UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS
INSTITUTO DE FÍSICA DE SÃO CARLOS
INSTITUTO DE QUÍMICA DE SÃO CARLOS

JEFERSON DE OLIVEIRA

**Caracterização frutográfica de compósito particulado de matriz metálica
submetido a ensaios de impacto, flexão e fadiga**

São Carlos

2013

JEFERSON DE OLIVEIRA

**Caracterização fratógráfrica de compósito particulado de matriz metálica
submetido a ensaios de impacto, flexão e fadiga**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientador: Prof. José Ricardo Tarpani

São Carlos

2013

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTES TRABALHOS, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica preparada pela Seção de Tratamento
da Informação do Serviço de Biblioteca – EESC/USP

OLIVEIRA, Jeferson.

T693f Caracterização fratográfica de compósito de matriz metálica submetido a ensaios de impacto, flexão e fadiga. / Jeferson de Oliveira ; orientador José Ricardo Tarpani. São Carlos, 2013.

Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação de Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais) -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2013.

1. Compósito de matriz metálica. 2. Fratografia. 3. Liga de Alumínio. 4. Compofundição. 5. Ensaio mecânico. I. Título.

Este exemplar foi revisado e alterado em relação ao original defendido em 18 de Fevereiro, segundo as orientações da comissão julgadora, sob a exclusiva responsabilidade do autor.

São Carlos, 18 de Abril de 2013.

Jeferson de Oliveira

***À minha noiva Juliana,
E aos meus pais Dorival e Fátima.
Dedico este trabalho com amor
e gratidão pela compreensão, carinho,
presença e incansável apoio ao longo desta jornada.***

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof e Orientador José Ricardo Tarpani pela orientação, confiança, paciência e ensinamentos.

Ao Dr. Omar Maluf pelos conselhos e disposição em ajudar.

Ao MSc. Alexandre Portela pela amizade e imensa ajuda em especial nas atividades de laboratório.

Aos professores que, de alguma forma, contribuíram para minha formação, em especial: Antonio José Félix de Carvalho, Cassius Olívio Figueiredo Terra Ruchert, Haroldo Cavalcanti Pinto, Marcelo Falcão de Oliveira, Rafael Salomão, Waldek Wladimir Bose Filho e Vera Lúcia Arantes.

Aos técnicos do SMM-EESC-USP, Alberto, Eliézer (Tico), Douglas, Silvano, Pedro e João,

Aos técnicos do LCE-DEMA_UFSCAR, Vitor, sempre pronto a ajudar com toda a paciência.

Aos colegas do Grupo de Materiais Compósitos Estruturais do SMM-EESC-USP pela harmonia, colaboração e companheirismo.

A todos os pós-graduandos e alunos do Departamento, que estão ou que já passaram pelos laboratórios de Engenharia de Materiais. Obrigado pela companhia, diversão e boas conversas, em especial: Leonardo, Luiz Henrique, Oládio, Otávio, Danilo, Bacha, Alberto, dentre outros.

A todos os funcionários do PPG Interunidades em Ciência e Engenharia dos Materiais e da Engenharia de Materiais da EESC-USP.

Ao Programa de Pós-Graduação Interunidades em Ciência e Engenharia dos Materiais da USP-São Carlos pela infra-estrutura e formação acadêmica providas durante meu Mestrado.

À Capes pelo suporte financeiro, na forma de bolsa de estudos, para o desenvolvimento desse trabalho.

Ao CNPq por financiar a fabricação do sistema de manufatura compósita por agitação em vórtice através do Projeto Universal (480552/2008-8) concedido ao

orientador desta Dissertação de Mestrado, além de proporcionar uma bolsa de estudos em nível de Iniciação Científica ao ex-graduando em Engenharia Mecânica Bruno Eduardo Hernandez Seraphim.

A FAPESP, pela bolsa de estudos em nível de pós-doutoramento outorgada a Omar Maluf (Processo 2007/00762-7), que iniciou os estudos em Materiais Compósitos Estruturais Particulados de Matriz Metálica no SMM-EESC-USP.

À minha noiva Juliana Torini pelo incentivo e apoio. Obrigado pelo carinho, amor e dedicação.

Aos meus pais por acreditarem em mim, pela exemplar educação dada e por serem responsáveis por tudo que sou.

A todos os que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

“No que diz respeito ao empenho, ao compromisso, ao esforço, à dedicação, não existe meio-termo. Ou você faz uma coisa bem feita ou não faz”.

Ayrton Senna

“Não se pode resolver os problemas utilizando o mesmo tipo de pensamento que usamos quando os criamos”.

Albert Einstein

RESUMO

OLIVEIRA, J. **Caracterização fraturográfica de compósito de matriz metálica submetido a ensaios de impacto, flexão e fadiga.** 143p. Dissertação de Mestrado em Ciências & Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo: Escola de Engenharia de São Carlos, Instituto de Física de São Carlos, Instituto de Química de São Carlos, São Carlos-SP, 2013.

Este trabalho versa sobre a inspeção fraturográfica por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a análise micro-química por Energia Dispersiva de Raios-X de superfícies de fratura de um compósito particulado de matriz metálica (CMM = liga AA356 + SiC) manufaturado por compofundição e submetido a diferentes classes de ensaios mecânicos, a saber, impacto Charpy, flexão quase-estática e fadiga fletiva. A fraturografia por MEV em modo de imageamento por elétrons secundários se mostrou uma poderosa ferramenta na análise dos aspectos topográficos de CMM particulados fraturados, que se relaciona diretamente ao aporte de energia (ou ao nível de tensão desenvolvido) para a criação da superfície de fratura, independentemente do tipo de solicitação mecânica aplicada. Mecanismos de tenacificação em CMM, tais como descolamento, trincamento e arrancamento de partículas de SiC da matriz metálica AA356 foram prontamente identificados e documentados por esta modalidade MEV, e correlacionados ao desempenho mecânico dos materiais investigados. Aglomeração de partículas de SiC, assim como a presença de poros e/ou vazios se revelaram freqüentemente como variáveis determinantes do desempenho mecânico do CMM em ensaios dinâmicos, quase-estáticos e cíclicos. MEV em modo de imageamento por elétrons retro-espalhados se mostrou extremamente útil na identificação de partículas de SiC aflorando em superfícies de fratura do CMM quando o emprego de elétrons secundários não foi bem sucedido na tarefa. Micro-análise química por EDS permitiu o mapeamento dos elementos Fe e Cr, além de Mn, e possibilitou classificá-los como formadores de precipitados potencialmente fragilizantes do CMM. Esta técnica também assegurou a identificação de reticulados ricos em Si ao redor dos glóbulos de fase pró-eutética α , os quais (reticulados) são altamente favorecedores de fraturas intergranulares.

Palavras-chave: Análise fraturográfica; compósito de matriz metálica leve; comportamento mecânico; micro-análise química

ABSTRACT

OLIVEIRA, J. **Characterization fractographic metal matrix composite subjected to impact test, flexural and fatigue** . 1995. 143p. Dissertação de Mestrado em Ciências & Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo: Escola de Engenharia de São Carlos, Instituto de Física de São Carlos, Instituto de Química de São Carlos, São Carlos-SP, 2013.

This work focuses on the fractographic inspection by Scanning Electron Microscopy (SEM) and micro-chemical analysis by Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS) of fractured surfaces of a compocast particulate metal matrix composite (MMC = AA356 alloy + SiC) subjected to different classes of mechanical testing, namely, Charpy impact, quasi-static flexure and flexural fatigue. SEM fractography in secondary electron imaging mode has shown to be a powerful tool in analyzing topographic aspects of fractured particulate MMC, which are straightforwardly related to the energy apportion (or the developed stress level) to the fracture surface creation, regardless the applied mechanical loading type. Toughening mechanisms for MMC, such as SiC particle debonding, cracking and pulling-out from the metallic matrix AA356 alloy were promptly identified and documented through this SEM modality, and correlated to the mechanical performance of investigated materials. SiC particle clusters as well as pore and/or void presence were very often discovered as the main controlling variables of mechanical performance of MMC during dynamic, quasi-static and cyclic testing. SEM fractography in backscattered electron imaging mode has shown to be extremely useful on the identification of SiC particles emerging from fractured surfaces of MMC when secondary electron mode did not succeed in this task. EDS micro-chemical analysis allowed to map Fe and Cr, besides Mn, and permitted to classify them as potentially MMC-embrittling precipitated forming elements. This technique also assured the identification of Si-rich reticulated structure around pro-eutectic α phase globules, which (reticulated structure) highly favors intergranular fracture.

Keywords: Fractographic analysis; light metal matrix composite; mechanical behavior; micro-chemical analysis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Aplicações de Compósito de Matriz Metálica na indústria automotiva.....	32
Figura 2 - Esquematisação fundamental da constituição de um material compósito.....	37
Figura 3 - Microestrutura típica de um CMM de liga de alumínio reforçada com partículas de carbeto de silício, obtido por rota de fundição.....	40
Figura 4 - (a) Vista geral do equipamento forno-misturador; (b) Suporte do cadinho; (c) Cadinho aberto dentro do forno de resistência elétrica; (d) Cadinho com compósito liga-Al+SiC em estágio de solidificação sob condições ambiente.....	46
Figura 5 - Representação esquemática dos componentes do MEV	49
Figura 6 - (a) Interação entre feixe de elétrons e amostra e efeitos gerados; (b) Bolha de interação indicando as profundidades de emissão de partículas e radiação na amostra.....	50
Figura 7 - Interação entre feixe de elétrons e átomo da amostra investigada.....	52
Figura 8 - Espectros característico e contínuo de emissão de raios-X para várias energias de feixe de elétrons bombardeando o elemento químico Molibdênio (anodo).....	53
Figura 9 - Microanálise composicional qualitativa e quantitativa via EDS de um material composto aglomerante sinterizado.....	55
Figura 10 - Mapeamento por EDS dos elementos químicos Zinco, Cério e Lantânio em uma partícula de precipitado.....	56
Figura 11 - (a) Tarugo de liga-Al A356 reforçada com SiC apresentando excesso de	

fase particulada expulsa para as bordas da peça; (b) Grande vazio interno gerado pela retirada da hélice de agitação em vórtice da massa viscosa semissólida; (c) Seção de corte transversal de um tarugo do compósito liga-Al+SiC nos estágios intermediários de aprimoramento do processo de manufatura por agitação em vórtice; (d) Exemplo de geometria de agitador com geometria otimizada empregada de modo semi-automatizado durante a etapa de pré-mistura semissólida realizada fora do forno-misturador.....61

Figura 12 - (a,b) Liga-Al AA356 fundida em cadinho por agitação em vórtice no estado líquido e resfriada ao ar, sem subsequente tratamento térmico; (c) AA356 obtida por agitação no estado semissólido, resfriada rapidamente, e não-submetida a tratamento térmico posterior; (d) Com tratamento térmico T6 subsequente. Ampliações: (a) X; (b) 2X; (c,d) 5X.....64

Figura 13 - (a,b,c) Fotomicrografias realizadas em amostras de compósito liga-Al356+SiC obtida por compofundição com agitação em vórtice da mistura semissólida, com posterior tratamento térmico T6 do tarugo final (Maluf, 2011); (d) CMM de liga A359 com 20% em volume de particulado SiC obtido industrialmente pela Alcan®, segundo o processo denominado Duralcan®.....66

Figura 14 - (a) Croqui; (b) Foto de corpos de prova de impacto Charpy padrão tipo-A modificados pela inserção de entalhe por eletro-erosão filamental (indicados por setas vermelhas), ao invés do tradicional entalhe mecânico em V.....68

Figura 15 - (a) Equipamento da Instron-Wolpert® modelo PW30 utilizado nos ensaios de impacto Charpy; (b) Detalhe do pêndulo instrumentado com célula de carga e monitorado quanto ao seu deslocamento durante o evento de impacto.....71

Figura 16 - Equipamento da Timegroup® Inc. modelo WDW-30E empregado nos ensaios de flexão monotônica.....73

Figura 17 - Equipamento de carregamento cíclico eletro-mecânico da Instron® modelo Electro Pulse utilizado nos ensaios de fadiga em flexão	74
Figura 18 - Microscópio Eletrônico de Varredura Zeiss Leo 440 pertencente ao Instituto de Química de São Carlos (IQSC).....	76
Figura 19 - Tenacidade ao impacto Charpy em função da temperatura de ensaio para corpos de prova entalhados por eletro-erosão filamentar, com a liga AA356 e o respectivo CMM em ambas as condições de, respectivamente, tratados (HT) e não-tratados (N-HT) termicamente.....	77
Figura 20 - Resultados de ensaio de flexão quase-estática à temperatura ambiente em espécimes com entalhe eletro-erodido.....	80
Figura 21 - Resultados de fadiga fletiva na forma de curvas S-N (tensão-vida) sob amplitude constante de tensão para a liga-Al pura e o CMM respectivamente nas condições tratada e não-tratada termicamente.....	85
Figura 22 - Fratografias obtidas por MEV das superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, produzidos com liga-Al 356 não-tratada termicamente e ensaiados à temperatura ambiente: (a,b) Mínima tenacidade; (c,d) Máxima tenacidade.....	88
Figura 23 - Fratografias obtidas por MEV da superfície de ruptura de espécime Charpy entalhado por eletro-erosão, fabricado com liga-Al 356 tratada termicamente e ensaiados à temperatura ambiente.....	89
Figura 24 - Fratografias obtidas por MEV de superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, manufaturados em CMM não-tratado termicamente e ensaiados à temperatura	

ambiente:.....91

Figura 25 - Fratografias obtidas a partir da análise por MEV de superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, manufaturados em CMM tratado termicamente e ensaiados à temperatura ambiente.....92

Figura 26 - Fratografias adicionais dos espécimes Charpy impactados à temperatura ambiente.....93

Figura 27 - Fratografias obtidas por MEV de superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, fabricados com liga-Al 356 não-tratada termicamente e ensaiados à +300°C.....97

Figura 28 - Fratografias obtidas via MEV de superfícies de ruptura de espécime Charpy entalhado por eletro-erosão, fabricado com liga-Al 356 tratada termicamente e ensaiado à +300°C.....98

Figura 29 - Fratografias obtidas a partir de MEV de superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, manufaturados em CMM não-tratado termicamente e ensaiados à +300°C.....99

Figura 30 - Fratografias obtidas a partir de MEV de superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, manufaturados em CMM tratado termicamente e ensaiados a +300°C.....100

Figura 31 - Fratografias dos espécimes Charpy impactados a 300°C.....101

Figura 32 - Fratografias obtidas a partir de MEV de superfícies de ruptura de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido, submetidos à flexão monotônica quase-estática à temperatura

ambiente.....	103
Figura 33 - Fratografias obtidas a partir de MEV de superfícies de ruptura de espécime tipo barra Charpy submetido à flexão monotônica quase-estática à temperatura ambiente para a liga-Al 356-T6.....	104
Figura 34 - Fratografias obtidas a partir de MEV de superfícies de ruptura de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido, submetidos à flexão monotônica quase-estática à temperatura ambiente.....	105
Figura 35 - Fratografias de superfícies da fratura ocorrida em ensaios de flexão quase-estática.....	106
Figura 36 - Fratografias obtidas a partir da análise por MEV de superfícies de ruptura de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido submetidos à fadiga fletiva à temperatura ambiente.....	108
Figura 37 - Fratografias obtidas a partir da análise por microscopia eletrônica de varredura de superfícies de ruptura de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro-erodido submetidos à fadiga fletiva à temperatura ambiente.....	111
Figura 38 - Fratografias obtidas a partir da análise por microscopia eletrônica de varredura de superfícies de fratura por fadiga de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido.....	112
Figura 39 - Fratografias obtidas a partir da análise por microscopia eletrônica de varredura de superfícies de ruptura de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido ilustrando dois mecanismos típicos de tenacificação de microestrutura essencialmente frágil, bruta de fusão ou de solidificação da liga AA356:.....	113
Figura 40 - Micro-análise química por EDS da liga-Al 356 nas condições de como-	

recebida (a), e após fundição com agitação em vórtice no estado pastoso para a incorporação da fase de reforço particulada(b).....115

Figura 41 - Micro-análise química por EDS obtida a partir de duas regiões na superfície de fratura criada por flexão quase-estática do CMM não-tratado termicamente.....117

Figura 42 - Mapeamento EDS realizado no CMM não-tratado termicamente para determinação da distribuição e da concentração dos elementos químicos selecionados, situados nas proximidades da superfície de fratura mostrada na Figura 41. O quadrado tracejado em vermelho na imagem MEV por elétrons retro-espalhados corresponde exatamente à área correspondente à imagem registrada na Figura 41.....119

Figura 43 - Micro-análises químicas do elemento de reforço e da matriz metálica, respectivamente, obtidas a partir da inspeção da superfície de fratura do CMM tratado termicamente.....121

Figura 44 - Mapeamento EDS realizado no CMM-T6 para determinação da distribuição e da concentração dos elementos químicos selecionados, situados nas proximidades da superfície de fratura. O quadrado tracejado em vermelho na imagem MEV por elétrons retro-espalhados corresponde exatamente à área correspondente à imagem mostrada na Figura 43.....122

Figura 45 - Imageamento de superfície de fratura do CMM-T6 por MEV via elétrons secundários (a); Via elétrons retro-espalhados (b,c); Mapeamento de Si por EDS. O quadrado tracejado em amarelo corresponde exatamente à área analisada nas Figuras 43 e 44.....123

Figura 46 - Análise metalográfica empregando-se imageamento por MEV e sonda EDS para caracterização de segundas fases presentes na liga AA356-T6: (a) Imageamento MEV por elétrons retro-espalhados; (b,c)

Respectivamente espectrograma de energia dispersiva de raios-X e carta de análise semi-quantitativa dos elementos detectados por EDS na região amostrada; (d) Mapeamento elementar bidimensional por EDS (a região analisada é delineada por quadrado amarelo tracejado na Fig.46a).
Ataque: Reagente de Keller.....126

Figura 47 - Análise materialográfica empregando-se imageamento por MEV e microsonda EDS para caracterização de segundas fases presentes no CMM-T6: (a) Imageamento MEV por elétrons retro-espalhados; (b) Mapeamento elementar bidimensional por EDS para alguns elementos identificados (a região analisada é delineada por quadrado amarelo tracejado na Fig.47a). Ataque: Reagente de Keller.....128

Figura 48 - Micro-análises pontuais por EDS realizadas em três distintas regiões do CMM-T6.....131

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tipos de reforços e matrizes mais comuns nos CMM.....	39
Tabela 2 - Composição química nominal da liga de alumínio AA356 utilizada, também conhecida como Al-7Si-0,3Mg (% em massa).....	58
Tabela 3 - Valores de densidade dos materiais empregados na fabricação do CMM	58
Tabela 4 - Roteiros dos tratamentos térmicos (Merle, 2000) aplicados, respectivamente, à liga AA356 obtida por fundição com agitação em vórtice no estado semissólido e do correspondente CMM compofundido, também manufaturado por mistura no estado semissólido (processo industrial Duralcan®). Valores para os materiais não-tratados termicamente são fornecidos para comparação, assim como as respectivas durezas medias e desvios-padrão e coeficiente de Pearson.....	62

LISTA DE ABREVIATURAS

AA – *Aluminum Alloy*

Al – Alumínio

ASTM – *American Society for Testing and Materials*

CMM – Compósito de matriz metálica

Cr – Cromo

EDS – *Energy Dispersive Spectroscopy*

EESC – Escola de Engenharia de São Carlos

Fe – Ferro

HT – Tratado termicamente

kV – Kilovolts

MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

Mg – Magnésio

Mn – Manganês

MPa – Megapascal

N – Nitrogênio

N-HT – Não Tratado Termicamente

Ni – Nitreto

O – Oxigênio

Si – Silício

SiC – Carbetto de Silício

SMM – Departamento de Engenharia de Materiais

Ti – Titânio

TRC – Tubo de Raios Catódicos

T6 – Tratamento térmico de solubilização seguida de envelhecimento

USP – Universidade de São Paulo

WDS – *Wave Dispersive Spectroscopy*

Zn – Zinco

SUMARIO

1.INTRODUÇÃO.....	31
1.1 Considerações Iniciais.....	31
1.2 Motivação para a conclusão do Estudo.....	32
1.3 Objetivos do trabalho.....	34
1.4 Estrutura do Trabalho.....	35
2. REVISÃO DA LITERATURA.....	37
2.1 Compósitos de Matriz Metálica (CMM).....	37
2.2 Compósitos Particulados.....	39
2.3 Compósitos Particulados de Liga de Alumínio.....	41
2.4 Manufatura de CMM por Rota de Compofundição.....	43
2.5 Processos Característicos de Fratura dos CMM.....	46
2.6 Análise Fratográfica por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	48
2.7 Micro-Análise Química por Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS).....	51
3. MATERIAIS.....	57
3.1 Liga-Al AA356 para Fundição.....	57
3.2 Carbetos de Silício (SiC) Particulado.....	58
3.3 Compósito de Matriz Metálica (CMM).....	58
4. CORPOS DE PROVA.....	67
4.1 Impacto Charpy.....	67

