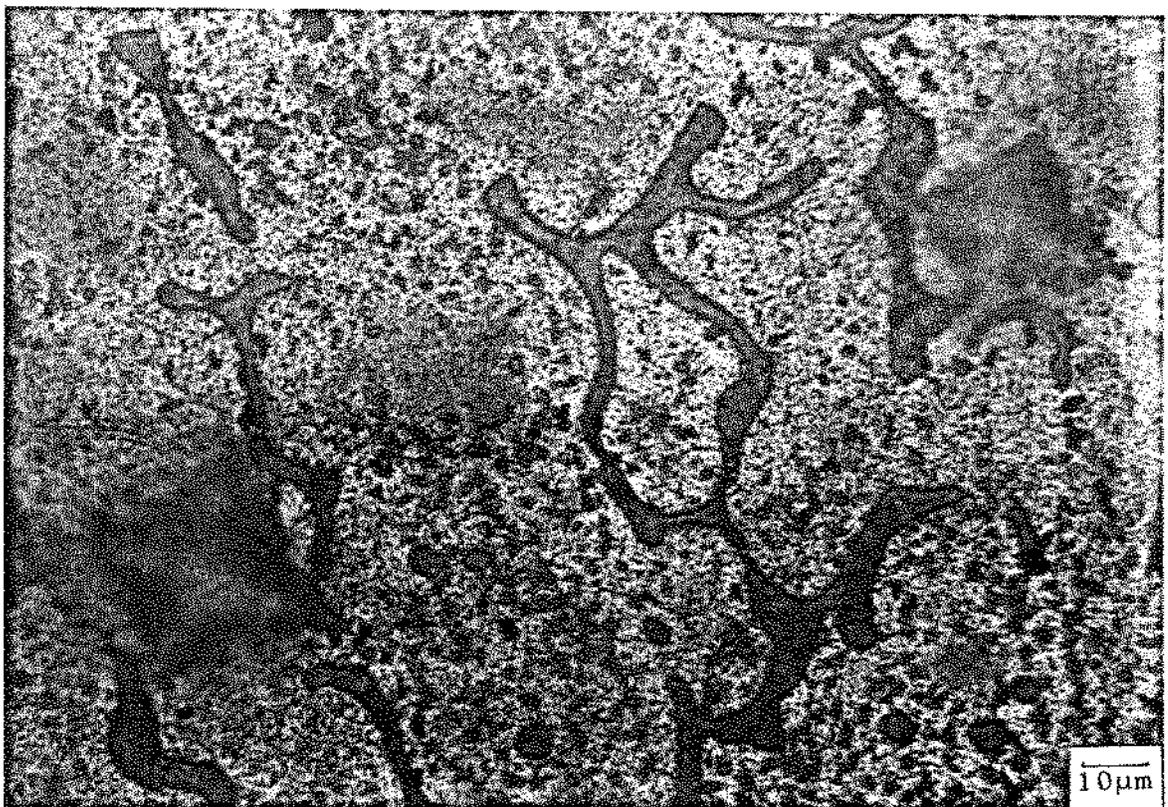
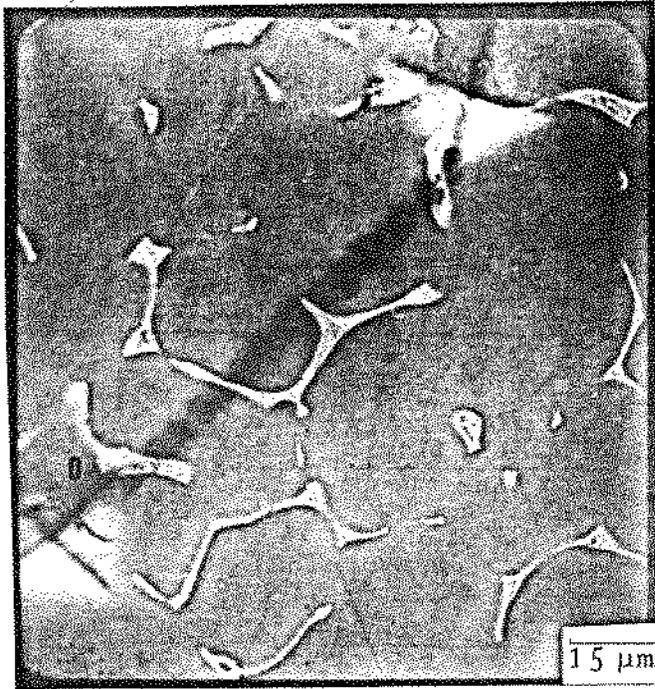
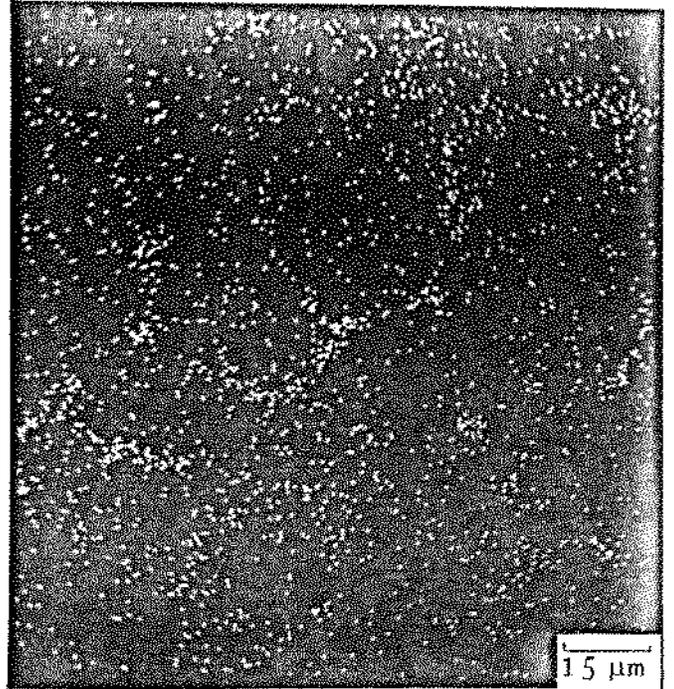