4.2	Flexão Monotônica Quase-Estática.....	69
4.3	Fadiga Fletiva.....	69
5.	EXPERIMENTAL.....	71
5.1	Ensaio Mecânico.....	71
5.1.1	Impacto Charpy.....	71
5.1.2	Flexão Monotônica Quase-Estática.....	72
5.1.3	Fadiga Fletiva.....	73
5.2	Análise Fratográfica de Falha do CMM por MEV.....	75
5.3	Micro-Análise Química por EDS do CMM Fraturado.....	76
6.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	77
6.1	Ensaio Mecânico.....	77
6.1.1	Impacto Charpy.....	77
6.1.2	Flexão Monotônica Quase-Estática.....	78
6.1.3	Fadiga Fletiva.....	83
6.2	Análise Fratográfica de Falha do CMM por MEV.....	87
6.2.1	Impacto Charpy.....	87
6.2.2	Flexão Monotônica Quase-Estática.....	101
6.2.3	Fadiga Fletiva.....	107
6.3	Micro-Análise Química por EDS do CMM Fraturado.....	114
6.3.1	Considerações Iniciais.....	114
6.3.2	Compósito Não-Tratado Termicamente.....	114

6.3.3	Compósito Tratado Termicamente.....	119
6.4	Micro-Análise Química de Amostras Metalográficas.....	124
6.4.1	Considerações Iniciais.....	124
6.4.2	Liga AA356-T6.....	124
6.4.3	CMM-T6 AA356+SiC.....	127
7.	CONCLUSÕES.....	133
8.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	135
	REFERÊNCIAS.....	137

1. INTRODUÇÃO

1.1 Considerações Iniciais

Estruturas veiculares automotivas, navais, ferroviárias, aéreas e aeroespaciais necessitam ser cada vez mais leves e eficientes em termos de economia de combustível e baixa emissão de poluentes, além de um elevado desempenho mecânico em termos de resistência, rigidez, durabilidade, confiabilidade e rapidez de deslocamento. Uma das respostas mais eficazes para esta premente necessidade está no emprego cada vez mais disseminado dos materiais compósitos, como, por exemplo, os de matriz metálica (CMM) exibindo baixa densidade, com notáveis vantagens para determinadas aplicações estruturais, tais como maior resistência ao desgaste, melhores características de lubrificação, dissipação mais eficiente de calor, maior módulo de elasticidade e reduções de peso de até 50% comparado aos materiais convencionais. Na indústria automobilística, por exemplo, componentes e estruturas como o sistema de transmissão de potência (*power train*), cilindros, válvulas e pistões, blocos de motor, barras de direção, discos e pinças de freio, dentre outros dispositivos, já são uma realidade em empresas de alta tecnologia (Toyota, Mazda, Nissan, Audi, etc) em suas bases nos países ditos desenvolvidos Singla *et al.*, 2009; Chawla & Chawla, 2006; Miracle, 2005; Venci *et al.*, 2004; Surappa, 2003; Chawla *et al.*, 2002; Hunt & Miracle, 2001; Ejiofor & Reddy, 1997), como exemplifica a Figura 1.

Figura 1. Aplicações de Compósito de Matriz Metálica na indústria automotiva.

1.2 Motivação para a Condução do Estudo

A pesquisa e o desenvolvimento, além obviamente da aplicação mais difundida dos CMM na engenharia estrutural dos países do terceiro mundo, têm sido bastante restringidos pelo relativamente elevado custo de produção das peças fabricadas com estes materiais inovadores por intermédio das rotas termomecânicas preconizadas pelos setores industriais mais desenvolvidos, mesmo em projetos de componentes com pequena complexidade geométrica.

A obtenção de CMM através da mistura forçada da fase particulada cerâmica com o banho metálico mecanicamente agitado, ou então com o metal no estado semissólido (*compocasting* ou *rheocasting*) são rotas alternativas de fabricação que podem reduzir drasticamente o custo do processamento desta classe de materiais (Zhou & Xu, 1997). Enquanto várias são as críticas ao processo segundo a rota de banho líquido, o que inclui uma baixa molhabilidade das partículas cerâmicas pela matriz metálica, dificuldade na obtenção de distribuição uniforme das partículas fortalecedoras e a relativamente elevada porosidade do produto final (Balasivanandha *et al.*, 2006; Naher *et al.*, 2004; Akhlaghi *et al.*, 2004), no processamento do compósito via estado semissólido de ligas de composição hipoeutética a agitação mecânica, mais geralmente promovida por meio de pás giratórias, provoca ao longo do tempo de processo profundas modificações da

estrutura metálica, tal como com a quebra ou colapso da estrutura tipicamente dendrítica das solidificações ocorrendo em condições de equilíbrio térmico e inércia mecânica, e a consequente globulização da fração sólida metálica (fase- α , rica no elemento químico matricial) que se encontra imersa na fase contínua fundida de composição eutética, o que possibilita a ocorrência do efeito denominado tixotrópico, no qual a massa semissólida passa a exibir um aspecto classificado como pastoso em que se observa a diminuição da viscosidade da mistura em relação ao tempo pela ação das tensões cisalhantes aplicadas, e, inversamente, um gradual aumento da viscosidade quando esses esforços cessam (Barnes, 1997). Esta técnica de manufatura metal-cerâmica favorece sobremaneira a incorporação das partículas SiC pela matriz metálica através da intensificação da molhabilidade das primeiras pela última, o que basicamente decorre da manutenção forçada do contato por atrito/abrasão e choque mecânico entre os núcleos sólidos metálicos e cerâmicos pré-existentes, minimizando ocorrência de fenômenos tais como a decantação, o flotamento, a aglomeração, ou qualquer outra forma de segregação da fase particulada durante os estágios de mistura, o que se reflete numa distribuição homogênea das partículas no compósito sólido final. É assumido pela imensa maioria dos autores que este contato mecânico forçado e mantido por certo tempo entre os materiais dissimilares auxilia na quebra e liberação da camada de gás que geralmente reveste as partículas cerâmicas (a presença de gás absorvido ou adsorvido nas partículas é tida como a principal causa da flotação e aglomeração entre as mesmas durante a confecção dos ceraméticos por rotas líquidas e semissólidas, fenômenos estes vinculados diretamente a uma baixa molhabilidade do particulado sólido pela matriz metálica líquida), sendo que alguns poucos pesquisadores chegam mesmo a afirmar que no processo eventualmente até mesmo as camadas de óxidos (sejam estes intencionalmente, ou não, gerados nas partículas cerâmicas) são rompidas permitindo assim o espalhamento do metal líquido remanescente (no caso da rota semissólida) na superfície cerâmica original, favorecendo, deste modo, a molhabilidade e a interação físico-química entre matriz e particulado (Singla *et al.*, 2009; Ejiofor & Reddy, 1997).

Em trabalhos versando sobre compofundição de partículas de SiC em matrizes leves de liga de alumínio conseguiu-se estabelecer que a taxa de cisalhamento aplicada, o tempo de agitação da mistura, a velocidade de

resfriamento final e a fração volumétrica da fase de reforço são parâmetros que determinam fortemente o padrão de distribuição do particulado cerâmico na matriz metálica. Se comparado, por exemplo, ao componente manufaturado em CMM e obtido por fundição sob pressão (*die-compocast*), o fabricado diretamente sob a simples ação gravitacional, tal com intenciona o presente estudo, obviamente sofre alguma penalização das propriedades mecânicas como decorrência da tendência à flutuação ou à decantação do reforço (fruto da Intrinsecamente baixa molhabilidade das partículas cerâmicas pela matriz metálica, e da fraca interação, ou baixa afinidade química interfacial entre cerâmicas e metais), dificuldade inerente em se alcançar uma distribuição espacial uniforme de partículas fortalecedoras, e da relativamente elevada porosidade do produto final, porém a redução de custo proporcionada pela abordagem mais simples pode ser bastante recompensadora (Singla *et al.*, 2009; Balasivanandha *et al.*, 2006; Naher *et al.*, 2004; Hashim *et al.*, 2002; Hashim, 2001; Hashim *et al.*, 2001; Herling & Hunt, 2001; Hashim *et al.*, 1999; Ralph *et al.*, 1997).

1.3 Objetivos do Trabalho

O presente trabalho descreve a caracterização fratógráfrica de corpos de prova extraídos de tarugos cilíndricos de 3 kg (aproximadamente 1 litro) de uma liga estrutural de alumínio para fundição (AA356) reforçada com partículas de carbeto de silício (SiC) obtidos por intermédio de mistura forçada no estado semissólido (compofundição), os quais foram ensaiados mecanicamente segundo 3 principais tipos de carregamento mecânico, quais sejam, impacto Charpy, flexão monotônica e fadiga fletiva.

Os Compósitos de Matriz Metálica (CMM) tem obtido cada vez mais aceitação pelo mercado em razão da possibilidade de se poder trabalhar com relativamente altas temperaturas, maior resistência ao desgaste, maiores estabilidades química e dimensional, e em alguns casos, maior facilidade e mais baixo custo de produção por unidade de massa. Neste sentido, conforme anteriormente assinalado, o desenvolvimento de novos materiais CMM na indústria automobilística, não é diferente. Por exemplo, vários componentes estruturais (Figura 1) tem sido

confeccionados com materiais mais resistentes e mais leves, garantindo assim uma maior segurança e aumentando a autonomia do automóvel, o que se traduz em menores consumos de combustíveis e na diminuição da poluição atmosférica (Miracle, 2005).

Em virtude da escassez de estudos divulgados na literatura, este projeto de pesquisa teve como objetivos principais analisar os aspectos fratógraficamente mais relevantes, bem como caracterizar química e microestruturalmente um compósito de matriz metálica AA356-SiC manufaturado e submetido a ensaios de impacto, flexão e fadiga nas dependências do SMM-EESC-USP.

1.4 Estrutura do Trabalho

No Capítulo 1 discute-se a importância e o conceito dos Compósitos de Matriz Metálica reforçados mecanicamente com partículas dispersas, enfatizando-se as suas vantagens em relação aos materiais utilizados especialmente na indústria automobilística. Destaca-se também a importância do tema para o Brasil, assim como a motivação para a condução do estudo e os objetivos da pesquisa.

No Capítulo 2 é realizada uma revisão da literatura disponível sobre os materiais compósitos estruturais, com ênfase nos CMM particulados. Uma breve introdução dos conceitos relacionada à manufatura dos CMM, a ensaios mecânicos e, por fim, à inspeção fratógráfrica (MEV) e à microanálise química dos CMM.

No Capítulo 3 descrevem-se as matérias-primas empregadas no estudo, liga Al-AA356 e partículas de carvão de silício, os quais foram processados via compofundição por agitação em vórtice com a massa no estado semissólido, além de detalharem-se os aspectos estruturais do CMM resultante.

No Capítulo 4 é fornecida a geometria dos corpos de prova empregados nos três tipos de ensaios mecânicos realizados com o CMM.

No Capítulo 5 são estabelecidos os procedimentos experimentais relacionados aos ensaios mecânicos, às inspeções fratógráficas (topológicas) e às correspondentes microanálises químicas locais.

No Capítulo 6 são apresentados os resultados da Dissertação, os quais são analisados e discutidos tendo-se como base os conceitos e os fundamentos abordados no Capítulo 2.

No Capítulo 7 são apresentadas as conclusões finais do estudo, e no Capítulo 8 são providas sugestões para futuros trabalhos complementares relacionados ao tema em questão.

As referências efetivamente consultadas para a confecção desta Dissertação de Mestrado são listadas ao final do texto.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Compósitos de Matriz Metálica (CMM)

O aumento da severidade das condições de trabalho, imposta por tecnologias modernas, gerou a necessidade de produzirem materiais com propriedades tradicionalmente consideradas como incompatíveis, que não são atendidas pelas ligas metálicas, cerâmicas e polímeros monolíticos convencionais. Essa necessidade proporcionou o estudo e o desenvolvimento de novos materiais conhecidos como compósitos, que podem ser definidos como materiais “formados por uma mistura ou combinação de dois ou mais micro ou macroconstituintes que diferem na forma e na composição química, possuem uma interface/interfase bem definida e que, na sua essência, são insolúveis uns nos outros” (Figura 2) (Smith & Rosa, 1998).

Figura 2. Esquemática fundamental da constituição de um material compósito.

Em um compósito, a fase matriz é definida como sendo a fase contínua, que envolve a fase dispersa, esta última correspondendo aos elementos de reforço do compósito.

No início da década de 1960, iniciou-se o estudo de compósitos de matrizes metálicas, via produção de fibras de boro e de carbeto de silício para reforçar metais leves, especialmente as ligas de alumínio, o que foi intensificado na década de 1970

com forte estímulo das indústrias aeronáutica e bélica. Ainda hoje, muitos compósitos de matriz metálica estão em estágio de desenvolvimento, ou então no início de sua produção comercial, de sorte que seu emprego não é tão extensivo quanto o dos compósitos de matriz polimérica (Denículi, 1999).

Geralmente, existe um ganho nas propriedades mecânicas do CMM quando comparado as da liga da matriz que o originou, porém é importante ressaltar que, essencialmente, os compósitos são heterogêneos, e, em várias circunstâncias, anisotrópicos. As propriedades mecânicas do CMM, assim como nos CMP (matriz polimérica) e CMC (matriz cerâmica) dependem fundamentalmente das propriedades das suas fases constituintes, das quantidades relativas destas, da geometria do reforço, e da adesão ou afinidade físico-química entre as fases.

Nos CMM, assim como nos CMP e CMC, existem duas classes de reforços, a fibrosa e a particulada. No caso dos particulados, as vantagens são bastante significativas no que tange ao custo da manufatura desse compósito, devido a possibilidade de emprego de processos metalúrgicos convencionais (Neto & Pardini, 2006).

A produção do CMM pode ser feita através de metalurgia do pó (processamento no estado sólido: Mourisco, 1994), ou através de fundição (processamento no estado líquido) (Neto & Pardini, 2006). Neste caso, a metalurgia do pó tem como vantagens o contato mais eficiente entre fases matriz e reforço, a maior facilidade no controle estrutural da matriz e a distribuição mais uniforme do reforço. Por sua vez, a rota de fundição apresenta um menor custo e maior simplicidade, de possibilitar a manufatura de componentes robustos complexos e com formas próximas da final – *near-net-shape* (Sakthivel *et al.*, 2008; Sakthivel & Velmurugan, 2008). No caso da metalurgia do pó, isto se verifica apenas para peças de pequenas dimensões devido as elevadas pressões demandadas no processo.

A fração volumétrica do reforço influencia no desempenho mecânico final do compósito, sendo que, com o aumento desta, há uma tendência de melhora das propriedades, existindo, entretanto, um valor limite deste teor de fibras ou partículas (e, nesse sentido, a fração volumétrica limite é invariavelmente maior para as fibras que para as partículas), a partir da qual será verificada uma piora nas características mecânicas do compósito. Esta conclusão foi encontrada, por exemplo, durante ensaios de desgaste em ligas de alumínio reforçadas com partículas de Al_2O_3 ,

obtendo-se um desgaste mínimo para o compósito contendo uma fração volumétrica cerâmica de 12% (Venci *et al.*, 2008).

Não levando em consideração os tipos e as formas de reforços, os CMM têm como principais vantagens uma alta resistência ao cisalhamento, uma boa condutividade térmica, ótima resistência à abrasão, elevada resistência ao ataque por compostos orgânicos (combustível e solvente), resistência em altas temperaturas, e facilidade de serem conformados e tratados como uma liga metálica monolítica (Bacon, 1989; Hunt Jr., 1988; Rack, 1988).

Como destacado anteriormente, os CMM são particularmente utilizados em aplicações estruturais devido as suas atraentes características gerais de leveza (no caso das matrizes de alumínio, magnésio e titânio), resistência mecânica e rigidez (módulo de elasticidade). Na Tabela 1 destacam-se os reforços e as respectivas matrizes mais utilizadas no caso do CMM (Hunt Jr., 1988).

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

REFORÇO	FORMA	MATRIZ
<i>Alumina</i>	<i>Fibras contínuas e descontínuas</i>	<i>Al, Mg</i>
<i>Carbeto de Silício</i>	<i>Fibras contínuas, partícula</i>	<i>Al, Mg, Ti, Cu</i>
<i>Boro</i>	<i>Fibras contínuas</i>	<i>Al, Ti (fibrasrecobertas)</i>
<i>Carbeto de Boro</i>	<i>Partículas</i>	<i>Al, Mg, Cu</i>
<i>Grafite</i>	<i>Fibras Contínuas</i>	<i>Al, Mg, Cu</i>
<i>Carbeto de Titânio</i>	<i>Partículas</i>	<i>Ti, Cu</i>
<i>Nióbio-Titânio</i>	<i>Fios</i>	<i>Cu</i>
<i>Tungstênio</i>	<i>Fios</i>	<i>Super ligas</i>

2.2 Compósitos Particulados

Os compósitos particulados são consumidos em muito maior proporção que os fibrosos (independentemente do tamanho da fibra empregada), em virtude do seu mais baixo custo e de sua obtenção mais simples, sendo, portanto, mais disponíveis no mercado. Isto decorre essencialmente da natureza do reforço e também de seu comportamento durante o processamento do CMM propriamente dito, No caso das

fibras, os cuidados necessários para a manutenção de sua integridade durante a manufatura do compósito são muitos e nada econômicos.

Em geral, todos os materiais podem ser convertidos em pó por processos como, por exemplo, o de moagem. No caso dos particulados, eles ainda podem ser obtidos por processos mais sofisticados como a precipitação em solução, a atomização e o sol-gel.

O tamanho médio e a distribuição de tamanhos de partículas no compósito, sua distribuição espacial e a fração volumétrica em que elas se encontram presentes no CMM influenciam diretamente nas propriedades mecânicas e térmicas dos compósitos particulados (Neto & Pardini, 2006). Mais do que simplesmente objetivar-se o aumento da resistência mecânica do produto final, os CMM particulados exibem a vantagem da obtenção de combinações incomuns de propriedades, como as de natureza térmica, química, tribológicas, dentre outras. No caso dos CMM particulados de ligas fundidas, cuja rota de manufatura é das mais simples, alguma segregação de partículas é esperada, seja por pequenas diferenças entre as respectivas massas específicas, incompatibilidade química interfacial, ou então pelo rearranjo estrutural tipicamente experimentado pelo metal na passagem de fase líquida para sólida. Na Figura 3 observa-se, por exemplo, que partículas de carbeto de silício são naturalmente segregadas para as regiões interdendríticas de uma liga de alumínio resfriada a partir do fundido (Askeland *et al.*, 2011).

Figura 3. Microestrutura típica de um CMM de liga de alumínio reforçada com partículas de carbeto de silício, obtido por rota de fundição (Askeland *et al.*, 2011).

Conforme adiantado neste texto, as propriedades mecânicas finais do estão ligadas diretamente a fração volumétrica do reforço, existindo um limite máximo desta variável acima do qual são observadas perdas da maioria destas propriedades estruturais. Entretanto, o teor da fase de reforço tem importantes implicações já na fase de manufatura do CMM. Por exemplo, Milliere & Suery (1988), ao estudarem um CMM de matriz leve de alumínio, afirmam que a utilização de mais de 20% em volume de partículas de SiC inviabiliza a fabricação do CMM pela rota líquida (fundição da liga – Figura 3), pois a viscosidade do sistema se torna extremamente elevada ao longo do processo de mistura da massa.

2.3 Compósitos Particulados de Liga de Alumínio

As ligas de alumínio, em especial a A356, que é utilizada no presente trabalho, são conhecidas por ser bastante versáteis na manufatura de componentes automotivos e aeronáuticos nas indústrias, devido às suas propriedades físico-químico e mecânicas, donde se destacam as suas elevadas propriedades mecânicas relativas por unidade de massa, ótima usinabilidade e conformabilidade, baixo coeficiente de expansão térmica e boa resistência à corrosão (Chaudhury & Apelian, 2006; Hernandez-Paz *et al.*, 2004).

A série 300 incorpora as ligas de alumínio que apresentam as melhores características de fundição, motivo pelo qual cerca de 90% das peças fundidas em alumínio pertencerem a esta classe de ligas leves. As ligas binárias Al-Si apresentam elevada resistência à corrosão, boa soldabilidade, mas são, em geral, de não tão fácil usinagem e conformação. Adições de Cu às ligas Al-Si melhoram a usinabilidade e aumentam a resistência mecânica (com a consequente redução da ductilidade). Adições de Mg tornam estas ligas endurecíveis por meio de tratamentos térmicos, possibilitando ainda maiores resistências mecânicas. As ligas com menores teores de Si (5 a 7% Si) são normalmente empregadas para a fundição em moldes de areia, enquanto que ligas de maior teor (9 a 13% Si) são normalmente utilizadas em moldes permanentes ou sob pressão (Pinto *et al.*, 2003).

A liga de alumínio A356 é considerada de grande interesse industrial devido à sua boa fluidez, assim como à presença de silício e magnésio. Visto que o teor de

silício é suficientemente elevado, esta liga pode ser mantida no estado líquido em temperaturas típicas de fundição, por certo período de tempo, sem levar à extensiva geração do indesejável composto estequiométrico Al_4C_3 . A temperatura de fusão desta liga é relativamente baixa, e o intervalo de estado semissólido é relativamente amplo, tornando-a atrativa para o processamento sob esta última condição. A presença de Mg, além de prover a geração de segundas fases fortalecedoras da liga metálica durante o tratamento de envelhecimento térmico, favorece a molhabilidade das partículas de reforço cerâmica SiC pela fase líquida da liga, mesmo estando este líquido presente em pequenas proporções na lama ceramética, atuando o Mg, portanto, como agente surfactante do particulado (Milliere & Suery, 1988).

Desta forma, as ligas de alumínio para a fundição se destacam entre as mais versáteis dentre todas as ligas processadas por fusão. Suas principais características incluem:

- Baixa temperatura de fusão, possibilitando o emprego de moldes metálicos (ex., de aço);
- Elevado coeficiente de transferência de calor, possibilitando a realização de ciclos curtos de fundição;
- Baixa viscosidade, o que facilita o preenchimento de seções finas e a reprodução de detalhes complexos;
- Não apresentam interações ou reações do tipo metal-molde e, conseqüentemente, apresentam bom acabamento superficial após a fundição.

Conforme adiantado, as propriedades dos compósitos particulados confeccionados com estas ligas leves destinadas a fundição são fortemente dependentes das características e percentual da fase de reforço, assim como das propriedades do metal líquido (tensão superficial, viscosidade), da habilidade de molhamento das partículas pelo metal fundido (interface líquido-sólido), e, no caso em que pressão é empregada no processo (*die-casting*, *squeeze casting*) das condições experimentais tais como pressão, tempo e temperatura de infiltração, da

atmosfera, da altura da pré-forma e da porcentagem volumétrica de SiC que faz parte da matriz (Rack, 1988; Chawla, 1998)

Estes materiais avançados apresentam uma vantajosa alternativa de alto desempenho em projetos de engenharia aeronáutica e automotiva (ou da indústria da mobilidade em geral), considerando seus elevados quocientes de resistência/peso e rigidez/peso na fabricação de peças, elementos e componentes estruturais. Sob condições ótimas de processamento, CMM de liga-Al+SiC com 300 MPa de resistência mecânica e níveis de porosidade inferior a 3% têm sido reportados. Isto inclui o emprego de pequenos tamanhos de partícula e a inexistência de Si recobrindo as partículas de SiC (Chawla, 1998).

2.4 Manufatura de CMM por Rota de Compofundição

A compofundição (*compocasting*) é uma rota de manufatura de CMM que se destaca pelo baixo custo e pela simplicidade de produção em relação aos métodos de processamento no estado completamente sólido.

O processo de fundição com agitação em vórtice (*stir-vortex*) da mistura metal/cerâmica, seja com o metal no estado líquido ou, então, na condição de semissólido (*compocasting* ou *rheocasting*), é um método comercial praticável atualmente. Ele é o mais econômico dentre as técnicas de processamento de CMM atualmente desenvolvidas. Tem como características a simplicidade, a flexibilidade e a aplicabilidade para grandes volumes de produção. Entretanto, dificuldades quanto à molhabilidade das partículas cerâmicas pela matriz metálica, com a consequente tendência de aglutinação do reforço e flotação, ou decantação do mesmo, dependendo das densidades relativas, são problemas tipicamente enfrentados nesse método (Sakthivel *et al.*, 2008; Sakthivel & Velmurugan, 2008).

Basicamente, a compofundição pode ser dividida em duas fases bem distintas:

- a) Agitação mecânica do metal completamente fundido, ou preferencialmente semissólido, juntamente com as partículas cerâmicas, objetivando-se obter

uma suspensão, ou massa, homogênea de partículas “molhadas” pelo metal líquido o parcela líquida do metal;

- b) Vazamento da mistura em um molde (resfriado ou não) e solidificação do compósito, acompanhados de micro e macro-segregação de elementos de liga e da fase particulada.

De modo a se desenvolver o máximo potencial de adesão entre a matriz e o reforço é necessário que exista um íntimo contato físico entre as duas fases. Para isso, é necessária a eliminação de gases e de outras contaminações que possam eventualmente estar sobre superfície do particulado, possibilitando, assim, que metal líquido se espalhe completamente sobre a superfície das partículas.

As propriedades mecânicas finais do compósito são assim determinadas em grande extensão pelo grau de retenção das partículas na massa viscosa e pelo nível de adesão da interface matriz/partícula, os quais estão intrinsecamente vinculados também à molhabilidade da fase dispersa pela matriz fundida. Uma distribuição homogênea do particulado no interior da matriz já solidificada, e uma pequena fração de porosidade do produto final resultam das melhores práticas de compofundição (Naher *et al.*, 2005; Asthana, 1998).

Na obtenção do CMM particulado A356+SiC caracterizado metalurgicamente, metalograficamente e microquimicamente na presente Dissertação de Mestrado, utilizou-se um dispositivo termo-mecânico semi-automatizado (Figura 4) para a incorporação de partículas cerâmicas de reforço no metal no estado semissólido. O sistema foi concebido, desenvolvido, fabricado e operacionalizado tendo-se como base diversos projetos mecânicos descritos na literatura (Singla *et al.*, 2009; Balasivanandha *et al.*, 2006; Naher *et al.*, 2004; Surappa, 2003; Hashim *et al.*, 2002; Hashim *et al.*, 2001; Hashim, 2001; Herling & Hunt, 2001; Hashim *et al.*, 1999; Ejiofor & Reddy, 1997; Zhou & Xu, 1997; Ralph *et al.*, 1997), dentre os quais se buscou, dentro do possível, em especial por razões de restrições orçamentárias, extrair as características mais vantajosas e, simultaneamente, evitar os principais inconvenientes. O sistema eletromecânico construído foi o mais eclético possível, permitindo alterar diversos parâmetros de processo, quais sejam: temperatura do banho (líquido) ou pasta (semissólida) metálica, nível de pressão negativa (vácuo)

ou positiva e vazão do gás inerte aplicado na câmara que contém o cadinho e os sistemas de aquecimento e de agitação por vórtice da mistura compósita, número de rotações por minuto do agitador rotativo (tipo-hélice), número, geometria, posicionamento e orientação das pás da hélice, velocidade e intervalo de deslocamento vertical (ascendente e descendente) da hélice. Todos estes parâmetros foram controlados e estudados de modo a garantirem, no conjunto, uma distribuição homogênea das partículas fortalecedoras de carbetto de silício na liga de alumínio. Tendo em vista que os objetivos do presente trabalho não incluem a manufatura do CMM, mas sim a sua caracterização mecânica, fractográfica e micro-química, o leitor é encaminhado à Maluf (2011) para maiores detalhes acerca do sistema de produção e do processo de manufatura do CMM.

Figura 4. (a) Vista geral do equipamento forno-misturador; (b) Suporte do cadinho; (c) Cadinho aberto dentro do forno de resistência elétrica; (d) Cadinho com composto liga-Al+SiC em estágio de solidificação sob condições ambiente (Maluf, 2011).

2.5 Processos Característicos de Fratura dos CMM

Em geral, o processo global que conduz em última instância à fratura dos CMM quando submetidos a carregamento mecânicos monotônicos ou cíclicos (fadiga), nos regimes quase-estático ou dinâmico (impacto), pode ser subdividido em duas etapas subsequentes. A primeira refere-se à transferência de carga da matriz para o reforço, e está vinculada a uma elevação da tensão hidrostática na matriz. A

segunda inclui o desenvolvimento de danos microestruturais, os quais podem ocorrer simultaneamente ou subsequentemente, nas formas mais diversificadas, desde a fratura da partícula de reforço, seu descolamento da interface matriz-reforço por intermédio da nucleação de um fissuramento local e a difusão deste ao longo da interface matriz-reforço. A fratura dúctil por nucleação, crescimento e coalescimento de microvazios no interior da matriz metálica é também uma possibilidade, dependendo do grau de adesão entre matriz-reforço, assim como do gradiente de rigidezes entre estas duas fases, além da capacidade de deformação e de encruamento plásticos da matriz (Brockenbrough & Zok, 1995).

Segundo Finot *et al.* (1994) e Hunt Jr. (1988), a fratura das partículas que compõem o reforço disperso em um CMM é influenciada pelos seguintes fatores:

- a) Aumento da fração volumétrica do reforço, que favorece a probabilidade de fratura das partículas;
- b) Incremento da deformação plástica imposta ao compósito como um todo, o que favorece a probabilidade de fratura das partículas;
- c) Tamanho das partículas, em que as maiores se rompem mais facilmente do que as menores;
- d) Aglomeração de partículas favorece a ruptura das mesmas, comparativamente a regiões onde a concentração de partículas é mais diluída;
- e) A fratura da partícula de reforço geralmente apresentam orientação normal ao eixo de aplicação da carga durante para ensaios uniaxiais trativos, e paralela a esse eixo no caso do esforço compressivo;
- f) A tendência à ruptura das partículas de reforço depende fortemente de fatores como a geometria destas, a composição química da matriz e do reforço, o grau de adesão interfacial, e do processamento termomecânico experimentado pelo compósito;
- g) Defeitos introduzidos no reforço durante o processamento do compósito servem como locais preferenciais para a nucleação de trincas quando o compósito é submetido a esforços em condições de uso em serviço.

No caso dos ensaios mecânicos, o comportamento dos CMM com base em ligas de alumínio varia muito conforme o tipo de matriz, o tipo de reforço, o processo de fabricação e, obviamente, depende do tipo de ensaio imposto ao material, como, por exemplo, fadiga de alto ou baixo ciclo. Durante estudos de Taya & Mori (1987), ensaios de fadiga em controle de deformação (curvas ε -N), denominada fadiga de baixo ciclo, revelaram que a resistência ao carregamento cíclico destes compósitos é inferior à do material sem reforço. Por outro lado, os mesmos pesquisadores citam ensaios de fadiga em controle de tensão (curvas S-N), i.e., fadiga de alto ciclo, em que os CMM foram mais resistentes à fadiga do que as correspondentes ligas monolíticas s/ reforço.

2.6 Análise Fratográfica por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A fratografia é uma técnica utilizada no processo de análise de materiais, componentes e estruturas de modo a caracterizar, qualitativamente e quantitativamente, a ocorrência de defeitos, danos ou falhas. A técnica fratográfica consiste geralmente, e essencialmente, em identificar localmente aspectos topológicos relevantes e correlacionar a presença, ou a ausência, em determinadas regiões, desses aspectos com a sequência dos eventos da falha por fratura. Isto, em ultima instância, pode levar à determinação das condições de carregamento mecânico, térmico e ambiental que culminaram no evento final de falha por fratura. Desta forma, a fratografia é uma poderosa ferramenta para a confirmação, ou a remoção das suspeitas que possam eventualmente recair sobre as causas e modos de falha verificados em condições de serviço ou laboratoriais, por exemplo, em estudos de simulações (Myriounis & Hasan, 2009; Sohn & Hu, 1995; Purslow, 1986).

A caracterização morfológica da fratura dos materiais é de fundamental importância para definir as causas da falha, as quais podem estar vinculadas à seleção incorreta do material e das suas matérias-primas, ao projeto e concepção equivocados da peça, emprego ou manutenção indevidas da mesma, ou então à extrapolação inapropriada da vida-útil estabelecida originalmente para o seu uso em serviço.

O equipamento de MEV (esquematizado na Figura 5) é o sistema mais empregado nas investigações fratógráficas por sua flexibilidade de operação e por atualmente ser uma ferramenta com boa disponibilidade em centros de pesquisa independentes, vinculados a empresas ou universidades. Ele possui uma fonte geradora de feixe de elétrons mantida sob vácuo, que são acelerados por uma diferença de potencial. Esse feixe acelerado é colimado ao passar por lentes eletromagnéticas e focalizado numa região muito pequena da amostra. Bobinas adequadamente posicionadas promovem a varredura desse feixe sobre a área da amostra a ser examinada. A interação feixe-amostra gera uma série de sinais (vide exemplos na Figura 6), donde se destacam, respectivamente, os chamados elétrons secundários e os retroespalhados (para imageamento), e raios-X característicos (EDS), os quais são captados e interpretados por detectores específicos.

Figura 5. Representação esquemática dos componentes do MEV.

Figura 6. (a) Interação entre feixe de elétrons e amostra e efeitos gerados; (b) Bolha de interação indicando as profundidades de emissão de partículas e radiação na amostra (Jorge Jr. & Filho, 2005).

Após a amplificação, o sinal gerado modula o brilho de um tubo de raios catódicos que é varrido de forma sincronizada com a varredura da superfície da amostra, gerando uma imagem ponto a ponto da superfície examinada. O MEV é geralmente utilizado para observação de amostras espessas, ou seja, não transparentes a elétrons. Sua principal vantagem é a excelente profundidade de foco que permite a obtenção de imagens de superfícies de fraturas, ou superfícies irregulares com alta definição (Jorge Jr. & Filho, 2005).

Conforme adiantado, a imagem no MEV pode ser formada a partir de diversos mecanismos de contraste, como o contraste topográfico e o contraste de número atômico (ou composicional).

O contraste topográfico é o mecanismo mais utilizado, sendo indicado para observações do relevo das superfícies. Utiliza sinais produzidos pelos elétrons secundários, os quais possuem baixa energia devido às colisões inelásticas ocorridas com a eletrosfera dos átomos presentes na amostra avaliada, sendo oriundos basicamente da superfície da amostra e, portanto, permitindo a visualização de detalhes topográficos com elevada definição de imagem.

O contraste de elétrons retroespalhados é usado na identificação de fases com composições químicas diferentes, sendo dependente do número atômico das espécies envolvidas. Os elétrons retroespalhados são elétrons de maior energia, já que a interação do feixe incidente com os núcleos atômicos da amostra se verifica de modo elástico, sendo, diferentemente dos elétrons secundários, oriundos de uma maior profundidade da amostra (Jorge Jr. & Filho, 2005).

A frutografia é uma ferramenta muito utilizada e que geralmente faz uso de diferentes técnicas que podem ser elencadas em termos da capacidade de ampliação das imagens pelo equipamento empregado, podendo-se mencionar a observação visual (olho nu e lupas), óptica macroscópica (estereoscópios), óptica microscópica (microscópios ópticos de reflexão), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e, em alguns casos, microscopia eletrônica de transmissão (MET) (Myriounis & Hasan, 2009; Sohn & Hu, 1995; Purslow, 1986).

2.7 Micro-Análise Química por Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS)

Microanálise química pode ser definida como a análise composicional (i.e., determinação qualitativa e quantitativa de elementos químicos) realizada em uma região altamente localizada de uma amostra de pequenas dimensões, visando a identificação local de fases e de segregação químicas, frequentemente associadas a interfaces e defeitos da microestrutura (Jorge Jr. & Filho, 2005).

A espectroscopia por dispersão de energia de raios-X (EDS - Energy Dispersive Spectrometer, por vezes denominada EDX, ou mesmo EDAX), se fundamenta na investigação da interação de alguma fonte de raios-X e uma amostra materialográfica. Sua capacidade de caracterização se baseia em grande parte no princípio de que cada elemento químico puro tem uma estrutura atômica única que proporciona um conjunto típico, característico, de picos em seu espectro de raios-X.

De modo a estimular a emissão de raios-X característicos a partir de uma amostra, um feixe de alta energia de partículas carregadas (tais como elétrons no caso do EDS) é focado na amostra em estudo. No estado não excitado, os elétrons da amostra exibem seu mais baixo e estável nível discretizado de energia, e ocupam posições bem estabelecidas em camadas eletrônicas vinculadas ao núcleo do átomo.

O feixe incidente pode excitar um elétron em uma camada eletrônica mais interna de relativamente baixa energia, ejetando-o daquela posição e criando localmente o que se denomina comumente um buraco eletrônico. Um elétron

pertencente a uma camada eletrônica mais externa, e, portanto, relativamente mais energético, tenderá a ocupar aquele buraco eletrônico, haja vista a tendência natural de ocupar um estado energético mínimo, e a diferença de energia entre, respectivamente, as camadas de mais alta e mais baixa energia pode ser liberada na forma de um pacote de raio-X (fóton ou *quanta* de energia). O número e a energia dos raios-X emitidos da amostra inspecionada podem ser medidos por um espectrômetro de energia dispersiva. Como a energia dos raios-X é característica da diferença de energia entre as duas camadas eletrônicas em questão, além da estrutura atômica do elemento a partir do qual a radiação característica foi emitida, e a intensidade de contagem da radiação é proporcional à concentração do elemento na amostra, isso permite a determinação dos elementos químicos de interesse em ambas as suas vertentes qualitativa e quantitativa.

A Figura 7 esquematiza e resume os fenômenos acima descritos, os quais desenvolvem no interior do volume colorido em azul na Figura 6b, o qual pertence à chamada bolha de interação.

Figura 7. Interação entre feixe de elétrons e átomo da amostra investigada: (a) Átomo em seu estado fundamental no limiar de ser bombardeado por um elétron acelerado; (b) Excitação do elétron de uma camada interna (K) e promoção energética do elétron excitado; (c) Migração de elétron de maior energia (camada L) para a vacância (K) com liberação de energia; (d) Átomo novamente em seu estado fundamental de mais baixa energia (Jorge Jr. & Filho, 2005).

Como resultado final do bombardeamento por elétrons acelerados do elemento alvo (geralmente emprega-se o Molibdênio), que constitui o anodo da fonte geradora de raios-X de um MEV, obtêm simultaneamente dois espectros de emissão de energia que correlacionam a intensidade da radiação gerada, tal como determinada por um detector de raios-X, e o seu correspondente comprimento de

onda (ou frequência). Um desses espectros energéticos constitui o espectro contínuo, e resulta da desaceleração dos elétrons durante a penetração no anodo. O outro tipo é o raio-X característico do material que constitui o anodo. Desta forma, cada espectro de raios-X é formado pela superposição de um espectro contínuo e de uma série de linhas espectrais características do anodo.

A Figura 8 esquematiza os fenômenos acima descritos.

Figura 8. Espectros característico e contínuo de emissão de raios-X para várias energias de feixe de elétrons bombardeando o elemento químico Molibdênio (anodo) (Jorge Jr. & Filho, 2005).

O equipamento-sonda de EDS tem condições de detectar raios-X de elementos com número atômico 5 (Boro) e superiores, sendo inviável seu uso na identificação de elementos mais leves (Berílio e abaixo). Após uma inspeção qualitativa de uma amostra com EDS, geralmente é necessário utilizar o chamado WDS (*Wavelength Dispersive Spectroscopy*, por vezes denominado WDX) para se determinarem alguns picos de constituintes menores, ou presente apenas em traços, que ficam escondidos nas vizinhanças dos picos dos constituintes principais (Jorge Jr. & Filho, 2005).

Rigorosamente falando, a espectroscopia por dispersão de comprimento de onda (WDS) foi o primeiro detector elementar de raios-X usado em microscópios eletrônicos. Porém, com o passar do tempo, a tecnologia dos semicondutores desenvolveu-se extraordinariamente, e o EDS passou a ganhar mais popularidade por ser mais rápido, tornando-se assim a primeira escolha para um detector de raios-X de uso geral em colunas ópticas.

Tipicamente, a análise por WDS é significativamente distinta da EDS. O WDS envolve uma análise sequencial, com as medidas sendo realizadas uma por vez, sendo, portanto, relativamente muito mais lenta que o EDS. Como resultado, a WDS não é adequada para a identificação de elementos. Comumente, EDS é primeiro processo empregado para uma identificação de elementos, visando-se uma análise rápida do espectro todo, enquanto WDS é então utilizado para resolver vários problemas espectrais, tais como, por exemplo, sobreposição espectral, que ocorre quando linhas de emissão de dois elementos distintos compartilham do mesmo nível energético. Isto leva a ambiguidade e má identificação de elementos químicos na amostra. A resolução do WDS é da ordem de 30 vezes superior ao do EDS, garantindo uma separação confiável entre os picos superpostos no EDS.

Outro problema é quando se tenta medir baixas concentrações de elementos numa amostra. WDS é capaz de processar números muito superiores de eventos de raios-X que o EDS, assegurando uma maior sensibilidade neste caso.

De um modo bastante simples, o WDS pode ser descrito como um rádio que deve ser sintonizado em uma banda específica para interceptar raios-X emitidos por um dado elemento químico. Isto implica que o analista deve saber de antemão quais os elementos que estão presentes na amostra naquele volume irradiado da amostra, o que nem sempre é o caso. Sistemas analíticos EDS mais modernos com base em computadores inclui uma rotina que identifica automaticamente os picos para o usuário.