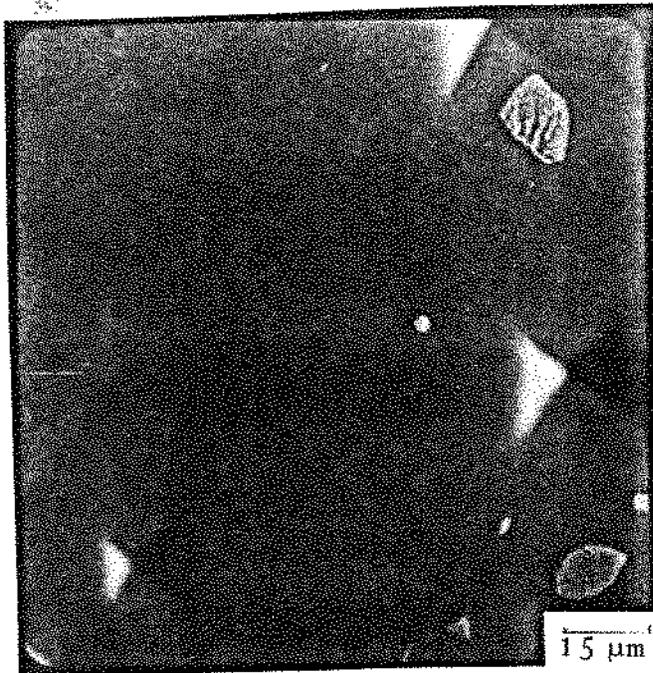
Figura V.1 - Microestrutura da liga Al 5,7%Cu tratada a 510°C por 10 horas.



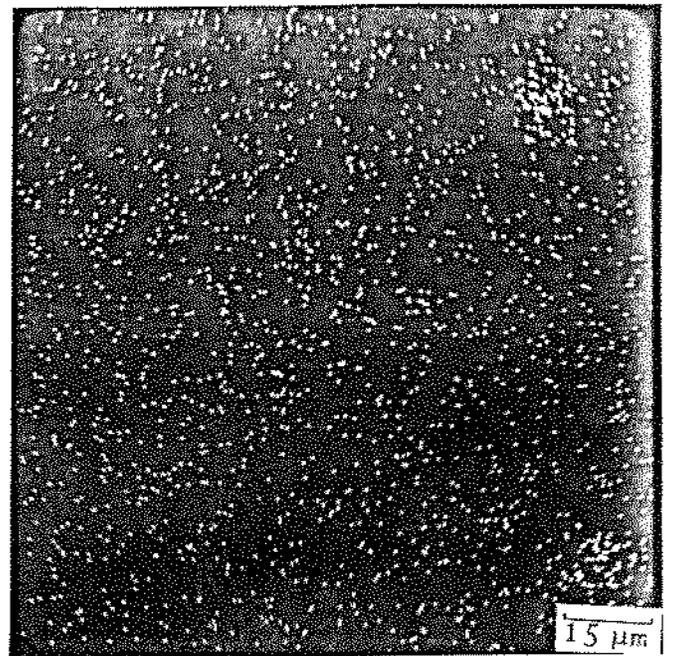
(a1)