Enquanto usuários novatos creem que o programa computacional de identificação de picos é infalível, os usuários mais experientes identificam picos manualmente, utilizando análise qualitativa rigorosa por meio de protocolos já bem estabelecidos. Este último tipo de análise requer maior conhecimento e perícia por parte do investigador.

A Figura 9 ilustra os resultados qualitativo e quantitativo com respeito à presença de elementos químicos em uma amostra composta por um aglomerante sinterizado empregando-se a técnica de microanálise composicional por EDS.

Outra característica importante da microanálise por raios-X é associada à possibilidade de mapeamento unidimensional (linear) e bidimensional ou planar (Figura 10) da distribuição de vários elementos, e de modo simultâneo, na amostra, podendo fornecer informações qualitativas e quantitativas.

A análise qualitativa identifica os elementos presentes em um volume analisado de uma amostra. Um espectro de raios-X é registrado sobre uma faixa de energia, dentro do qual as linhas pertinentes podem estar presentes. As linhas, e os elementos, são identificados através de tabelas ou bancos de dados de referência. A análise quantitativa determina o quanto de um elemento particular está presente no volume analisado da amostra. As intensidades das linhas de raios-X da amostra são comparadas com as de padrões de composição previamente e precisamente conhecida. São então feitas correções de *background* e quanto a efeitos instrumentais. A composição do volume analisado é, portanto, calculada aplicando-se uma “matriz de correções” que leva em consideração vários fatores que governam a relação entre a intensidade medida e a composição global da amostra. É importante que o volume que está sendo analisado seja homogêneo e representativo da amostra (Jorge Jr. & Filho, 2005).

Figura 9. Microanálise composicional qualitativa e quantitativa via EDS de um material composto aglomerante sinterizado (Jorge Jr. & Filho, 2005).

Figura 10. Mapeamento por EDS dos elementos químicos Zinco, Cério e Lantânio em uma partícula de precipitado

3. MATERIAIS

3.1 Liga-Al AA356 para Fundição

A liga-Al empregada neste estudo foi a AA356 destinada a processos de fundição, cuja composição química hipoeutética é fornecida na Tabela 2 conforme especificação emitida pelo fornecedor do material, Empresa Metalkraft do Brasil (Curitiba - PR), na forma de tarugos trapezoidais com massa de aproximadamente 4 kg.

Esta liga foi selecionada devido à sua boa fluidez assim como à presença de silício e magnésio. Visto o teor de silício ser suficientemente elevado, ela pode ser mantida no estado líquido em temperaturas típicas de fundição por certo período de tempo sem levar à extensiva geração de Al_4C_3 . A temperatura de fusão completa da liga é relativamente baixa e o intervalo de estado semissólido é relativamente amplo, tornando-a atrativa para o processamento nestas condições. A presença de Mg, além de prover a geração de segundas fases fortalecedoras da liga metálica durante o tratamento de envelhecimento térmico, favorece a molhabilidade das partículas de reforço cerâmica SiC pela fase líquida da liga, mesmo esta estando em pequenas proporções na existência da lama ceramética, atuando o Mg, portanto, como agente surfactante do particulado (Akhlaghi *et al.*, 2004).

Fundidos de AA356 são largamente empregados nas indústrias aeronáutica e automotiva, sendo a têmpera T6 a que consegue melhor explorar a melhor combinação de propriedades mecânicas, físicas e químicas desta classe de ligas (Alcan, 2007).

Tabela 2. Composição química nominal da liga de alumínio AA356 utilizada, também conhecida como Al-7Si-0,3Mg (% em massa).

Al	Si	Mg	Cu	Mn	Fe	Ni	Ti	Zn
Bal.	7,5 - 8,5	0,20 - 0,45	0,25 (máx.)	0,35 (máx.)	0,60 (máx.)	---	0,25 (máx.)	0,35 (máx.)

3.2 Carбето de Silício (SiC) Particulado

As partículas de SiC preto, de baixo custo (R\$ 5/kg), módulo de elasticidade tipicamente de 370 GPa, foram peneiradas para uma granulometria no intervalo de 30-50 μm (~ 400 a 240 grit). Elas foram oxidadas em temperaturas da ordem de 1000°C de modo a gerar uma camada superficial de SiO_2 que previne a reação química que leva a formação de Al_4C_3 bem como propicia a geração de sítios de interação (física e-ou química) com a matriz metálica.

A Tabela 3 fornece a densidade aparente dos constituintes básicos do compósito de matriz metálica AA356 reforçada com particulado cerâmico SiC.

Tabela 3. Valores de densidade dos materiais empregados na fabricação do CMM no presente estudo.

Material	Densidade Aparente (g/cm^3)
Liga AA356 como-recebida na forma de tarugos paralelepípedicos fundidos	2,62
Particulado SiC	3,10

3.3 Compósito de Matriz Metálica (CMM)

Cabe enfatizar novamente, antes da continuidade do texto, que, tendo em vista que o presente trabalho não versa sobre a manufatura do CMM liga-Al+SiCp, mas sim relativamente à sua caracterização mecânica, fractográfica e micro-química,

as informações presentemente fornecidas com relação ao sistema de fabricação do CMM, assim como quanto à sua caracterização materialográfica, são ora apresentadas numa quantidade minimamente necessária para a inserção do leitor no contexto da pesquisa, visto o CMM ser objeto da mesma. Desta forma, novamente o leitor é encaminhado à Maluf (2011) para maiores detalhes acerca do sistema de produção, do processo de manufatura do CMM e de sua caracterização micrográfica.

A Figura 11 apresenta alguns resultados de baixa qualidade obtidos nos procedimentos iniciais de compofundição. Nota-se na Figura 11a que uma grande parcela das partículas de SiC foram expulsas para a periferia do tarugo cilíndrico devido à força centrífuga exercida pelas pás rotativas. Inferiu-se deste resultado que a relativamente baixa viscosidade da liga-Al no estado essencialmente líquido, associada a uma excessiva velocidade adotada de rotação da hélice contendo as pás, bem como a maior densidade das partículas cerâmicas frente ao metal, favoreciam sobremaneira esta indesejável ocorrência. Por outro lado, a estabilização da liga-Al num estado semissólido, associada a uma velocidade de rotação insuficiente da hélice para agitação em vórtice que permitisse a ocorrência do fenômeno de tixotropia (redução da viscosidade pelo aumento da taxa de cisalhamento) conduziu à formação de um grande vazio interno na região ocupada pelas pás giratórias quando da retirada destas da massa compósita, conforme ilustra claramente a Figura 11b. Em adição, houve a produção de numerosos vazios de formato esférico e com relativamente pequenas dimensões, os quais se apresentaram disseminados por todo o compósito particulado, e que poderiam ser eliminados por operações secundárias (Li et al., 1995).

Tais fatos demonstraram cabalmente a necessidade de se alcançar um compromisso entre as diversas variáveis e parâmetros de manufatura do CMM de modo a que se obtivesse como produto final um material exibindo relativamente boa homogeneidade microestrutural, distribuição espacial adequada da fase de reforço, e livre de substanciais defeitos internos, tal como alcançado conforme documentado na Figura 11c em que se apresenta a vista em corte de um tarugo CMM compofundido exibindo uma muito boa condição de homogeneidade e continuidade estrutural, não obstante haja ainda alguma concentração de SiC no quarto inferior do mesmo, bem como alguns poucos vazios mais proeminentes no quarto superior da

peça cilíndrica. O excesso de SiC decorre provavelmente da tendência natural à decantação do carbetto na liga metálica em questão devido à mais elevada densidade do reforço cerâmico frente à liga metálica, a qual não foi totalmente compensada, nesta ocasião, pela turbulência imposta pelas pás giratórias e nem mesmo pelo uso de técnica de mistura no estado semissólido.

O emprego de hélices de agitação da mistura semissólida possuindo geometrias mais eficientes para a incorporação da fase particulada (ex., Figura 11d), utilizadas de modo semi-automatizado na etapa de mistura realizada fora do forno misturador, além do uso de vácuo mais intenso na câmara de fusão do forno-misturador, foram cruciais para a obtenção de tarugos de AA356+SiC ainda mais homogêneos quanto à distribuição do particulado cerâmico, e contendo ainda menos poros (defeito cuja presença é favorecida pela eventual manutenção de atmosfera gasosa, inerte ou não, na câmara de fusão), ou seja, exibindo qualidade muito superior ao apresentado nas Figuras 11a,b.

Com base na grande experiência de autores como Sakthivel *et al.*, 2008; Sakthivel & Velmurugan, 2008; Naher *et al.*, 2004; Hashim *et al.*, 2002; Hashim *et al.*, 2001; Hashim, 2001; Hashim *et al.*, 1999, a limpeza das partículas SiC, a redução do tempo de solidificação da mistura compósita pela adoção de meio de resfriamento rápido, o uso de um teor não tão elevado de partículas SiC foram medidas adicionais implementadas no presente estudo e que se mostraram também fundamentais para o incremento da molhabilidade das partículas cerâmicas pela parcela de metal líquido, pela prevenção da deposição ou do flotamento do particulado, e pela incorporação adequada do mesmo na massa metálica.

O ciclo de tratamento térmico aplicado à liga pura AA356 é listado na Tabela 4, assim como aquele imposto ao correspondente CMM (AA356+SiC) (Hunt & Miracle, 2001).

Cabe ressaltar que, em geral, os ciclos de tratamento térmico aplicados a partes metálicas em liga AA356 processadas no estado semissólido se baseiam nas rotas térmicas tradicionalmente aplicadas a ligas fundidas de modo convencional. Segundo Möller *et al* (2011), não há diferenças apreciáveis da resposta do material termicamente tratado em decorrência de sua estrutura globular (seja ela decorrente da agitação no estado semissólido e/ou do resfriamento rápido subsequente) ou dendrítica (estrutura bruta de fusão ou de solidificação, associada a resfriamentos

ocorrendo em condições de equilíbrio e de inércia mecânica do sistema). Esta é a razão pela qual o tratamento térmico da liga AA356, processada no estado fundido e resfriada bruscamente ao final da agitação mecânica, é similar ao ciclo térmico empregado no CMM, processado essencialmente no estado semissólido, e refundido, sempre sob agitação mecânica, no estágio final que precede imediatamente o resfriamento rápido da massa compósita.

Figura 11. (a) Tarugo de liga-Al A356 reforçada com SiC apresentando excesso de fase particulada expulsa para as bordas da peça; (b) Grande vazio interno gerado pela retirada da hélice de agitação em vórtice da massa viscosa semissólida; (c) Seção de corte transversal de um tarugo do compósito liga-Al+SiC nos estágios intermediários de aprimoramento do processo de manufatura por agitação em vórtice; (d) Exemplo de geometria de agitador com geometria otimizada empregada de modo semi-automatizado durante a etapa de pré-mistura semissólida realizada fora do forno-misturador.

Tabela 4. Roteiros dos tratamentos térmicos (Merle, 2000) aplicados, respectivamente, à liga AA356 obtida por fundição com agitação em vórtice no estado semissólido e do correspondente CMM compofundido, também manufaturado por mistura no estado semissólido (processo industrial Duralcan[®]). Valores para os materiais não-tratados termicamente são fornecidos para comparação, assim como as respectivas durezas medias e desvios-padrão.

Material	Solubilização	Têmpera	Envelhecimento	Dureza Brinell (Coeficiente Pearson, %)
Liga-Al AA356	535 °C / 12 h	Água a 80 °C	150 °C / 4 h	62,97±1,18 (1,87)
CMM AA356+SiC	535 °C / 6 h	Água a 80 °C	200 °C / 5 h	86,37±2,93 (3,39)
Liga-Al AA356	-----	-----	-----	60,70±1,53 (2,52)
CMM AA356+SiC	-----	-----	-----	79,53±3,90 (4,90)

Dos dados acima tabelados pode-se inferir que o tratamento térmico T6 da liga AA356 se manifestou nas formas de um relativamente leve aumento na dureza do material (~ 4%) e de uma indicação de maior homogeneização microestrutural, a qual se reflete na redução do espalhamento dos dados experimentais. Além disso, observa-se que a adição de partículas de SiC na liga AA356, para a condição de não-tratada termicamente, incrementou a dureza do material em significantes ~ 30%. Já a aplicação da têmpera T6 ao CMM causa um incremento nada desprezível de ~ 9% na dureza do compósito. Isto permite inferir que a presença de partículas SiC na matriz AA356 intensifica o efeito de envelhecimento desta última. Por sua vez, isto mostra indiretamente que o particulado SiC não deve ter reagido com o Mg da matriz metálica, a qual permaneceu com seu potencial de precipitação de segundas fases inalterado mesmo após a adição e mistura da fase cerâmica de reforço. Neste último caso é também estatisticamente comprovado o efeito benéfico do tratamento térmico de solubilização e de precipitação na homogeneização estrutural do CMM, tendo em vista o menor desvio-padrão dos dados obtidos. Por fim, conclui-se, como esperado, que a adição de SiC à liga AA356 incrementa a heterogeneidade microestrutural, em ambas as condições térmicas avaliadas.

De acordo com Bogdanoff (2009), a adição de partículas de SiC não só afeta a cinética de precipitação das ligas destinadas às práticas de fundição, em geral acelerando o envelhecimento da liga, mas também as quantidades relativas das várias fases presentes na microestrutura. Também é considerado que durante o resfriamento rápido (têmpera), após o processo de solubilização da liga, as partículas de SiC do compósito resfriam mais lentamente (devido a sua menor condutividade térmica que a matriz metálica), de sorte que o metal envolvendo o particulado permanece aquecido por mais tempo que a massa metálica. Esta interfase constitui, portanto, um local de elevada solubilidade dos elementos formadores de precipitados como decorrência do maior tempo disponível para sua solubilização na matriz metálica de alumínio, que, associado à alta densidade de discordâncias que definem a fronteira entre regiões adjacentes mais e menos solubilizadas, criam condições locais favoráveis para a precipitação de segundas fases. Este mecanismo proposto seria responsável pela maior fração volumétrica de precipitados obtidos nos CMM submetidos a tratamentos de envelhecimento frente aos não-tratados, e, conseqüentemente, pela sua maior dureza, o que é plenamente concordante com os dados da Tabela 4.

A Figura 12 apresenta algumas micrografias obtidas com o auxílio do microscópio óptico de reflexão para a liga-Al pura AA356 fundida em cadinho com agitação em vórtice nos estados líquido (a,b), sendo posteriormente resfriada lentamente ao ar, sem recorrer-se à aplicação de tratamento térmico de envelhecimento, e semissólido (c,d), resfriada rapidamente em água, respectivamente, sem e com a subsequente aplicação de tratamento térmico de precipitação de segundas fases.

Figura 12. (a,b) Liga-Al AA356 fundida em cadinho por agitação em vórtice no estado líquido e resfriada ao ar, sem subsequente tratamento térmico; (c) AA356 obtida por agitação no estado semissólido, resfriada rapidamente, e não-submetida a tratamento térmico posterior; (d) Com tratamento térmico T6 subsequente. Ampliações: (a) X; (b) 2X; (c,d) 5X. Ataque: Reagente de Keller

Observa-se que a liga-Al AA356 pura solidificada lentamente a partir do estado completamente líquido (Fig. 12a) exibe uma microestrutura bruta de fusão, ou solidificação claramente dendrítica da fase- α pró-eutética e uma mistura eutética Al-Si nas regiões interdendríticas, com a profusa presença de bolhas e/ou, mais provavelmente, vazios em face do emprego de vácuo na câmara em que se localizava o cadinho de fusão. Na imagem mais ampliada dos respectivos microconstituintes (Fig. 12b) é possível verificar o formato tipo-agulha da fase silicífica β'' e de compostos intermetálicos (ex., Al-Si-Fe) imersos na matriz- α ao longo das áreas interdendríticas (Singla *et al.*, 2009; Hunt & Miracle, 2001).

Já para a liga-Al AA356 solidificada rapidamente a partir do estado semissólido agitado por vórtice (Fig. 12c), nota-se um refinamento, acompanhado de

esferoidização, da fase- α primária, das agulhas β'' e dos prejudiciais compostos intermetálicos, especialmente os contendo o elemento Fe que reduzem ambas a ductilidade e a resistência mecânica da liga. Tais efeitos são fortemente intensificados pela subsequente realização do tratamento térmico de envelhecimento da liga (Fig. 12d), quando a fase β'' origina uma estrutura intermediária β' com formato de bastonetes, e, finalmente, precipitados β de equilíbrio de formato tipo-placas e composição Mg_2Si [2]. A presença de Mg, principal elemento de fortalecimento desta classe de liga fundida, associada a de Si, pode gerar silicato de magnésio (Mg_2Si) já durante a fase de solidificação fundido, desta feita na forma de um constituinte preto e grosseiro que se assemelha à escrita chinesa (conforme pode ser apreciado na Fig. 12a), o qual tende a exercer um efeito bastante negativo nas propriedades mecânicas da liga (Ralph *et al.*, 1997).

Em amostras do CMM obtidas por compofundição essencialmente no estado semissólido e que apresentaram boa qualidade do produto final foram realizadas análises micrográficas de modo a verificar tanto o potencial de incorporação do SiC na matriz metálica leve de alumínio em termos do percentual em volume, como a homogeneidade da distribuição espacial da fase particulada cerâmica na fase contínua metálica.

A Figura 13 ilustra micrografias obtidas em microscópio óptico de reflexão para o CMM submetido a tratamento térmico pós-compofundição, donde se pode concluir pela boa incorporação de partículas de SiC pela liga AA356.

Num processo realizado integralmente no estado semissólido, isto decorre essencialmente do aprisionamento do particulado cerâmico nas regiões de composição eutética da liga metálica, as quais permaneceram no estado líquido durante a formação e mistura da pasta cerametálica, e que posteriormente se solidificaram durante o estágio de resfriamento do produto final.

Figura 13. (a,b,c) Fotomicrografias realizadas em amostras de compósito liga-Al356+SiC obtida por compofundição com agitação em vórtice da mistura semissólida, com posterior tratamento térmico T6 do tarugo final (Maluf, 2011); (d) CMM de liga A359 com 20% em volume de particulado SiC obtido industrialmente pela Alcan®, segundo o processo denominado Duralcan® (Li *et al.*, 2007). Ataque: Reagente de Keller

A densidade aparente do CMM considerado de boa qualidade (ex., Figs. 13a,b,c) foi de $2,84 \text{ g/cm}^3$, obtida por deslocamento de volume d'água, enquanto que o percentual volumétrico de SiC particulado incorporado ao compósito metálico foi de $16,80 \pm 1,86 \%$, e o teor de vazios ou bolhas no mesmo foi estimado em $1,51 \pm 0,30 \%$, também em termos de volume. As duas últimas medidas foram realizadas via análise materialográfica em três planos ortogonais entre si.

4. CORPOS DE PROVA

4.1 Impacto Charpy

A Figura 14a mostra o desenho de um corpo de prova de impacto Charpy e a Figura 14b apresenta a foto de dois espécimes confeccionados a partir dos tarugos de CMM, já prontos para o ensaio de carregamento dinâmico.

Foram caracterizados, nas temperaturas de 25 e 300°C, a liga AA356 pura e o correspondente CMM, em ambas as condições de tratados e não-tratados termicamente.

Todos os espécimes continham entalhes retilíneos gerados por intermédio de um filamento de eletroerosão com diâmetro de 200 μm , de sorte que o raio de curvatura final do entalhe eletroerodido foi uma fração dos 250 μm estabelecido pela norma ASTM-E23 (2005).

Optou-se por esta metodologia de introdução da descontinuidade inicial nos corpos de prova, ao invés do tradicional pré-trincamento em fadiga, visando-se garantir uma maior homogeneidade e uniformidade da distribuição inicial de tensões na região da ponta do entalhe, o que não seria assegurado pelo uso de pré-trincas. Neste último caso, em se tratando de compósitos, são amplamente reconhecidos os efeitos de carregamento mecânico cíclico, tais como, trincamento múltiplo ou ramificação de trincas, trincamentos em zig-zag e descontínuos, deflexão de trincas, ancoragem e fechamento de trincas, os quais atuam em prejuízo da desejável singularidade do campo inicial de tensões e deformações (Bruzzi & McHugh, 2003).

Desta forma, há, em princípio, de se esperar um efeito mais agressivo e pronunciado do entalhe mais agudo no CMM, levando a propriedades de impacto (energia absorvida ou consumida na fratura) mais conservadoras se comparadas ao material submetido ao entalhamento convencional com ferramenta mecânica (razão entre os raios de curvatura de 1:2,5), bem como se pressupõe um espalhamento de dados mais reduzido do material quando comparado ao do material pré-trincado por fadiga.

Por outro lado, a agudeza do entalhe eletroquimicamente introduzido nos corpos de prova (raio de curvatura da ordem de $100\ \mu\text{m}$) permite, de forma senão perfeitamente quantitativa, ao menos qualitativa, a inferência de parâmetros que aproximam os da Mecânica da Fratura, visto a descontinuidade eletroerodida assemelhar-se a uma trinca única e retilínea, conforme mostra a Figura 14b.

Figura 14. (a) Croqui; (b) Foto de corpos de prova de impacto Charpy padrão tipo-A modificados pela inserção de entalhe por eletro-erosão filamental (indicados por setas vermelhas), ao invés do tradicional entalhe mecânico em V.

4.2 Flexão Monotônica Quase-Estática

Corpos de prova de flexão empregados em ensaios à temperatura ambiente e seguindo-se as diretrizes básicas estabelecidas pela norma ASTM-C1421 (2010), destinada a materiais exibindo comportamento essencialmente frágil, foram idênticos àqueles empregados na série de ensaios de impacto Charpy (Fig. 14), de modo a facilitar tanto a usinagem dos espécimes quando a condução dos ensaios e as suas respectivas análises, bem como realizar associações à abordagem da Mecânica da Fratura.

4.3 Fadiga Fletiva

Corpos de prova idênticos àqueles mostrados na Figura 14 foram também utilizados em ensaios de flexão cíclica (fadiga fletiva) no presente estudo, seguindo-se neste caso as diretrizes básicas providas pela norma ASTM-E466 (2007).

5. EXPERIMENTAL

5.1 Ensaios Mecânicos

5.1.1 Impacto Charpy

Os ensaios de tenacidade ao impacto Charpy em sistema pendular foram realizados com a liga-Al AA356 e o seu respectivo CMM particulado, em ambas as condições de tratados (quais sejam, solubilização/homogeneização, têmpera e envelhecimento) e não-tratados termicamente, em um sistema instrumentado da Instron-Wolpert® modelo PW30 (Figura 15). As temperaturas de ensaio foram de, respectivamente, 25 e 300°C sob uma velocidade de impacto de 5,52 m/s e com uma energia disponibilizada da ordem de 300 J, segundo diretrizes da norma ASTM-E23 (2005).

Figura 15. (a) Equipamento da Instron-Wolpert® modelo PW30 utilizado nos ensaios de impacto Charpy; (b) Detalhe do pêndulo instrumentado com célula de carga e monitorado quanto ao seu deslocamento durante o evento de impacto.

Os resultados de energia absorvida ou consumida no processo de fratura dos espécimes foram coletados e posteriormente plotados, destacando-se os valores médios os respectivos desvios-padrão desta propriedade para cada conjunto de corpos de prova em cada uma das quatro condições avaliadas.

5.1.2 Flexão Monotônica Quase-Estática

Os ensaios de flexão monotônica em corpos de prova do tipo-barra com entalhe central (Fig. 14) fletida sob a ação de três pontos de contato, confeccionados em liga AA356 e em CMM, ambos nas condições de tratados e não-tratados termicamente, foram conduzidos à temperatura e condições ambiente, utilizando-se um sistema universal de ensaios de marca Timegroup[®] Inc. modelo WDW-30E (Fig. 16), com fundo de escala de 5 kN, seguindo-se diretrizes básicas estabelecidas na norma ASTM-C1421 (2010).

A velocidade de aplicação do carregamento na linha central dos espécimes foi fixada em 0,5 mm/min, com o ensaio conduzido sob controle de deslocamento do travessão, sendo o término dos ensaios estabelecido ao se atingir a carga máxima suportada pelos corpos de prova, o que invariavelmente correspondeu à fratura catastrófica dos mesmos.

Figura 16 (Continua na próxima página).

Figura 16. Equipamento da Timegroup® Inc. modelo WDW-30E empregado nos ensaios de flexão monotônica sob três pontos: (a) Vista geral do sistema de carregamento; (b) Início do ensaio de flexão; (c) Falha catastrófica do espécime determinando o término do ensaio quase-estático.

Os resultados de carga máxima suportada pelos espécimes e de rigidez elástica dos mesmos foram coletados e posteriormente plotados, destacando-se os valores médios os respectivos desvios-padrão destas propriedades para cada conjunto de corpos de prova em cada uma das quatro condições avaliadas.

5.1.3 Fadiga Fletiva

Os ensaios de fadiga fletiva em barras de seção transversal quadrada contendo entalhe centralizado (Fig. 14) carregadas repetidamente sob a ação de três pontos de contato e em condições de carregamento de amplitude constante de tensão foram realizados à temperatura e condições ambiente em um sistema eletromecânico da marca Instron® modelo Electro Pulse (Fig. 17), operando em fundo de escala de 3 kN sob uma frequência de onda senoidal de 10 Hz. O critério de parada de ensaio foi o de ruptura completa e catastrófica do espécime. Corpos de prova de liga AA356 pura e reforçada com partículas cerâmicas de SiC (CMM), foram fadigadas em ambas as condições de tratados e não-tratados termicamente.

Os resultados de tensão aplicada aos espécimes versus o número de ciclos demandados para a fratura completa dos mesmos foram coletados e posteriormente

plotados na forma de diagramas tensão-vida em fadiga para cada conjunto de corpos de prova para cada uma das quatro condições avaliadas.

Maior ênfase foi dada na determinação do comportamento do CMM nas condições de tratado e não-tratado termicamente, quando um maior número de corpos de prova foi empregado, e, conseqüentemente, curvas tensão-vida (S-N) mais completas foram obtidas.

Figura 17. Equipamento de carregamento cíclico eletro-mecânico da Instron® modelo Electro Pulse utilizado nos ensaios de fadiga em flexão três pontos: (a) Vista geral do sistema de carregamento; (b) Início do ensaio de flexão cíclica; (c) Falha catastrófica do espécime determinando o término do ensaio de fadiga.

Basicamente, manteve-se em todos os casos uma razão de cargas R constante ($R = \text{carga mínima} / \text{carga máxima}$), no valor de 10, e variou-se (reduziu-se progressivamente) a amplitude de cargas ou tensões A ($A = \text{carga máxima} - \text{carga mínima}$) aplicada aos espécimes de uma mesma categoria, de sorte que vidas mais longas em fadiga pudessem ser obtidas através de carregamento cíclicos cada vez

menos agressivos. Nos casos de maior interesse, a carga crítica (correspondente ao pico de carga de compressão) variou de 60 a 10% da carga de ruptura obtida nos correspondentes ensaios de flexão monotônica (subitem 5.1.2), os quais foram tomados como referência para se estabelecerem os valores mais adequados dos parâmetros dos ensaios subsequentes de fadiga fletiva.

5.2 Análise Fratográfica de Falha do CMM por MEV

No exame, análise ou inspeção topográfica *post-mortem* das superfícies de fratura (fratografia) dos espécimes CMM ensaiados sob condições de impacto, flexão e fadiga, respectivamente, empregaram-se uma máquina fotográfica de alta definição de imagens da marca Sony® modelo Cyber-Shot 10,1 MPx operando em modo “macro”, um estereoscópio de reflexão da marca Carl Zeiss-Jena® modelo Citoval 2 utilizando-se ampliações de imagens na faixa de 1,5 a 80 X, e um microscópio eletrônico de varredura da marca Zeiss Leo® modelo 440 (Cambridge, England).

O MEV, situado no Instituto de Química de São Carlos (IQSC/USP) possui um detector Oxford (Model 7060) para imageamento com elétrons secundários, e operou com feixe de elétrons de 20 kV (Figura 18). As imagens feitas com elétrons retroespalhados foram obtidas utilizando-se um detector Four Quadrant Backscattered Electron Detector Type 400. Regiões representativas de superfícies de fratura criadas durante cada tipo de ensaio mecânico foram selecionadas e inspecionadas de modo a se revelarem os aspectos topologicamente mais característicos em diversas ampliações de imagem.

Dada a boa condutividade elétrica da matriz metálica de liga-Al, não foi necessária a aspersão ou a deposição de ouro ou mesmo carbono sobre as superfícies de fratura para a realização dos imageamentos por intermédio do MEV.

Figura 18. Microscópio Eletrônico de Varredura Zeiss Leo 440 pertencente ao Instituto de Química de São Carlos (IQSC): (a) Vista geral externa; (b) Interior da câmara de vácuo; (c) Detalhe do porta-amostras.

5.3 Micro-Análise Química por EDS do CMM Fraturado

Análises de energia dispersiva (EDS) foram realizada em um equipamento EDS Link Analytical (Isis System Series 200), com detetor de SiLi Pentafet, janela ultrafina ATW II (Atmosphere Thin Window), de resolução de 133 eV a 5,9 keV, acoplado ao Microscópio Eletrônico de Varredura Zeiss LEO Stereoscan 440. Utilizou-se um padrão de Co para calibração, feixe de elétrons de 20 kV, distância focal de 25 mm, tempo morto de ~30%, corrente de 2,82 A e sonda em I de 950 pA.

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 Ensaios Mecânicos

6.1.1 Impacto Charpy

A Figura 19 exibe os resultados obtidos nos ensaios Charpy realizados às temperaturas ambiente e 300°C com espécimes de liga-Al e CMM entalhados por eletro-erosão com filamento, com os materiais nas condições de, respectivamente, tratados e não-tratados termicamente. Nota-se para ambas a liga-Al pura e o correspondente CMM não-tratados termicamente que o efeito da temperatura é no sentido de diminuir a resistência ao impacto, e que os valores médios de tenacidade da liga AA356 são praticamente o dobro do correspondente CMM.

Figura 19. Tenacidade ao impacto Charpy em função da temperatura de ensaio para corpos de prova entalhados por eletro-erosão filamentar, com a liga AA356 e o respectivo CMM em ambas as condições de, respectivamente, tratados (HT) e não-tratados (N-HT) termicamente (um mínimo de 1 e um máximo de 4 corpos de prova foram ensaiados por condição, priorizando-se o CMM tratado termicamente). Linhas de tendência e os respectivos coeficientes de determinação são fornecidos para cada conjunto de pontos de dados experimentalmente obtidos.

Já no caso dos materiais tratados termicamente, a temperatura tem efeito positivo na tenacificação dos mesmos, tal como se esperaria na maioria das situações.

Entretanto, o efeito do entalhe agudo (que é um poderoso concentrador/intensificador de tensões) é especialmente drástico no caso do CMM envelhecido segundo a têmpera T6, se comparado ao caso da liga-Al pura que o originou, também tratada para T6. Neste sentido, os valores de tenacidade ao impacto Charpy do CMM são apenas uma fração (1/4) daqueles obtidos para a liga AA356 ensaiada sob as mesmas condições. Isto indica que, apesar do efeito benéfico da temperatura de ensaio de impacto Charpy no caso do CMM tratado termicamente, concentradores de tensão do tipo-entalhe agudo são notavelmente nocivos ao compósito reforçado por partículas cerâmicas de elevada dureza. De fato, estas últimas são, por si só, altamente concentradoras de tensão devido ao seu formato angular, e se encontram imersas numa matriz metálica endurecida pela profusa presença de precipitados (Myriounis *et al.*, 2009). A confluência destes dois fatores atuam no sentido da indução de um comportamento essencialmente frágil por parte do CMM, especialmente quando este submetido a um regime de carregamento mecânico dinâmico (Baghchesara *et al.*, 2009). Este talvez seja o principal efeito limitador para um emprego mais arraigado desta classe de materiais compósitos na manufatura de componentes estruturais de alta responsabilidade, em que resistência e tolerância a danos são propriedades altamente valorizadas.

6.1.2 Flexão Monotônica Quase-Estática

Os resultados dos ensaios de flexão são mostrados na Figura 20, que apresenta graficamente o comportamento dos diferentes materiais na forma de curvas de carga x deslocamento (ou deflexão na linha de carga), Fig. 20a, as quais refletem fielmente as relações tensão vs. deformação, uma vez que geometria e dimensões dos espécimes e dos entalhes eletro-erodidos são idênticos para todos os materiais presentemente avaliados.

Nota-se na Fig. 20b que o CMM, na sua forma tratada termicamente, não exibiu a máxima resistência mecânica dentre as quatro condições apreciadas,

embora ocupe uma honrosa segunda posição neste quesito, conforme mostrado na Figura 20b. Entretanto, o CMM-T6 apresentou a máxima rigidez (módulo de elasticidade, ou de Young) indicando, assim, um potente sinergismo entre a presença das partículas cerâmicas duras e as fases de reforço inerentes à liga AA356, estas geradas pela têmpera T6.

(a)

(b)

Figura 20. Resultados de ensaio de flexão quase-estática à temperatura ambiente em espécimes com entalhe eletro-erodido: (a) Curvas representativas carga x deflexão representativas para cada material avaliado; (b) Valores médios e correspondentes desvios-padrão da propriedade mecânica carga máxima; (c) Valores médios e correspondentes desvios-padrão da propriedade mecânica rigidez, ou módulo de elasticidade; (d) Valores médios e correspondentes desvios-padrão da energia para fratura (tenacidade calculada pela integração da área sob as curvas da Fig. 20a). Um mínimo de 3 e um máximo de 6 corpos de prova foram ensaiados para cada condição de interesse, priorizando-se o CMM em ambas as suas formas tratada e não-tratada termicamente. Os respectivos coeficientes de Pearson, que representam a variação percentual do desvio-padrão frente ao valor médio de cada grupo de materiais, são exibidos próximos às correspondentes colunas providas nas Figs. 20b-d.

Uma possível explicação para o fato de o CMM-T6 não ter apresentado o melhor desempenho em termos de limite de resistência à flexão pode estar exatamente na elevada dureza exibida pelo mesmo, que foi a máxima dentre as

quatro condições avaliadas, conforme pode ser confirmado na Tabela 4. Nestes termos, o elevado potencial de resistência mecânica (fletiva, ou, em última análise, trativa) do CMM-T6 não pôde se desenvolver plenamente, haja vista a inerente presença de trincas no material de natureza bastante dura, frágil e rígida, levando à fratura precoce do mesmo.

Merecem ser enfatizados os seguintes pontos relativos às Figuras 20a-d acima citadas:

- (i) O incremento de ~ 20% nos valores médios de ambas as propriedades mecânicas de rigidez e de resistência máxima em flexão devido à aplicação do tratamento térmico T6 de precipitação no CMM, assim como ocorre para a liga pura AA356-T6 (neste último caso ocorrendo um acréscimo de ~ 40% em ambas as propriedades com relação à liga-Al não-tratada);
- (ii) A redução do espalhamento de dados relativos a estas duas propriedades em função da realização do tratamento térmico, tanto do CMM quanto da liga AA356, tal como verificado pela análise da barra de erros (desvio-padrão) e/ou do correspondente coeficiente de Pearson;
- (iii) O incremento da rigidez da liga AA356 em decorrência da incorporação das partículas cerâmicas de SiC, conforme desejável e esperado, seja para os materiais nas condições de termicamente tratados (+ 25%), ou de não-tratados (+ 50%), respectivamente;
- (iv) A menor capacidade do CMM, relativamente à liga metálica que o originou, em suportar carregamento fletivo quase-estático na presença de concentrador agudo de tensões (entalhe por eletro-erosão) para a condição de tratados termicamente (- 20%). No caso da não aplicação do envelhecimento térmico, esta variação de propriedades entre liga AA356 e o CMM é praticamente desprezível. O nível de redução de resistência à flexão observado no caso do CMM tratado termicamente devido à incorporação do particulado (~ 20%) é deveras aceitável, não impedindo, portanto, seu emprego nestas condições de trabalho, especialmente pelo fato deste material nesta condição térmica exibir a máxima rigidez dentre todos os materiais e condições ensaiados;

- (v) Existe uma clara correlação entre os valores de energia de impacto Charpy obtidos à temperatura ambiente para todos os materiais e condições ensaiados (Fig. 19) e os dados de energia (tenacidade) quase-estática de fratura fornecidos na Figura 20d, indicando que o efeito da taxa de carregamento sob esforço de flexão na alteração do ranking de desempenho dos materiais em questão é praticamente nulo.
- (vi) Os dados plotados de energia de fratura quase-estática (valores médios e desvios-padrão) corroboram os efeitos positivos do tratamento térmico T6 na liga-Al e seu respectivo CMM, em termos de maior propriedade (no caso, tenacidade) e maior confiabilidade (menor espalhamento de dados), identicamente como observados para as propriedades mecânicas de resistência máxima e rigidez em flexão (Figs. 20b,c, respectivamente).

Rigorosamente falando, o ensaio em questão, tanto pelas suas características operacionais como pelas especificidades dos corpos de prova utilizados, em especial devido ao entalhe agudo (raio de curvatura de aproximadamente 100 μm) introduzido nos mesmos, fornece uma boa estimativa comparativa quanto à tenacidade à fratura quase-estática dos quatro materiais em questão, tal como mais exatamente qualificada por critérios como K_{IC} e J_{IC} da Mecânica da Fratura Elástica-Linear e Elasto-Plástica, respectivamente (Myriounis *et al.*, 2009). Desta forma, conclui-se que a redução da tenacidade à fratura quase-estática causada pela adição da fase cerâmica à liga AA356 não foi tão comprometedora como no caso anteriormente avaliado do carregamento dinâmico sob impacto Charpy (critérios K_{ID} e J_{ID} , respectivamente), os quais foram executados em espécimes também contendo entalhe eletro-erodido (aproximando razoavelmente bem um defeito tipo-trinca). Isto corrobora a regra já bem estabelecida da maior severidade dos carregamentos mecânicos aplicados sob elevadas taxas de deformação (carregamentos dinâmicos) frente aos chamados quase-estáticos, uma vez que nos primeiros o tempo de resposta do material para o alívio de tensões, na forma de deformação plástica ou permanente (fenômeno dependente do tempo), é curto o suficiente para suprimir este mecanismo de relaxação de tensões, forçando a transição da deformação elástica (instantânea) para a fratura, sem que haja deformação irreversível em

escala apreciável. Resumidamente, os carregamentos rápidos induzem resposta frágil por parte dos materiais.

Segundo Ranjbaran (2010), a relativamente baixa tenacidade à fratura é uma propriedade inerente dos CMM particulados tais como o presentemente estudado, e, desconsiderando-se os fatores intrínsecos às ligas metálicas e seus processos de fundição, acredita-se ser esta baixa tenacidade derivada principalmente da grande diferença entre as propriedades elásticas, plásticas e térmicas dos seus dois constituintes (metálico contínuo e cerâmico particulado, respectivamente). Estes diferenciais degradam a liga matriz próximo à interface metal/cerâmica devido tanto à elevada capacidade de encruamento do metal quanto a intensificação de tensão introduzida pela geometria irregular e angular das partículas SiC. Consequentemente, a matriz metálica próxima da interface é sujeita a danos altamente localizados que conduzem a sua fratura prematura, ou seja, a matriz controla ambos o fluxo plástico e o processo de fratura desta classe de materiais. Os autores sugerem que o incremento da tenacidade à fratura dos sistemas particulados passa, portanto, pela seleção de constituintes com adequadas características e propriedades as quais controlam o estado de tensões na interface metal-cerâmica.

Conforme comentado, o aumento da rigidez observados para o devido à têmpera T6 deveu-se basicamente à precipitação de segundas fases durante a etapa de envelhecimento, enquanto que, segundo o raciocínio acima desenvolvido, o ganho de resistência mecânica do material pode ter ocorrido via relaxação de tensões residuais de origens térmica e mecânica (Ranjbaran, 2010) na etapa de solubilização do material, devido à redução do limite de escoamento da matriz metálica.

6.1.3 Fadiga Fletiva

A Figura 21 apresenta os resultados de fadiga em termos de curvas tensão-vida (S-N) levantadas a partir do ensaio de corpos de prova confeccionados com os quatro tipos de materiais avaliados, contendo entalhes eletro-erodidos e submetidos à flexão cíclica sob amplitude constante de tensão.

Dada a relativamente restrita quantidade de material disponível para estes ensaios, foram privilegiadas as condições tratada e não-tratada termicamente do CMM AA356+SiC. Mesmo assim, apenas um único corpo de prova foi ensaiado para cada nível de tensão (ou amplitude de tensão) de cada uma das condições apreciadas.

Desta forma, em face da aridez do número pontos de dados levantados para a liga pura AA356 muito pouca informação pôde ser extraída para a mesma em termos de tendência de comportamento em fadiga mecânica, em especial na condição T6. Entretanto, é interessante observar na Figura 21 que o único ponto de dado obtido para a liga AA356-T6 não difere significativamente do comportamento do CMM em ambas as condições avaliadas.

Uma inspeção local do gráfico S-N para os níveis mais elevados de amplitude de carga (ou tensão) ($\geq 0,5$ kN), o que corresponde aos casos em que os picos negativos (também denominados vales) de tensão fletiva são os mais acentuados, ou seja, para os carregamentos mais críticos em fadiga, os materiais avaliados apresentam comportamentos similares dada a escala comprimida em que o gráfico é fornecido, e também ao pequeno número de pontos de dados obtidos. Isto também impede por completo qualquer inferência de ranqueamento dos materiais quanto ao comportamento de fadiga em vidas curtas.