(a2)



(b1)



(b2)

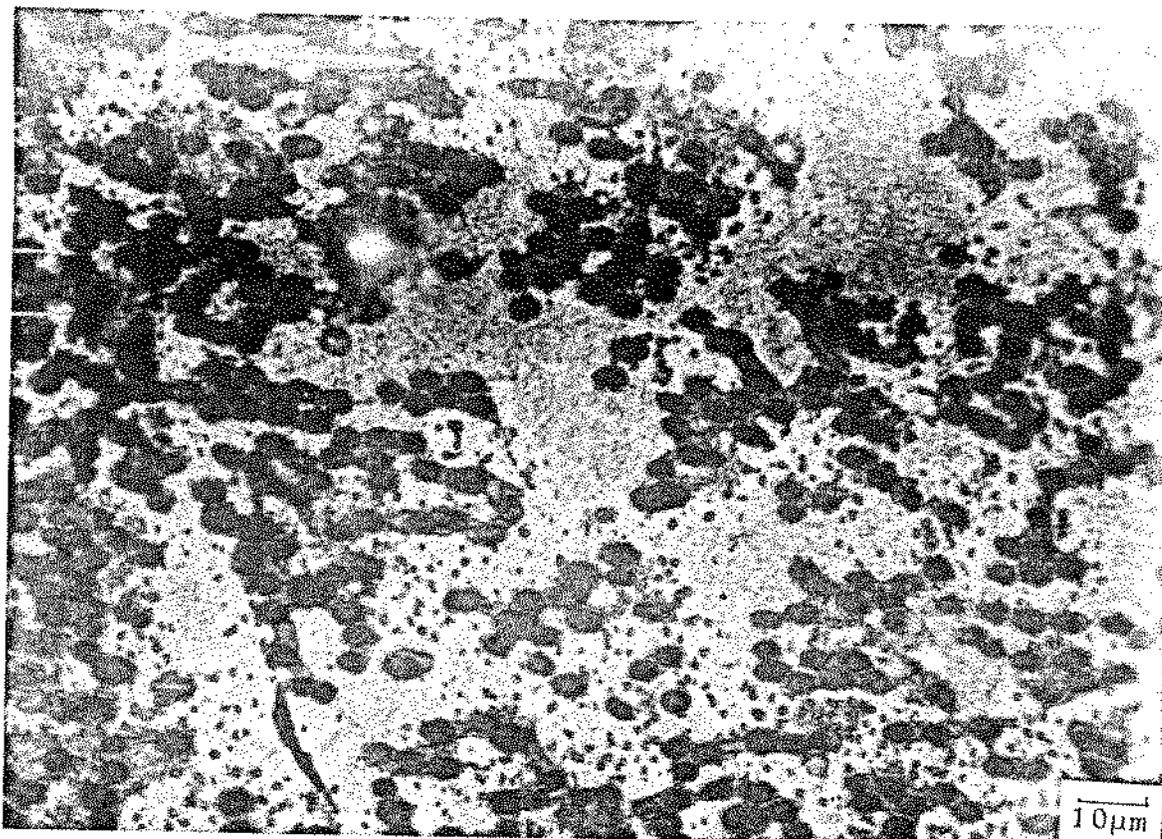
Figura V.2 - Microestruturas da matriz Al 5,7%Cu obtidas no MEV:

(a1) como fundida, por elétrons secundários;

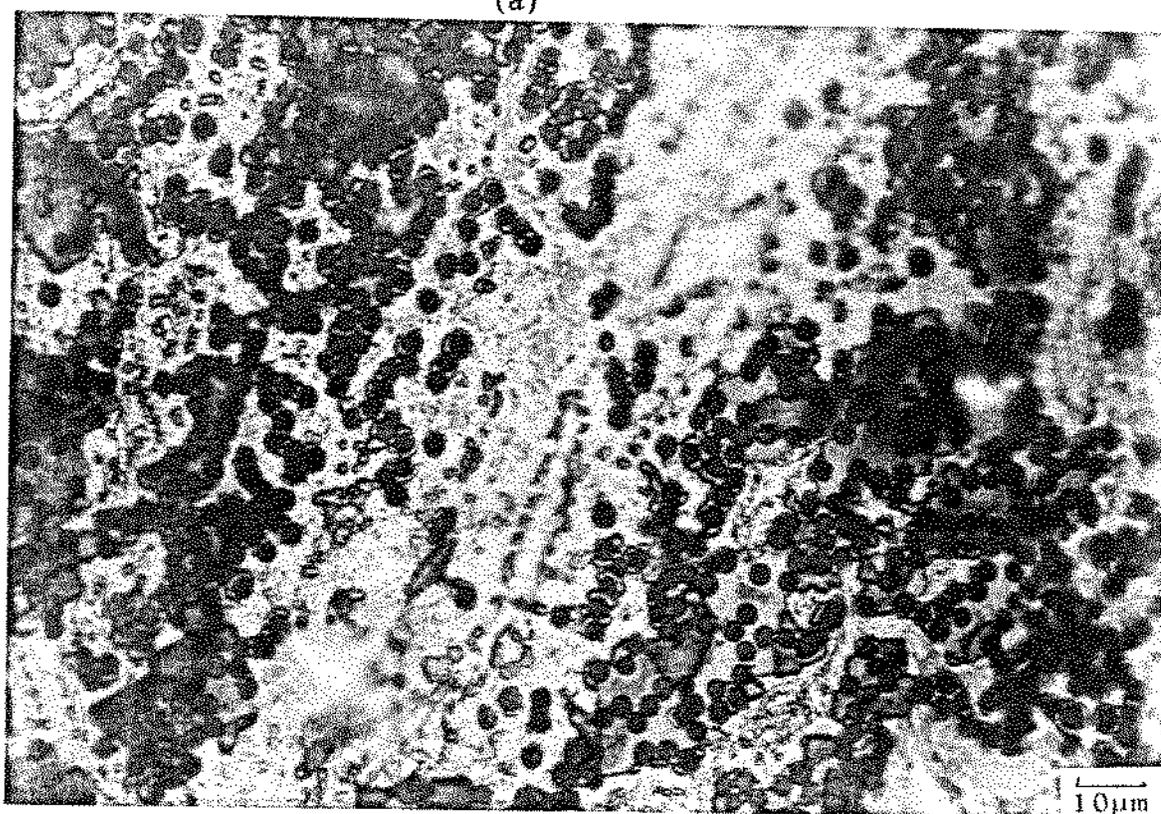
(a2) como fundida, por Raios-X do cobre na mesma região;

(b1) após tratamento a 510°C por 5 horas, por elétrons secundários;

(b2) após tratamento a 510°C por 5 horas, por Raios-X do cobre.



(a)

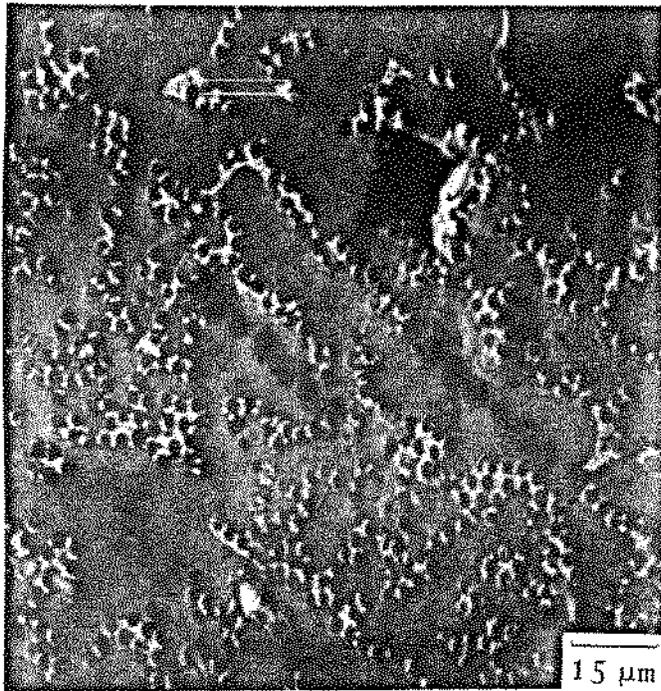


(b)