Figura 21. Resultados de fadiga fletiva na forma de curvas S-N (tensão-vida) sob amplitude constante de tensão para a liga-Al pura e o CMM respectivamente nas condições tratada e não-tratada termicamente.

Já para os níveis mais reduzidos de amplitude de carga ($< 0,5$ kN), há a possibilidade de se inferir um comportamento mais pobre (vidas mais curtas para uma determinada tensão, ou carga mínima aplicada, visto estar sendo empregada fadiga fletiva) para a liga AA356 não-tratada termicamente frente a ambos CMM tratado e não-tratado termicamente, o que, por si só, já é um aspecto interessante do estudo, mas que não pode ser avaliado de modo pormenorizado em vista da escassez de dados da liga-Al pura.

A comparação entre o CMM nas condições não-tratada termicamente e T6, respectivamente, permite verificar uma clara tendência no sentido de a primeira condição exibir um melhor desempenho em fadiga que o compósito envelhecido, ou seja, vidas mais longas para idênticas condições de tensão aplicadas. Entretanto, há de ser destacado que a redução da vida em fadiga causada pela aplicação do tratamento térmico de envelhecimento no CMM pode ser considerada até mesmo modesta (variando de -25% para níveis intermediários de tensão, para -10% nos níveis menos severos de carregamento), significando, em princípio, que o emprego

do CMM termicamente tratado em situações que envolvam carregamento cíclico na pré-existência de um concentrador de tensões é factível e viável.

Isto é particularmente importante em situações de aplicação em serviço sob temperaturas suficientemente elevadas para causar o envelhecimento progressivo da liga não-tratada, o que, aparentemente, não causaria reduções drásticas de seu desempenho sob cargas cíclicas mecânicas, ou seja, não comprometeria significativamente sua durabilidade em serviço.

De acordo com Myriounis & Hasan (2012), Pakdel *et al.* (2007) e Chen *et al.* (2007) há fortes indicativos de que trincas de fadiga nos compósitos fundidos de matriz metálica e reforço particulado SiC propagam-se predominantemente no interior da fase matricial, independente do nível de tensão aplicada, evitando as partículas cerâmicas devido à elevada resistência mecânica das mesmas e à forte interface matriz/partícula no caso em que boa molhabilidade do sistema particulado pelo metal é alcançada nos estágios de manufatura do compósito.

Em vista dos indícios obtidos por Ling *et al.* (1999) e Christman & Surech (1988) quanto ao caminho preferencial das trincas de fadiga nos compósitos particulados fundidos, pode-se inferir que uma matriz metálica mais dúctil produza taxas de crescimento mais lentas a determinada tensão cíclica aplicada, ou seja, melhores desempenhos em fadiga na forma de vidas mais longas. Isto é perfeitamente compatível com os resultados presentemente obtidos e exibidos na Figura 21, haja vista a maior ductilidade do CMM não-tratado termicamente, frente ao tratado para a condição de envelhecimento T6.

Uma expectativa surge, portanto, de que o superenvelhecimento do CMM previamente tratado na condição T6 e colocado em serviço em temperaturas elevadas o suficiente para promover a continuidade daquele processo, possa levar a uma extensão da vida útil do respectivo componente, desde que, o material na condição superenvelhecida, satisfaça critérios fundamentais de projeto em termos de resistência mecânica e rigidez.

Conforme visto ao longo do presente texto, a necessidade do tratamento térmico de envelhecimento do CMM se estabelece na medida em que ele equaliza o comportamento mecânico da massa compósita, no sentido de reduzir drasticamente o espalhamento de dados (melhorando sensivelmente a confiabilidade do material)

se comparado à condição não-tratada termicamente (vide, por exemplo, os valores de dureza listados na Tabela 4, e os valores de resistência máxima e rigidez em flexão monotônica plotados nas Figs. 20b-d, respectivamente), além de incrementar todas estas propriedades mecânicas fundamentais para aplicações estruturais, novamente quando comparadas às do CMM na condição de não-envelhecido para precipitação. Nota-se que o mesmo é exatamente verificado também para a liga-Al pura.

Desta forma, a viabilidade do emprego do CMM envelhecido também em situações envolvendo fadiga mecânica (conforme mostra a Fig. 21, quando o confronto é realizado entre o CMM tratado e não-tratado) vem a somar no cabedal de suas propriedades de interesse no campo da engenharia estrutural. Conforme ficou claro até o momento, tenacidade ao impacto parece ser a grande e talvez única restrição, em termos de comportamento mecânico, que necessita ser superada por esta classe de materiais para estender seu potencial de uso em condições reais de serviço.

6.2 Análise Fratográfica de Falha do CMM por MEV

6.2.1 Impacto Charpy

A Figura 22 mostra superfícies de fratura de corpos de prova confeccionados em liga-Al pura não-tratada termicamente, entalhados por eletro-erosão e ensaiados sob impacto Charpy à temperatura ambiente. As imagens foram obtidas por MEV e mostram topografias de fraturas associadas a valores mínimo e máximo, respectivamente, de tenacidade ao impacto para aquele conjunto específico de espécimes. A menos que indicado, as imagens ampliadas (à direita) foram obtidas no centro geométrico da face fraturada (à esquerda) no respectivo ensaio mecânico.

Observam-se sob a menor ampliação de imagem (Fig. 22a & 22c), à esquerda, regiões microestruturalmente pouco homogêneas, as quais estão presentes em maior profusão no caso da menor absorção de energia de impacto (Fig. 22a). Correspondentemente, em nível mais microscópico, à direita, a Fig. 22b mostra uma maior tendência à formação de regiões exibindo fratura do tipo quase-clivagem, caracterizadas por maior planicidade do relevo, indicando e corroborando

um consumo mais baixo de energia durante a propagação da trinca rápida no primeiro espécime.

Figura 22. Fratografias obtidas por MEV das superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, produzidos com liga-Al 356 não-tratada termicamente e ensaiados à temperatura ambiente: (a,b) Mínima tenacidade; (c,d) Máxima tenacidade.

De acordo com a Figura 19, a energia média de fratura, à temperatura ambiente, desta condição microestrutural é de 2,5 J, a segunda maior no ranque dentre as 4 condições presentemente avaliadas.

A Figura 23 mostra superfícies de fratura de corpos de prova confeccionados em liga-Al pura tratada termicamente, entalhados por eletro-erosão e ensaiados em impacto Charpy à temperatura ambiente. As imagens obtidas por MEV indicam o desenvolvimento de uma macro-topografia (Fig. 23a) mais complexa, possivelmente associada a um maior aporte de energia de crescimento de trinca, e um micro-relevo (Fig. 23b) que comporta tanto parcelas de fratura frágil (plana) como de fratura dúctil

de AA356, que constituem alguns dos mecanismos tenacificação destes compósitos particulados, não foi eficiente no sentido de demandar aportes consideráveis de energia no processo de fratura sob impacto Charpy. No caso da Fig. 24c, e corroborado na Fig. 24d (que constitui uma ampliação da primeira imagem), não se observam fenômenos já aludidos de nucleação, crescimento e coalescimento de microvazios, o que haveria de contribuir com certa parcela de tenacificação do material. Em suma, no caso em questão a maior profusão de sítios de aglomeração de SiC parece ter sido o efeito controlador da tenacidade entre os espécimes nominalmente idênticos.

Não obstante estas inferências acima realizadas para o CMM não submetido a envelhecimento térmico, há de se lembrar do efeito fragilizante exercido pela própria presença da segunda fase (extrínseca) constituída pelo SiC particulado, que, devido ao seu formato geométrico irregular, associado à naturalmente baixa compatibilidade entre os materiais metálicos e cerâmicos, impõe limites severos ao potencial de tenacidade à fratura estática, ou dinâmica desta classe de materiais, de sorte que, mesmo na melhor das hipóteses, a quantidade energia requerida para a fratura da matriz metálica no seu estado puro (liga AA356) ainda é substancialmente superior àquela necessária para romper o CMM particulado dela derivado, como pode ser constatado a partir dos valores numéricos experimentalmente determinados nos ensaios de impacto Charpy plotados na Figura 19. De fato, a energia média de fratura por impacto Charpy desta última condição microestrutural é de 1,4 J, a segunda menor à temperatura ambiente no ranque dentre as 4 condições presentemente avaliadas.

Além disso, vem à tona novamente a questão da aglomeração de partículas, tais como aqueles que deram origem às crateras indicadas por setas amarelas na Fig. 24a. Seus diâmetros variam tipicamente entre 100 e 300 μm , correspondendo, portanto, a um volume que poderia conter cerca de até 50 das mais volumosas partículas de SiC empregadas neste estudo. Esta aglomeração contribui também para o mais baixo desempenho mecânico do CMM, haja vista a reduzida interface real, ou efetiva entre matriz e particulado, levando a uma baixa transferência de carga mecânica da fase metálica para a cerâmica, o que significa dizer que uma tensão real muito superior à nominal aplicada concentra-se na fase mecanicamente menos resistente, acelerando o processo de fratura e culminando em menores

aportes de energia para fratura (seja ela induzida por cargas estáticas, dinâmicas ou cíclicas).

Desta forma, verifica-se que os temas: (i) distribuição homogênea das partículas de reforço e (ii) boa compatibilização de interfaces metal/cerâmica permanecem como desafios para a obtenção de um desempenho mecânico adequado do CMM com particulado SiC, e estes tópicos vem sendo intensamente abordados em pesquisas correlatas atualmente conduzidas pelo Grupo de Materiais Compósitos e de Metalurgias Física e Mecânica do SMM-EESC-USP.

Figura 24. Fratografias obtidas por MEV de superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, manufaturados em CMM não-tratado termicamente e ensaiados à temperatura ambiente: (a,b) Mínima tenacidade; (c,d) Máxima tenacidade.

carbeto (fase de reforço), identicamente ao caso anteriormente avaliado (CMM não-tratado).

A Figura 26 exibe imagens adicionais de superfícies de fratura de corpos de prova de CMM impactados à temperatura ambiente.

Figura 26. Fratografias adicionais dos espécimes Charpy impactados à temperatura ambiente: (a) CMM sem tratamento térmico; (b) CMM-T6.

Na Fig. 26a, relativa ao CMM não-envelhecido, observam-se diversas partículas clivadas de SiC (setadas) aflorando à superfície de fratura do espécime. Na Fig. 26b, referente ao CMM envelhecido, verifica-se um relativamente amplo desenvolvimento de mecanismos de fratura dúctil ao longo do campo de visão avaliado. Visto que a energia absorvida à temperatura ambiente pelos espécimes CMM não-tratados é superior ao do CMM-T6 (vide Fig. 19), a criação, desenvolvimento e coalescimento de microvazios são, nas condições avaliadas, um mecanismo potente de tenacificação do compósito termicamente tratado para T6.

O envelhecimento T6 aplicado ao CMM parece não favorecer, portanto, a tenacidade dinâmica do material a 25°C, e, em especial a 300°C (como a ser comentado na sequência do texto), quando da presença de poros e *clusters* de partículas SiC, visto a precipitação de segundas fases aumentar substancialmente a dureza da matriz e assim limita a plasticidade/ductilidade necessária à tenacificação do material através do desenvolvimento do processo de nucleação, crescimento e coalescimento de microporos (caracterizado pela geração de pequenos alvéolos – *dimples* – pela deformação plástica da matriz), o que seria um mecanismo bastante potente de tenacificação nesta classe de material, juntamente a ocorrência de decoesão e de arrancamento das partículas de reforço da matriz metálica (Boromei *et al.*, 2009).

As Figuras 27-30 correspondem aos materiais, procedimentos e métodos empregados na obtenção das Figuras 22-25, respectivamente, exceto que os ensaios de impacto Charpy nas amostras, também contendo entalhes eletro-erodidos, foram conduzidos à temperatura de +300°C.

Resumidamente, podem-se elencar as observações mais importantes com relação as 4 figuras apresentadas abaixo:

- (Fig. 27) A redução verificada na tenacidade Charpy da liga-pura AA356 não-tratada termicamente quando do aumento da temperatura de ensaio de +25 para +300°C, passando de 2,5 para 2,0 J, em média (vide Fig. 19), deveu-se basicamente à redução no limite de escoamento da liga, a qual não exhibe mecanismos de reforço por precipitação de segundas fases (cabe notar que os tempos de residência nas condições de ensaio acima da temperatura ambiente não são suficientes para induzir envelhecimento térmico nas microestruturas não-tratadas previamente, e nem super-envelhecimento nas estruturas previamente envelhecidas para precipitação), assim como de sua capacidade de encruamento. Tais efeitos se revelariam por certo num eventual ensaio de dureza realizado no extremo superior de temperatura, porém a comparação entre as correspondentes frutografias, fornecidas nas Figs. 22 e 27, respectivamente, não provêm informações visuais suficientemente distintas para a diferenciação entre as duas condições de ensaio;

- (Fig. 28) O incremento observado na tenacidade Charpy da liga-pura AA356 tratada termicamente quando do aumento da temperatura de ensaio de +25 para +300°C, passando de 3,5 para 4,5 J (vide Fig. 19), deveu-se essencialmente à maior ductilidade do material sob a temperatura mais elevada, com provavelmente apenas uma pequena penalização do limite de escoamento da liga e de sua capacidade de encruamento, já que o material desenvolveu previamente mecanismos de reforço por precipitação de segundas fases. A comparação entre as correspondentes fractografias, providas nas Figs. 23 e 28, respectivamente, mostra que, enquanto as primeiras (relativas aos ensaios conduzidos a +25°C) apresentam regiões com distribuição bi-modal quanto à natureza da fratura, ou seja, exibem aspectos mistos de ruptura frágil e dúctil, as últimas (ensaio a +300°C) são completamente isentas da parcela de fratura plana ou frágil, com prevalência total de aspectos de ruptura alveolar ou dúctil, denotando um maior aporte de energia despendido no processo global da fratura;
- (Fig. 29) A redução verificada na tenacidade Charpy do CMM não-tratado termicamente quando do aumento da temperatura de ensaio de +25 para +300°C, passando de 1,4 para 1,2 J, em média (vide Fig. 19), deveu-se, analogamente ao caso da liga pura AA356 não-tratada (Figs. 22 vs. Figs. 27), à redução no limite de escoamento da liga metálica matricial contínua do compósito metal-cerâmica, a qual também não exhibe mecanismos de reforço por precipitação de segundas fases, assim como à diminuição da capacidade de encruamento do metal devido ao aquecimento externo. As relativamente baixa estabilidade térmica do sistema compósito e escassa energia interfacial partícula-matriz do não-envelhecido podem ter contribuído, em alguma extensão, para a perda de tenacidade do material à mais alta temperatura. Entretanto, estes efeitos foram, no caso do CMM, menos acentuado que os observados para a liga pura AA356 (o que pode ser facilmente confirmado pelos níveis de redução absoluta, ou percentual das energias de fratura dinâmica destes dois materiais quando ensaiados nas temperaturas de +25 e +300°C, respectivamente), e isso provavelmente se deva a que os fatores controladores estejam vinculados à massa metálica, que se encontra em menor proporção no CMM. Em

suma, esta menor propensão à redução de tenacidade do CMM advém da presença do sistema particulado SiC, que substitui boa parte da liga matricial, e, portanto, dada sua altíssima estabilidade térmica e temperatura de fusão, amortiza potenciais efeitos da temperatura no material compósito como um todo. Entretanto, assim como no caso já avaliado da liga-pura AA356 não-tratada termicamente, a comparação entre as frutografias fornecidas nas Figs. 24 e 29, respectivamente, não disponibilizam informações visuais suficientemente distintas para a diferenciação entre as duas condições de ensaio do CMM não-tratado, as quais produziram níveis de absorção de energia muito próximos entre si;

- (Fig. 30) O incremento observado na tenacidade Charpy do CMM tratado termicamente quando do aumento da temperatura de ensaio de +25 para +300°C, passando de 0,9 para 1,3 J (vide Fig. 19), pode, analogamente ao caso da liga pura AA356 envelhecida termicamente (Figs. 23 vs. Figs. 28) ter advindo da maior ductilidade da matriz metálica sob uma temperatura mais elevada, com provavelmente discreta penalização do limite de escoamento da liga e de sua capacidade de encruamento, já que a liga AA356 desenvolvera previamente mecanismos de reforço por precipitação de segundas fases. Entretanto, cabe notar, em contraponto, que o ciclo de tratamento térmico de envelhecimento possa ter favorecido a geração de uma interface propícia para a precipitação de segundas fases, o que em última instância conduziria a uma maior dureza, resistência mecânica e ao desgaste, e, por outro lado, a uma menor ductilidade e, potencialmente, uma relativamente baixa tenacidade à fratura (Bogdanoff, 2009). O fiel da balança parece estar, especialmente no caso do CMM-T6, no potencial de tenacificação provido por eventos de descolamento e arrancamento (*decohesion & pull-out*) de partículas de SiC, além da ação positiva da fase de reforço em fenômenos tenacificantes outros, tais como ancoramento, zigagueamento e deflexão de trincas (*crack bridging, meandering & deflection*). Em vista da elevada quantidade de sítios de aglomeração de partículas de SiC expostos na superfície de fratura do CMM tratado termicamente (destacados por círculos tracejados amarelos) e ensaiado à temperatura de +300°C (Figs. 30a,c), se comparados, por exemplo aos

observados em idênticos espécimes, porém impactados a $+25^{\circ}\text{C}$ (vide Figs. 25a,c), pode-se inferir que o potencial intrínseco de tenacidade do CMM na condição tratada termicamente seja expressivamente maior que a verificada no presente trabalho, haja vista o pronunciado, e já fartamente comentado, efeito fragilizante destes *clusters* de SiC, particularmente no CMM-T6, nas duas temperaturas testadas.

Figura 27. Fratografias obtidas por MEV de superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, fabricados com liga-Al 356 não-tratada termicamente e ensaiados à $+300^{\circ}\text{C}$: (a,b) Mínima tenacidade; (c,d) Máxima tenacidade.

A Figura 31 exibe imagens adicionais, mais ampliadas, de superfícies de fratura de corpos de prova de CMM impactados a 300°C . Para o CMM não-envelhecido (Fig. 31a) pode-se inferir que a ausência de uma interação eficiente entre matriz e particulado, aliada à redução da capacidade de encruamento do metal não-envelhecido, em temperatura relativamente elevada, são responsáveis pela

Figura 29. Fratografias obtidas a partir de MEV de superfícies de ruptura de espécimes Charpy entalhados por eletro-erosão, manufaturados em CMM não-tratado termicamente e ensaiados à $+300^{\circ}\text{C}$: (a,b) Mínima tenacidade; (c,d) Máxima tenacidade.

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 31. Fratografias dos espécimes Charpy impactados a 300°C: (a) CMM sem tratamento térmico; (b) CMM-T6.

6.2.2 Flexão Monotônica Quase-Estática

A Figura 32 apresenta algumas das fotomicrofratografias obtidas por MEV e relativas à liga-Al pura nas condições de não-tratada e tratada para T6, obtidas de corpos de prova rompidos durante ensaios de flexão monotônica sob três pontos à temperatura ambiente em barras tipo-Charpy contendo entalhe finamente eletro-erodido. Conforme discutido no subitem 6.1.2, este ensaio se assemelha ao de Tenacidade à Fratura Quase-Estática da Mecânica da Fratura, haja vista a presença de um severo concentrador de tensão (entalhe filamental) fazendo as vezes de uma pré-trinca. Este procedimento é bastante comum em se tratando de materiais não monolíticos de natureza essencialmente frágil (cujo exemplo mais conhecido são os laminados compósitos fibrosos de matriz polimérica termorrígida - Fernández-Canteli

et al., 2002; Masters, 1997; Anderson, 1995; Underwood & Kortschot, 1994; Swain *et al.*, 1993, em vista da dificuldade, ou mesmo da impossibilidade de se executarem pré-trincas por fadiga com um mínimo padrão de reprodutibilidade e repetibilidade nestes tipos de materiais, sem que se criem zonas de danos de natureza estocásticas, o que inclui o CMM presentemente avaliado.