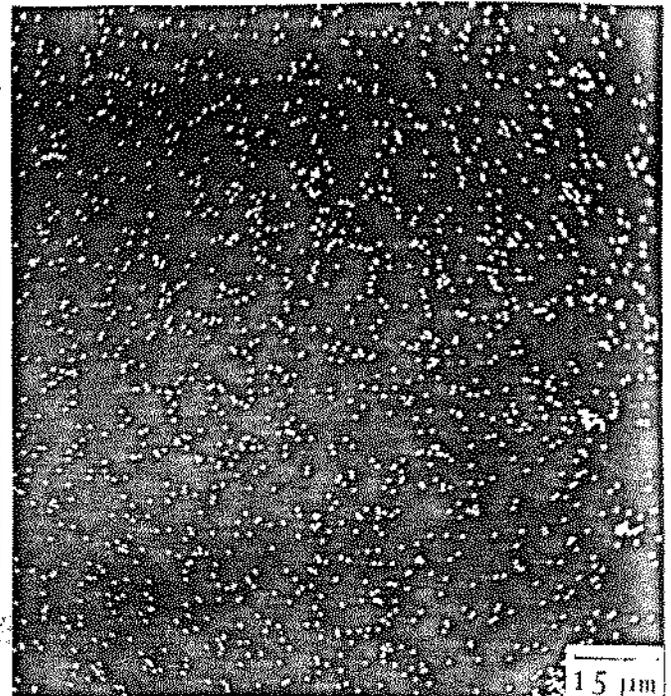
Figura V.3 - Microestruturas do compósito Al 5,7%Cu + 30% vol Al_2O_3 , tratadas nas seguintes condições:

(a) a 480°C por 1 hora;

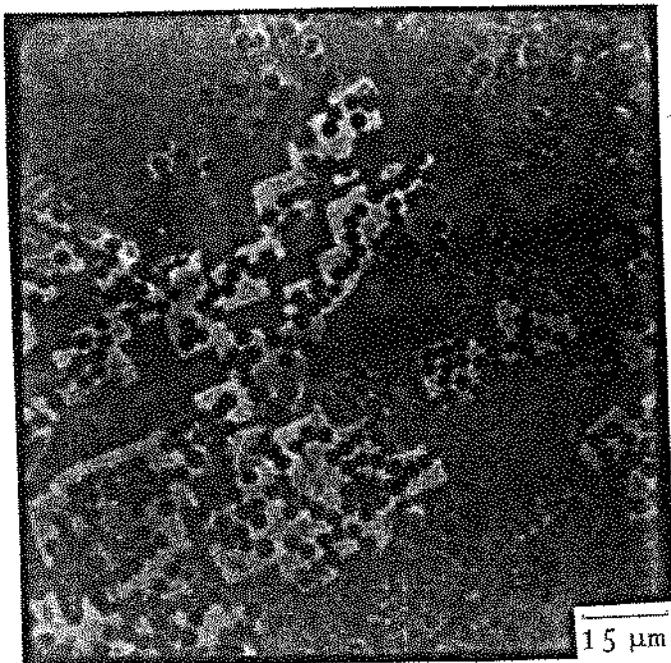
(b) a 510°C por 5 horas.



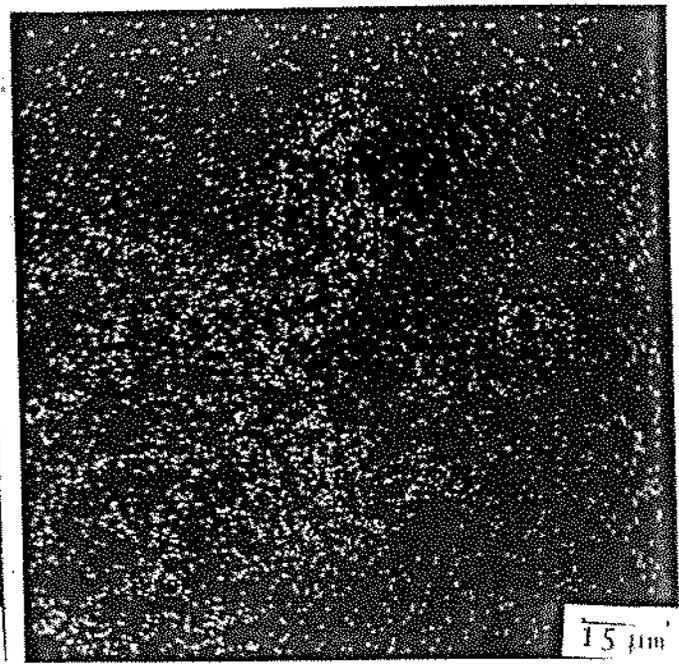
(a1)



(a2)



(b1)



(b2)

Figura V.4 - Microestruturas do compósito Al 5,7%Cu + 30% vol Al_2O_3 obtidas no MEV:

(a1) como fundido, por elétrons secundários;

(a2) como fundido, por Raios-X do cobre na mesma região;

(b1) após tratamento a 510°C por 5 horas, por elétrons secundários;

(b2) após tratamento a 510°C por 5 horas, por Raios-X do cobre.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS DO CAPÍTULO V

- [1] SINGH, S.N.; FLEMINGS, M.C. - "Solution Kinetics of a Cast and Wrought High Strength Aluminum Alloy", Trans. Metall. Soc. AIME, 245, 1966, pp 1803 - 1809.
- [2] BOWER, T.F.; BRODY, H.D.; FLEMINGS, M.C. - "Measurements of Solute Redistribution in Dendritic Solidification", Trans. Metall. Soc. AIME, 236, 1966, pp 624 - 634.
- [3] SKOLIANOS, S.; KATTAMIS, T.Z.; CHUNG, Y.R.; MERCHANT, H.D. - "Coarsening of Dispersed Intermetallic Phases in Al 4.5%Cu 2%Mn Alloy", Metall. Trans., 18 A, 1987, 1179 - 1190
- [4] SKOLIANOS, S. - "Microsegregation and Solution Kinetics in Al 4.5wt%Cu 2.0wt% Mn Alloys", Z. Metallkunde, Bd 82, 1991, H. 2, 89 - 95.
- [5] "Metals Handbook", American Society for Metals, 8th edition, 1973, pp 259.

VI - CONCLUSÕES

Baseando-se nas observações dos resultados obtidos neste trabalho, para os materiais e condições de tratamento analisadas, pode-se concluir que:

- 1) As microestruturas da liga Al - 5,7% peso Cu e do compósito Al - 5,7% peso Cu + 30 % vol Al₂O₃ na forma de fibras semi-contínuas de diâmetro médio igual a 3 µm produzidas nas mesmas condições de solidificação, diferem substancialmente entre si: enquanto uma estrutura dendrítica típica, com espaçamento interdendrítico da ordem de 30 µm é observada na liga, braços dendríticos não são observados no compósito. Neste caso, espaçamentos inter-fibras médios da ordem de 25 - 30 µm são produzidos, contendo microsegregação com padrões repetitivos de 10 µm. A fase eutética é observada sempre junto ao reforço.
- 2) Os perfis de distribuição de cobre em ambos os materiais no estado como fundido revelam que a microsegregação deste elemento é mais acentuada na liga sem reforço do que no compósito. Maiores valores nos Índices de Microsegregação são sempre obtidos na matriz, tanto no estado fundido quanto após tratamento, quando comparados com os obtidos para os compósitos.
- 3) O efeito de tratamentos térmicos a 480° e 510°C, por tempos variando de 1 a 10 horas é substancialmente diferente na liga e no compósito analisados neste trabalho; a liga sem reforço sofre homogenização por dissolução da fase eutética e difusão de cobre no sentido da redução de gradientes de composição, enquanto no compósito parece haver somente parcial dissolução de eutético, enriquecimento de cobre na região inter-fibras, até sua saturação, seguida de precipitação de pequenos globulos de CuAl₂. A estrutura do compósito analisado não sofre, portanto, homogenização da distribuição de cobre com as condições de tratamento utilizadas.

4) O menor Índice de Microsegregação Residual da liga tratada a 480°C foi obtido para 10 horas de tratamento; enquanto que à temperatura de 510°C a homogeneização quase total já ocorre após 5 horas de tratamento.