As imagens das Figs. 32a,b correspondem à liga AA356 pura não-envelhecida, cujo espécime apresentou a menor rigidez, ou seja, a maior flexibilidade dentre todas condições avaliadas da liga e do correspondente CMM, conforme mostra a Fig. 20a. Se comparada às fratógrafias da liga-Al 356 na condição de tratada termicamente para envelhecimento (Figs. 32c,d), que apresenta uma rigidez e resistência mecânica muito superiores à liga AA356 não-tratada termicamente (de fato a maior resistência máxima à flexão dentre todos 4 materiais-condições estudados), pode-se observar que esta última tende a exibir um aspecto de fratura mais granular, indicando a operacionalização, em certa extensão, dos mecanismos de nucleação, crescimento e coalescimento de microvazios, os quais derivam de uma associação adequada entre ductilidade e capacidade de encruamento, e que deve ter sido provida pelo envelhecimento térmico da liga. Tão importante quanto, a liga metálica envelhecida apresenta uma homogeneidade microestrutural frente ao mesmo material não-tratado termicamente. De fato, o ciclo de envelhecimento passa pela etapa de homogeneização, ou solubilização que tende a gerar um produto com propriedades idealmente constantes no volume do material. A etapa final de precipitação permite o incremento das propriedades mecânicas, dentre elas resistência mecânica (praticamente a tenacidade à fratura, no contexto ora avaliado) e rigidez (esta última diretamente vinculada ao módulo de elasticidade, ou de Young para corpos de prova com idênticas características geométricas e dimensionais) conforme pode ser confirmado pela análise da Fig. 20a.

Segundo Li *et al.* (2007), a falha da liga-AA356 pura é controlada pela rede de silício nas regiões interdendríticas. Esta evidência suporta um processo de falha no qual a fratura das partículas de silício é seguida pela geração de vazios em torno das mesmas, os quais crescem e coalescem levando à propagação de trinca e à fratura através da região interdendrítica. Tal descrição concorda com a análise de fratura anteriormente conduzida para a liga AA356 tratada termicamente e ensaiada no presente estudo. Entretanto, uma análise fratógráfica mais apurada, recorrendo-

(a)

Figura 33. Fratografias obtidas a partir de MEV de superfícies de ruptura de espécime tipo barra Charpy submetido à flexão monotônica quase-estática à temperatura ambiente para a liga-Al 356-T6.

As imagens das Figs. 34a,b correspondem a fratógrafias do MMC não-envelhecido, enquanto que as das Figs. 34c,d referem-se ao MMC-T6, sendo que esta última condição apresentou uma rigidez e resistência máxima à flexão substancialmente superior à não-tratada termicamente, numa proporção não muito diferente daquela observada entre a liga-Al nas duas condições avaliadas, conforme pode ser confirmado na Figura 20a. De fato, as Figuras 34c,d correspondem à condição de máxima rigidez em flexão obtida neste trabalho. Estas ampliações de imagem não fornecem condições para uma análise mais aprofundada com relação ao material nas duas diferentes condições.

A Figura 35 apresenta microfratografias complementares, mais ampliadas, das superfícies de fratura do CMM, respectivamente, sem e com tratamento térmico T6, de corpos de prova ensaiados sob flexão monotônica quase-estática. A comparação entre as figuras abaixo indica uma maior interação matriz–reforço no CMM envelhecido para T6, e esta coesão entre as fases seria a responsável pela maior rigidez e resistência ao carregamento fletivo do compósito tratado termicamente (Fig. 20). Conforme adiantado, o tratamento térmico aplicado endurece/reforça a matriz além de criar condições propícias para a integração físico-química entre metal e cerâmica. A maior homogeneidade estrutural do compósito envelhecido também pode ser inferida a partir do confronto das figuras abaixo, e isto foi experimentalmente corroborado pelo menor espalhamento dos resultados do CMM-T6 frente ao mesmo material não-tratado.

Um exemplo típico de uma baixa interação entre fases matriz e particulado é fornecido pela partícula cerâmica em destaque no interior da elipse tracejada na Fig. 35a. Ela aparentemente está solta, sem exercer sua função preconizada de suportar carregamento mecânico transferido pela matriz contínua metálica.

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 34. Fratografias obtidas a partir de MEV de superfícies de ruptura de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido, submetidos à flexão monotônica quase-estática à temperatura ambiente: (a,b) CMM sem tratamento térmico; (c,d) CMM tratado termicamente.

Figura 35 Fratografias de superfícies da fratura ocorrida em ensaios de flexão quase-estática: (a) CMM sem tratamento térmico; (b) CMM-T6.

Com referência à relativamente baixa tenacidade à fratura do CMM AA356+SiC_p, conforme discutido em profundidade no subitem 6.1.2, postula-se que ela é uma propriedade inerente desta classe de materiais, o que é supostamente causada pelas propriedades diferenciais mecânicas (elásticas e plásticas) e térmicas dos dois constituintes que formam o material. Uma vez desenvolvida uma boa interação (molhabilidade) entre matriz e partículas, a falha na presença de concentradores agudos de tensão (entalhes ou trincas) propositadamente inseridos nos espécimes é tipicamente iniciada por nucleação de microvazios em diferentes sítios. O processo é mais intenso na matriz circunvizinha às partículas, ou seja, próxima à interface metal-cerâmica. As microtrincas podem crescer a partir destes vazios dependendo da energia de deformação disponível localmente. O estágio de propagação ocorre pela interligação destas microtrincas e o caminho de crescimento fica preferencialmente restrito à matriz adjacente à interface. Propõe-se que relativamente altos valores de tenacidade possam ser alcançados por intermédio de

matriz metálica exibindo boa ductilidade e baixo limite de escoamento de modo a acomodar a deformação plástica desenvolvida durante o carregamento mecânico, durante o processamento ou em condições de serviço, e relaxar as concentrações de tensão introduzidas pela geometria angular das partículas cerâmicas de reforço, não sem, entretanto, penalizar a dureza e a resistência ao desgaste do material (Sakthivel *et al.*, 2008; Sakthivel & Velmurugan, 2008). Considera-se também que a fratura de partículas de reforço não contribui de modo significativo para a falha trativa do compósito (lembrando que, sob flexão, é a componente de tensão trativa que controla a falha de um material de natureza essencialmente frágil como o CMM) devido à profusa presença de interfaces alumínio-silício na matriz metálica, as quais tendem a governar o fenômeno da fratura (Li *et al.*, 2007), conforme já enunciado anteriormente.

De qualquer forma, assim como no caso da liga AA356, o tratamento térmico de envelhecimento incrementou as propriedades de resistência à flexão (subentenda-se tenacidade à fratura) e de rigidez (módulo de elasticidade), às expensas de certa ductilidade do produto final. Os mecanismos anteriormente propostos para o aumento da rigidez e perda de ductilidade da liga AA356 por precipitação de segundas fases pode ser empregado para explicar os mesmos efeitos observados no CMM, porém o ganho de resistência mecânica do compósito de matriz metálica contendo o particulado cerâmico extremamente duro pela aplicação da têmpera T6 provavelmente possa advir mais da possível relaxação de tensões ocorridas durante a etapa de solubilização ou homogeneização do material, ocasião em que a redução do limite de escoamento alivia tanto as tensões de natureza residual térmica, assim como as de origem mecânica associadas às concentrações locais de tensão na matriz metálica nas regiões de contato com os ângulos agudos das partículas cerâmicas.

6.2.3 Fadiga Fletiva

A Figura 36 apresenta fotomicrofratografias realizadas em MEV e relativas a corpos de prova rompidos durante ensaios de fadiga sob flexão em três pontos à temperatura ambiente em barras tipo-Charpy contendo entalhe linear eletro-erodido.

As Figs. 36a,b ilustram a característica típica de ductilidade das ligas de alumínio, especialmente neste caso em que não houve a aplicação do tratamento térmico de envelhecimento, em que se observa a profusa geração das estrias de fadiga que correspondem ao avanço da frente de propagação da trinca a cada ciclo de carga mecânica aplicada, numa proporção de 1:1 na região de validade da Lei de Paris. Considerando o tamanho médio das estrias da ordem de $2\ \mu\text{m}$ de largura, e o número total de ciclos aplicados até a fratura do espécime (5.331 ciclos), é provável que o estriamento cubra a maior parte da superfície de fratura em questão.

Figura 36. Fratografias obtidas a partir da análise por MEV de superfícies de ruptura de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido submetidos à fadiga fletiva à temperatura ambiente: (a,b) Liga-AA356 pura sem tratamento térmico; (c,d) Liga-AA356 pura tratada termicamente.

Já as Figuras. 36c,d, relativas à liga AA356 envelhecida para condição T6, não obstante o nível de carga aplicada (ou de ΔK , intervalo do fator de intensidade

de tensões elásticas não-lineares) seja menos crítico que aquele correspondente às Figs. 36a,b (já que todas as microfratografias ora apresentadas foram obtidas exatamente no centro geométrico das superfícies de fratura, ou seja, o comprimento de trinca avaliado é praticamente idêntico para todos os espécimes analisados), o que, em princípio, haveria de favorecer a operacionalização do mecanismo de crescimento subcrítico puramente dúctil de trinca (ou seja, por estriamento), observa-se apenas a discreta geração de estrias de fadiga (denotando uma ductilidade local suficiente para que estriamento perfeito ainda seja gerado) envoltas por regiões em que se estabelece um processo concorrente de fratura monotônica, também de natureza dúctil, porém não com base essencialmente em fluxo plástico (tal como ocorre na geração de estrias), mas sim por intermédio de nucleação, crescimento e coalescimento de microvazios. Isto claramente evidencia o efeito do tratamento térmico no aumento da resistência mecânica da liga-Al e de sua capacidade de encruamento, assim como na redução da ductilidade do material, os quais se fazem sentir nos mecanismos desenvolvidos durante a fratura do material sob carregamento cíclico.

De fato, uma observação mais minuciosa do gráfico plotado na Fig. 21 fornece pistas de que, a despeito do extremamente pequeno número de pontos de dados obtidos para a liga-Al em ambas as condições tratada e não-tratada termicamente, esta última condição microestrutural seria mais resistente à fadiga que a primeira, ou seja, suportaria vidas mais longas para idênticas condições aplicadas de carregamento cíclico.

Com relação ao CMM (Fig. 37), conforme previamente adiantado no subitem 6.1.3 deste texto, resultados experimentais de Ranjbaran (2010) realizados para uma ampla gama de taxas de propagação de trinca por fadiga em compósito similar ao presentemente estudado mostrou apenas poucas partículas de SiC aparecendo nas superfícies de fratura mesmo sob elevadas velocidades de crescimento de trinca, ou seja, aproximando a condição de fratura monotônica catastrófica. Isto foi interpretado como decorrência das trincas propagarem-se predominantemente na matriz metálica evitando as partículas SiC devido a sua elevada dureza, assim como em razão da forte interface metal-cerâmica obtida naquele estudo.

Conforme pode ser confirmado nas Figuras 37b,d (ampliações, respectivamente, das Figs. 37a,c), o CMM avaliado nesta Dissertação apresenta, em

ambas as condições de não-tratado e tratado para têmpera T6, grande similitude ao comportamento em fadiga acima descrito. A Figura 21 corrobora este fato por intermédio das curvas S-N, as quais apresentam-se relativamente próximas uma da outra, embora o CMM não-tratado supere a vida em fadiga do CMM-T6 para um dado nível de carregamento cíclico.

No presente trabalho a extrema escassez de dados experimentais para a liga AA356 pura em ambas as condições tratada e não-tratada termicamente impossibilita qualquer análise comparativa com os respectivos CMM em termos de desempenho em fadiga em condições de carregamento sob amplitude constante de tensão.

De acordo com a documentação fratógrafa fornecida nas Figs.37a,b (CMM não-tratado) e 37c,d (tratado termicamente), a primeira condição propicia o desenvolvimento de um padrão de estrias mais regulares, embora degeneradas, e ocupando uma porcentagem mais ampla da superfície de fratura do espécime, enquanto a segunda exhibe um padrão irregular intercalado com modos monotônicos de fratura de natureza aparentemente frágil, o que implica em taxas médias globais mais rápidas de crescimento de trinca neste último caso avaliado.

Esta interposição de mecanismos de fratura monotônica de natureza não-dútil provavelmente advenha da presença das partículas de SiC associada ao desenvolvimento de uma microestrutura mais resistente mecanicamente, como função do envelhecimento térmico experimentado na têmpera T6, conduzindo a eventuais deficiências locais da matriz metálica em termos de ductilidade e/ou, inversamente, de excessiva capacidade de encruamento, facilitando assim o disparo da trinca em determinadas posições favoráveis (mais frágeis ou mais encruadas), para um freamento posterior da mesma em uma região microstruturalmente mais dútil, que favorece o desenvolvimento do estriamento, alternando-se este ciclo de predominância entre os dois micromecanismos de fratura concorrentes de natureza, respectivamente, monotônica e subcrítica.

A Figura 38 ilustra alguns pontos importantes relativos à presente pesquisa. Um deles diz respeito à restrita aparição das partículas de SiC nas superfícies de fratura para o CMM em ambas as condições não-envelhecida e envelhecida termicamente, sendo as partículas cerâmicas indicadas por setas amarelas.

Outro se refere ao aspecto destas partículas, que por vezes demonstram ter sido fraturadas, ou durante o processo de fratura induzido nos ensaios mecânico, o

Figura 38. Fratografias obtidas a partir da análise por microscopia eletrônica de varredura de superfícies de fratura por fadiga de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido: (a) CMM não-tratado termicamente; (b) CMM envelhecido para condição T6.

Conforme já destacado, CMM não-tratado apresentou uma curva de vida em fadiga menos conservadora, ou mais liberal que o compósito concorrente envelhecido termicamente. Não obstante a diferença de comportamento em fadiga dos dois materiais seja relativamente pequena, o resultado mostra que outros efeitos que não os abordados no presente momento, tais como, fração volumétrica e geometria de poros e vazios, super-envelhecimento do CMM tratado termicamente, geração de fases intermetálicas e de carbeto extremamente frágeis (Al_4C) possam ter ocorrido de modo a afetar os resultados de maneira intensa e indesejada.

De volta aos resultados divulgados por Chen *et al.* (2007), a liga fundida AA356 pura que deu origem ao CMM exibiu predominantemente descolamento de partículas de Si como mecanismo de fratura sub-crítica (fadiga), corroborando resultados de outro estudo, porém conduzido sob regimes de carregamento monotônico (quase-estático e dinâmico, respectivamente) (Li *et al.*, 2007). Comparada ao CMM, a liga AA356 pura exibiu menores taxas de crescimento de trinca para um mesmo ΔK aplicado. Visto que deflexão e ramificação de trincas foram fenômenos mais pronunciados na liga-Al pura do que no respectivo CMM particulado, a maior resistência ao crescimento de trinca no primeiro caso foi imputada à mitigação da força motriz disponível para o avanço das numerosas descontinuidades na microestrutura da liga AA356. Tais mecanismos de tenacificação de materiais essencialmente frágeis são amplamente reconhecidos na

literatura científica (*crack deflection*, *crack meandering* e *crack branching*, respectivamente), sendo ilustrados na Figura 39 para os materiais ora avaliados.

Figura 39. Fratografias obtidas a partir da análise por microscopia eletrônica de varredura de superfícies de ruptura de espécimes tipo barra Charpy com entalhe eletro erodido ilustrando dois mecanismos típicos de tenacificação de microestrutura essencialmente frágil, bruta de fusão ou de solidificação da liga AA356: (a) Zigzagueamento (*meandering*) apontado por seta azul, e ramificação (*branching*) de trincamentos em carregamento monotônico fletivo (setas amarelas apontam para as trincas secundárias); (b) Deflexão (*deflection*) de trinca sob carregamento fletivo cíclico, tal como indicada por intermédio de setas verdes.

Segundo Rohatgi et al. (2007), defeitos de fundição do tipo porosidades em CMM confeccionados com liga AA359+20% SiC, e revelados em superfícies de fratura por fadiga, podem chegar até 700 μm de diâmetro, o que concorda bastante bem com o poro indicado por seta amarela na Figura 37a. Segundo os mesmos autores, nestas mesmas condições de carregamento mecânico, *clusters* de inclusões exibem tipicamente 100 μm de diâmetro, o que também está em linha com o observado nas microfratografias exibidas nas Figuras 38a (seta verde). Entretanto, se considerado que o diâmetro médio das partículas de SiC empregadas por Rohatgi et al. (2007) era de 10 μm , contra a faixa de tamanhos de 35-50 μm do presente trabalho, e que o CMM utilizado naquele estudo foi manufactured pelo reconhecido processo industrial Duralcan®, pode-se concluir pela boa qualidade do material confeccionado no presente projeto de pesquisa.

A conclusão básica dos autores foi a de que o tamanho e a quantidade de inclusões, e o tamanho e a forma das porosidades próximas à superfície do espécime são os parâmetros que mais influenciam na redução na vida em fadiga.

6.3 Micro-Análise Química por EDS do CMM Fraturado

6.3.1 Considerações Iniciais

Na microanálise por EDX do MMC foi possível basicamente qualificá-lo através da determinação dos elementos químicos principais (análise qualitativa e semi-quantitativa), através de sinais espectrográficos gerais e pontuais, associados a mapeamentos das regiões de interesse. No caso do mapeamento planar (areal), foi possível visualizar de forma bastante clara a natureza e a distribuição espacial dos elementos químicos, através de colorações distintas, bem como gradientes de concentração, por intermédio das respectivas tonalidades.

Destaque foi dado a amostras ensaiadas em ensaios de flexão monotônica quase-estática, que produziram resultados mais ilustrativos e dignos de nota no presente estudo.

6.3.2 Compósito Não-Tratado termicamente

A Figura 40 apresenta os resultados obtidos por EDS em que foi analisada uma área relativamente abrangente (cerca de 6,25 mm²) de uma amostra da matriz de liga pura de alumínio AA356 na condição de como-recebida, e após a sua fundição, via agitação em vórtice no estado semissólido para incorporação da fase de reforço cerâmico (SiC), com o subsequente resfriamento forçado em água da massa compósita.

Figura 401. Micro-análise química por EDS da liga-Al 356 nas condições de como-recebida (a), e após fundição com agitação em vórtice no estado pastoso para a incorporação da fase de reforço particulada (b).

A comparação dos resultados acima, entre si, e com aqueles listados na Tabela 2 (composição nominal da liga, provida pelo fornecedor da matéria-prima metálica), leva às seguintes conclusões:

1 – Considerando-se a liga de alumínio na condição de como-fornecida e analisada quimicamente por EDS, verifica-se que a porcentagem da quase

totalidade dos elementos químicos se manteve dentro da faixa esperada com base na tabela provida pelo fornecedor da matéria-prima, à clara exceção do Mg que exibiu uma presença da ordem do dobro do esperado;

2 – No caso do compósito Al+SiCp, nota-se uma porcentagem substancialmente maior de Si devido à presença da fase de reforço. Os elementos Fe, Ti, Mn, Ni e Cu apresentam-se em maior quantidade se comparado à liga AA356 não submetida à agitação em vórtice, indicando a possibilidade de eventual contaminação do compósito de liga leve pelo aço inox AISI 310 com o qual foram confeccionados o cadinho e os batedores do sistema de mistura. Esta contaminação pode, em boa extensão ter reduzido as propriedades do CMM, já que elementos não desejados foram incorporados em quantidades substanciais à massa compósita final;

3 – No CMM o Mg aparece em quantidades extraordinárias, podendo advir de eventual contaminação do SiC com este elemento, e/ou acentuada concentração nas regiões de contornos ou de interface entre a liga AA356 e o particulado cerâmico. Este ponto haverá de ser melhor estudado e compreendido para uma conclusão cabal do assunto.

A Figura 41 apresenta uma imagem fratográfica capturada por MEV e espectrogramas de EDS obtidos em distintas posições da mesma, respectivamente na matriz e na fase de reforço extrínseco (SiC), para o CMM não-tratado termicamente.

O ponto “A” se localiza sobre uma partícula de SiC, enquanto o ponto “B” situa-se na matriz de liga AA356 do CMM não-tratado termicamente.

Figura 412. Micro-análise química por EDS obtida a partir de duas regiões na superfície de fratura criada por flexão quase-estática do CMM não-tratado termicamente.

O espectrograma relativo ao ponto “A” confirma a presença de Si e C, configurando qualitativamente o composto estequiométrico SiC.

O espectrograma relativo ao ponto “B” indica a presença generalizada dos elementos formadores da massa metálica na área correspondente ao imageamento por MEV. Chama a atenção o elemento Fe, que aparece em quantidade significativa, e é provável que ele advenha do aço empregado na confecção do cadinho e dos

agitadores (AISI 310 inoxidável, com limite máximo de 0,25% C em massa: Villares Metals, 2013) empregados no processo de manufatura do CMM.

Cromo é também um elemento contaminante do CMM (vide círculos tracejados em magenta), cuja origem, assim como o Fe, muito provavelmente é o aço AISI 310. Tais elementos são potencialmente fragilizantes das ligas-Al, e devem ter contribuído em alguma extensão para a redução das propriedades mecânicas do CMM presentemente avaliado.

A Figura 42 corresponde ao mapeamento areal por EDS, em que os principais elementos químicos indicados no espectrograma geral da superfície de fratura do espécime foram rastreados individualmente.

Destaque para a grande quantidade do elemento Al, conforme já esperado, e de Si, que revela a massiva presença de SiC (da ordem de 20% em volume conforme já destacado no texto) bem como os formatos tipicamente variados dessas partículas de reforço (sendo algumas delas setadas em amarelo).