5) Os menores Índices de Microsegregação Residual no compósito foram obtidos por tratamento a 480°C; a influência do tempo de tratamento no valor do δ_1 não pode ser considerada significativa. Reduzidos tempos tendem a promover melhor homogeneização da distribuição do cobre. O aumento do tempo e/ou temperatura de tratamento tendem a promover precipitação de CuAl_2 no espaçamento inter-fibras.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Algumas possíveis sugestões para trabalhos posteriores, em continuação à este, são:

- Estudar as condições necessárias à homogeneização do compósito analisado, com redistribuição de soluto e dissolução total da fase eutética. Este trabalho permite sugerir as condições: redução do teor de cobre na liga, menor tempo de tratamento, aumento do espaçamento inter-fibras.

- Estudar a cinética de homogeneização para diferentes teores de reforço, auxiliado por técnicas de medida da quantidade de eutético remanescente.

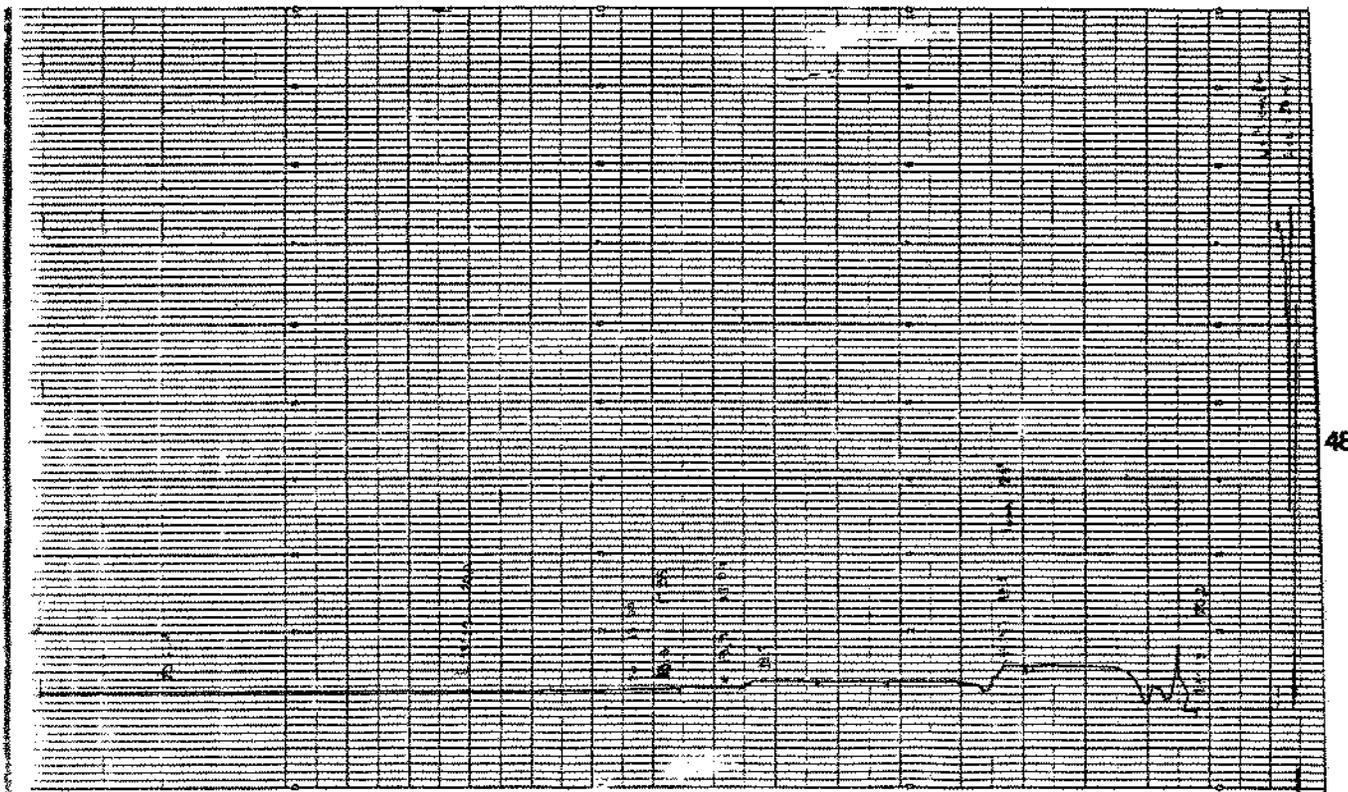
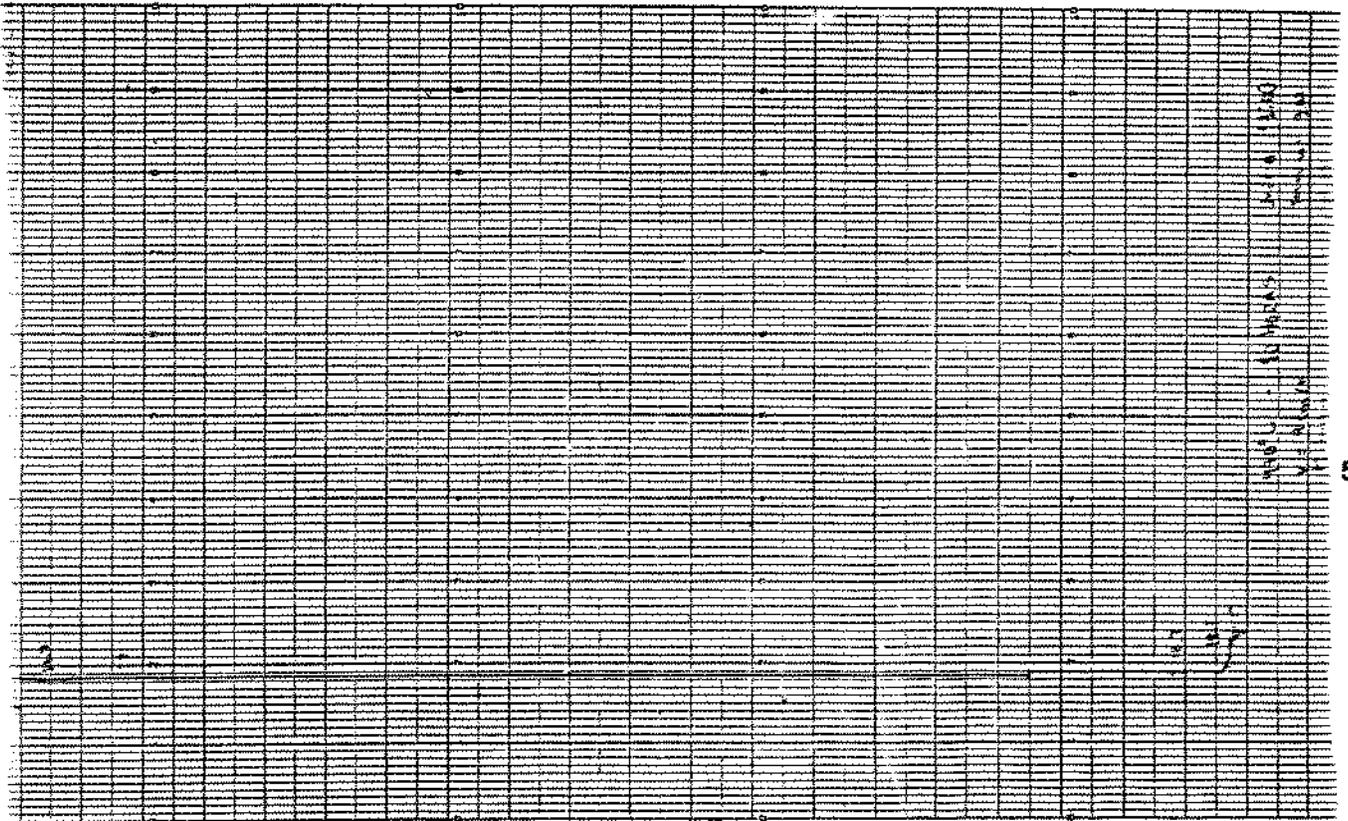
- Estudar o comportamento da interface fibra/reforço com o tratamento térmico.

- Estudar o comportamento da fibra com o tratamento térmico.

- Estudar a influência de tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas do compósito.

APENDICE A

Gráficos de temperatura X tempo dos tratamentos.



APÊNDICE B

Perfis de concentração de cobre em função das condições de tratamento.