Além de disperso na matriz de liga-Al, o elemento Mg é detectado em uma das partículas/fases brancas presentes na superfície de fratura do CMM, a qual é envolvida por um círculo tracejado amarelo também na imagem de MEV obtida em modo de elétrons retro-espalhados (canto superior esquerdo da Figura 41).

Vale lembrar que a superfície observada possui relevo bastante acentuado, e este fato tem importante efeito nos sinais coletados durante o mapeamento de elementos. Neste sentido, os picos do relevo topográfico tendem a favorecer a contagem de sinais, enquanto os vales tendem a prejudicá-la.

Figura 42. Mapeamento EDS realizado no CMM não-tratado termicamente para determinação da distribuição e da concentração dos elementos químicos selecionados, situados nas proximidades da superfície de fratura mostrada na Figura 41. O quadrado tracejado em vermelho na imagem MEV por elétrons retro-espalhados corresponde exatamente à área correspondente à imagem registrada na Figura 41.

6.3.3 Compósito Tratado Termicamente

Assim como a Figura 41, a Figura 43 apresenta uma imagem fratógráfrica capturada por MEV e os respectivos espectrogramas de EDS obtidos em distintas posições da mesma, desta feita com o material compósito tratado termicamente para a têmpera T6.

Novamente, o ponto denominado “A” se situa sobre uma partícula de SiC, enquanto o ponto “B” localiza-se na matriz de liga AA356.

O espectrograma relativo ao ponto “A” corrobora a massiva presença de Si e C na partícula de reforço, tal como no caso anterior em que o CMM não era tratado termicamente.

O espectrograma relativo ao ponto “B” indica novamente a presença generalizada, e até mais intensa que na Figura 41, dos elementos formadores da liga AA356 na área correspondente ao imageamento por MEV.

Nas Figuras 41 e 43, duas partículas fortalecedoras de SiC afloram às respectivas superfícies de fratura do CMM, e são discretamente numeradas como 1 e 2 em cor azul, de modo a facilitar a tarefa do leitor. É nítida a melhor interação entre as mesmas e a matriz metálica no caso do CMM submetido ao tratamento térmico T6, conforme desejável e bem estabelecido na literatura, o que se reflete naturalmente no melhor desempenho mecânico deste material conforme amplamente confirmado no presente estudo.

O mapeamento areal por EDS do CMM-T6 é ilustrado na Figura 44, em que os principais elementos químicos detectados no espectrograma geral da superfície de fratura do espécime foram novamente rastreados individualmente.

O elemento Fe surge outra vez como potencial contaminante do CMM, assim como o Cr. Mg, sendo elemento de liga da matriz de alumínio, aparece razoavelmente disperso na massa metálica.

Os mesmos formatos e cores da simbologia utilizada na Figura 42, para o destacamento de um ou outro detalhe mais importante do mapeamento planar por EDS, é empregada na Figura 44.

Figura 433. Micro-análises químicas do elemento de reforço e da matriz metálica, respectivamente, obtidas a partir da inspeção da superfície de fratura do CMM tratado termicamente

Figura 44. Mapeamento EDS realizado no CMM-T6 para determinação da distribuição e da concentração dos elementos químicos selecionados, situados nas proximidades da superfície de fratura. O quadrado tracejado em vermelho na imagem MEV por elétrons retro-espalhados corresponde exatamente à área correspondente à imagem por elétrons secundários mostrada na Figura 43.

Ainda com relação à Figura 44, o mapeamento do elemento C acompanha, como esperado, a distribuição espacial do Si (SiC), conforme também ocorrera na Fig. 42 do CMM não-tratado para T6. Por fim, a comparação entre os mapeamentos dos elementos Mg e O na Fig. 44 indica a formação de óxido de magnésio, uma fase perniciosa ao desempenho mecânico do CMM, em alguns locais da amostra avaliada.

Em nenhum dos casos avaliados ficou demonstrada a presença de carbeto de alumínio (Al_4C_3), composto pernicioso tanto à saúde humana quanto à tenacidade do compósito em questão.

A Figura 45 mostra um aspecto interessante quanto ao potencial de localização das partículas de reforço de SiC no CMM empregando-se, respectivamente, imageamento em modo de elétrons secundários, de elétrons retro-espalhados (duas modalidades foram empregadas) e mapeamento por EDS.

Figura 45. Imageamento de superfície de fratura do CMM-T6 por MEV via elétrons secundários (a); Via elétrons retro-espalhados (b,c); Mapeamento de Si por EDS. O quadrado tracejado em amarelo corresponde exatamente à área analisada na Figura 43 e 44.

Embora algumas partículas sejam claramente visíveis na região central do campo de observação da superfície de fratura avaliada mesmo empregando-se MEV via elétrons secundários (Fig. 45a), uma checagem por intermédio de elétrons retro-espalhados (Figs. 45b,c) demonstra cabalmente que a periferia do quadro contém grande quantidade de particulado não visivelmente identificável no primeiro caso.

Entretanto, o mapeamento do elemento Si por micro-análise química por EDS (Fig. 45d) mostra ser a alternativa mais eficiente para a precisa indicação da presença da fase de reforço particulado (SiC) do CMM objeto deste estudo.

Conclui-se da Figura 45 que o emprego unicamente de inspeção por MEV na modalidade de elétrons secundários é uma metodologia duvidosa para a condução bem sucedida das tarefas de indicação inequívoca e de claro delineamento dos contornos de partículas de SiC aflorando em superfícies de fratura do CMM leve de liga de Al, tal como o sistema compósito ora investigado.

Tendo em vista que em boa parte das inspeções por MEV foi utilizada apenas e unicamente a modalidade de elétrons secundários no imageamento das superfícies de fratura, seria compreensível admitir, não tardiamente, que nem todas as nuances e detalhes importantes vinculadas à caracterização qualitativa (formato, distribuição espacial, etc) e quantitativa (teor ou concentração) da fase de reforço (SiC) tenham sido capturadas e devidamente reconhecidas e avaliadas. Trabalhos futuros nesta área poderão compensar esta deficiência.

6.4 Micro-Análise em Amostras Metalográficas

6.4.1 Considerações Iniciais

Neste tópico são apresentados os principais resultados das tentativas de caracterização de segundas-fases, sejam elas intrínsecas (no caso de liga AA356 envelhecida para precipitação segundo a têmpera T6) e/ou extrínsecas (no caso do CMM-T6), empregando-se técnicas metalográficas por intermédio de seccionamento, embutimento, lixamento, subsequente polimento e ataque químico de amostras para observação ao MEV e análise por EDS.

6.4.2 Liga AA356-T6

Verifica-se nas Figs. 46a,b a presença de dois tipos distintos de material precipitado na matriz metálica de alumínio, ambas de coloração branca, sendo um deles mais massivo e esparsamente distribuído no plano de observação e o outro mais finamente disperso na forma de rede bidimensional (de fato tri) envolvendo

uma estrutura globular que corresponde à fase pró-eutética α da liga hipoeutética estudada.

Figura 46 (Continua na próxima página).

Elm	Spect.	Element Atomic	
Type	%	%	
Al K	ED	83.84	84.72
Si K	ED	15.28	14.84
Cr K	ED	0.23	0.12
Mn K	ED	0.14*	0.07*
Fe K	ED	0.52	0.25
Total		100.00	100.00

(c)

Figura 46. Análise metalográfica empregando-se imageamento por MEV e sonda EDS para caracterização de segundas fases presentes na liga AA356-T6: (a) Imageamento MEV por elétrons retro-espalhados; (b,c) Respectivamente espectrograma de energia dispersiva de raios-X e carta de análise semi-quantitativa dos elementos detectados por EDS na região amostrada; (d) Mapeamento elemental bidimensional por EDS (a região analisada é delineada por quadrado amarelo tracejado na Fig.46a). Ataque: Reagente de Keller.

Os valores numéricos relativos ao espectrograma EDS obtido para a região anteriormente descrita é fornecido na Fig. 46c, em que Al, Si, Fe e Cr são detectados com certidão, porém não necessariamente com precisão, e em que se dá realmente por falta do importante elemento de liga Mg.

O mapeamento areal, ou planar por EDS mostrado na Fig. 46d indica que a segunda-fase massiva e esparsa, no formato de uma máscara na figura acima, é constituída essencialmente por contaminantes tais como Fe e Cr (advindos muito provavelmente do processo de refundição da liga pelo método de agitação em vórtice, o qual pode ter inclusive propiciado o empobrecimento da liga no elemento volátil Mg, conforme anteriormente registrado). Por outro lado, a segunda-fase

finamente dispersa, que envolve a fase massiva anteriormente caracterizada, bem como enreda os grãos de fase α , é rica no elemento Si, corroborando observações de Li et al. (2007).

6.4.3 CMM-T6 AA356+SiC

A Fig. 47a corresponde à microestrutura do CMM-T6 imageada por MEV no modo de elétrons retro-espalhados, em que se observam partículas de SiC de variados formatos e tamanhos distribuídas não homogeneamente na matriz metálica. Essa macro-segregação deriva do aprisionamento do particulado cerâmico nas regiões de composição eutética da liga metálica, que permaneceram no estado líquido durante o estágio de agitação/mistura mecânica da pasta ceramética semissólida, e que, portanto, são as últimas a se solidificarem durante a etapa de resfriamento forçado do produto final.

Figura 47. Análise materialográfica empregando-se imageamento por MEV e microsonda EDS para caracterização de segundas fases presentes no CMM-T6: (a) Imageamento MEV por elétrons retro-espalhados; (b) Mapeamento elemental bidimensional por EDS para alguns elementos identificados (a região analisada é delineada por quadrado amarelo tracejado na Fig.47a). Ataque: Reagente de Keller.

Entretanto, a ampliação da imagem na Fig. 47a comprova a excelente capacidade de dispersão de cada partícula individual de SiC, fruto do incremento da molhabilidade do sistema cerâmico pelo metal líquido obtido pelas boas práticas de manufatura por compofundição. É notória também nesta figura a presença de

segundas-fases tais como anteriormente observadas na liga AA356-T6, exceto que, no caso do CMM-T6, a fase branca mais massiva se apresenta mais distribuída na massa metálica formando nódulos tendendo à equiaxialidade. Isto teria implicações importantes no sentido dela ser menos intensificadora de tensões e, portanto, menos perniciosa ao desempenho mecânico do material, especialmente na presença de trincas (entalhes agudos, tal como no presente caso estudado).

Já a fase mais finamente dispersa, na forma de rede bidimensional envolvendo a fase pró-eutética α e também de coloração esbranquiçada, exibe um aspecto muito similar, senão idêntico, àquela anteriormente identificada na liga-Al pura tratada para T6, e, portanto, mantém seu efeito potencialmente fragilizante do CMM.

A Fig. 47b mostra o mapeamento areal de alguns dos principais elementos formadores do CMM. Destaca-se a presença do contaminante Fe, o qual é identificado por círculos tracejados em azul, os quais encontram perfeita correspondência à fase branca massiva e equiaxial, de potencial fragilizante, presente em vários pontos na imagem MEV obtida por elétrons retro-espalhados (canto superior esquerdo da figura), indicando claramente a presença daquele elemento na sua composição química.

Novamente, se dá pela ausência do importante elemento de liga Mg nas análises efetuadas por micro-sonda de energia dispersiva de raios-X.

A Figura 47b confirma para Si e C uma distribuição espacial perfeitamente compatível ao ordenamento das partículas de SiC imageadas por MEV na modalidade de elétrons retro-espalhados, sendo que, não por coincidência, ambas se complementam exatamente ao mapeamento do elemento Al.

Fica-se por confirmar se os elementos Cr e Mn também tomam parte da composição desta fase, o que pode ser postulado tomando-se como base os resultados obtidos anteriormente para a liga AA356-T6 (Figura 46).

Finalmente, a Figura 48 exibe os resultados de micro-análises pontuais (altamente localizadas) por EDS, respectivamente na massa metálica, numa partícula de SiC e na segunda fase de coloração branca já fartamente comentada, tais como presentes no CMM-T6.

Os resultados indicam uma relação percentual mássica entre os dois elementos formadores das partículas de SiC ($\text{Si:C} = 2:1$), assim como demonstram

cabalmente que, na massa metálica, o balanço é exercido, de fato, pelo Al, além de confirmarem de modo preciso e confiável a presença dos elementos Mn, Fe e Cr (os dois últimos tidos como, parcial ou totalmente advindos do aço 310 utilizado no ferramental de fundição do CMM). Esta última conclusão responde positivamente à postulação anteriormente realizada quanto à presença de Cr e Mn, além do Fe, na composição da fase dispersa esbranquiçada, confirmando cabalmente a mesma como uma fase de contaminação do CMM-T6 e, certamente, como uma potente unidade fragilizante do compósito particulado de matriz metálica leve presentemente investigado.

A presença do Fe e do Cr na liga-Al (pura ou formando o CMM), na forma segregada em segundas fases na matriz leve de alumínio, e a não detecção do elemento Ni (também ricamente presente no aço AISI 310), pode ter explicação na compatibilidade de arranjos cristalinos do Fe e Cr (CCC), que diferem do Ni (CFC).

Figura 48. Micro-análises pontuais e geral por EDS do CMM-T6.

7. CONCLUSÕES

Este trabalho empregou técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura e de Micro-Análise Química por Sonda EDS na caracterização das superfícies de fratura de um Compósito Particulado de Matriz Metálica (CMM) da classe AA356+SiC_p submetido a diversos tipos de carregamento mecânico na presença de concentradores geométricos agudos de tensão (entalhe eletro-erodido).

O CMM foi manufaturado por compofundição e avaliado nas condições de, respectivamente, não-tratado termicamente e envelhecido artificialmente para a têmpera T6. A liga AA356 pura foi também analisada sob estas duas condições, de modo a servir como linha de base para o correspondente CMM.

As principais conclusões desta pesquisa podem ser assim elencadas:

1. Em ensaios Charpy observou-se um aumento da tenacidade ao impacto com o incremento da temperatura de 25 para 300°C, tanto para a liga AA356 como para o respectivo CMM submetidos ao tratamento de envelhecimento térmico T6. Entretanto, o efeito de entalhe foi particularmente drástico para o CMM, de sorte que a sua tenacidade dinâmica foi apenas uma fração daquela exibida pela liga AA356 nas duas temperaturas avaliadas;
2. O envelhecimento térmico T6 incrementou em 20% os valores médios de rigidez e de resistência máxima em flexão do CMM, além da reduzir substancialmente os respectivos espalhamentos de dados. A adição de SiC à liga AA356 gerou, no caso da não-aplicação da têmpera T6, um CMM 50% mais rígido que a liga metálica. Um incremento médio próximo 25% na rigidez foi observado no caso da aplicação do envelhecimento térmico, o que foi contrabalanceado por uma redução média próxima de 20% na energia necessária para a fratura;
3. Para níveis mais severos de tensão cíclica fletiva houve uma diferença, em termos de vida em fadiga, da ordem de 25% a favor do CMM não envelhecido termicamente frente ao CMM-T6, enquanto que, para níveis menos severos de carregamento, esta diferença atingiu aproximadamente meros 10%;

4. Fratografia por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) em modo de elétrons secundários se mostrou uma poderosa ferramenta para a análise do relevo superficial de CMM particulados, que se relaciona diretamente ao aporte de energia (ou o nível de tensão desenvolvido) para a criação da superfície de fratura, independentemente do tipo de carregamento mecânico aplicado;
5. Descolamento, trincamento (nos modos de zigzagueamento, ramificação e deflexão) e arrancamento de partículas de SiC da matriz metálica AA356 foram prontamente identificados e documentados por esta modalidade MEV durante o presente estudo e correlacionados aos desempenhos mecânicos dos materiais investigados;
6. A aglomeração de partículas de SiC e a presença de poros e/ou vazios se revelaram, em diversas ocasiões, como variáveis controladoras ou determinantes das propriedades mecânicas do CMM;
7. Estriamento por fadiga foi claramente identificado e delineado por MEV no CMM, assim como padrões irregulares de fratura intercalando modos cíclicos e monotônicos de fratura neste material;
8. MEV em modo de elétrons retro-espalhados se mostrou extremamente útil na identificação de partículas de SiC aflorando em superfícies de fratura do CMM quando o emprego de elétrons secundários não foi capaz de revelá-las.
9. Micro-Análise Química por EDS permitiu o mapeamento dos elementos Fe e Cr (impurezas advindas do processo de fabricação do CMM), além de Mn, e possibilitou classificá-los como formadores de precipitados potencialmente fragilizantes do CMM. Esta técnica também assegurou a identificação de reticulados ricos em Si ao redor dos glóbulos de fase pró-eutética α , os quais (reticulados) são altamente favorecedores de fraturas intergranulares.

8. SUGESTOES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugestões para futuros trabalhos são apresentadas no sentido de complementar a Dissertação presentemente desenvolvida. Dentre elas podem-se destacar:

- Análise fratógráfrica e micro-análise química de superfícies de fratura geradas por impacto a baixíssimas temperaturas (ex. N₂ líquido, a -196°C), de modo a obterem-se respostas mais confiáveis e definitivas quanto aos efeitos controladores do processo de fratura do CMM;
- Análise fratógráfrica e microanálise química do CMM na forma laminada, nas condições de tratados e não-tratados termicamente para têmpera T6;
- Soldagem a laser de fibra do CMM e da liga-Al original laminados, nas condições de tratados e não-tratados termicamente para têmpera T6;
- Soldagem por fricção-mistura do CMM e da liga-Al original laminados, nas condições de tratados e não-tratados termicamente para têmpera T6.

REFERÊNCIAS

- Aigbodion V.S.; Hassan SB (2010) Effect of thermal ageing characteristics of Al-Si-Fe/SiC particulate composites synthesized by double stir casting, The Journal of Engineering Research, v.7, p.53-61.
- Akhlaghi F.; Lajevardi A.; Maghanaki H.M. (2004) Effects of casting temperature on the microstructure and wear resistance of compocast A356/SiC_p composites: a comparison between SS and SL routes, Journal of Materials Processing Technology, v.155&156, p.1874-1880.
- Alcan Ingot Product Bulletin (2007) Alcan Prime Alloys – AA354, C355 & A356 Foundry Ingot, 16 p.
- American Society for Testing and Materials (2010) Designation C1421-10, Standard test methods for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature.
- American Society for Testing and Materials (2005) Designation E-23-05, Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials.
- American Society for Testing and Materials (2007) Designation E466-07 Standard practice for conducting force controlled constant amplitude axial fatigue tests of metallic materials.
- Anderson T.L. (1995) Fracture Mechanics - Fundamentals and Applications, 2nd Ed., CRC Press, Boca Raton, FL, USA, 688 p.
- Askeland D.R.; Fulay P.P.; Wright WJ (2011) The science and engineering of materials. Thomson Engineering, 757 p.
- Asthana R. (1998) Reinforced cast metals - : part I: solidification microstructure. Journal of Materials Science, v.33, n.7, p.1679-1698.
- Bacon M. (1989) Metal matrix composites. Engineering materials solutions. Materials. Edge, v.1, n.12, p.33-35.
- Baghchesara M.A.; Abdizadeh H; Baharvandi HR (2009) Fractography of stir casted Al-ZrO₂ Composites, Iranian Journal of Science and Technology: Transaction B - Engineering, v.33, n.B5, p.453-462.

- Balasivanandha S.; Karunamoorthy P.L.; Kathiresan S.; Mohan B. (2006) Influence of stirring speed and stirring time on distribution of particles in cast metal matrix composite, *Journal of Materials Processing Technology*, v.171, 268-273.
- Barnes H.A. (1997) Tixotropy – a review, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v.70, p.1-33.
- Bogdanoff T. (2009) The influence of copper on an Al-Si-Mg alloy (A356) - microstructure and mechanical properties, Bachelor Thesis, Department of Mechanical Engineering, Jönköping University, Sweden, 69 p.
- Boromei I.; Ceschini L.; Morri A.; Garagnani G.L. Maleque A.; Karim R. (2009) Friction stir welding of aluminium based composites reinforced with a Al_2O_3 particles: effects on microstructure and Charpy impact energy, *Metallurgical Science & Technology*, v.24, p.12-21.
- Brockenbrough J.R.; Zok F.W. (1995) On the role of particle cracking in flow and fracture of metal matrix composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.43, n.1, p.11-20.
- Bruzzi M.S.; McHugh (2003) Application of closure based fatigue modelling methodology to Al-SiC s, *International Journal of Fatigue*, v.25, p.577-584.
- Carmezini A.S.; Fonseca E.C.; Fuoco R.; Pinto F.B.P. (2003) Aluminum-base alloy for cylinder heads. EP Patent 1,190,107 A1 <<http://www.google.com/patents/EP1190107A1?cl=en>> (Acesso em 29/03/2012).
- Chaudhury S.K.; Apelian D. (2006) Effects of rapid heating on aging characteristics of T6 tempered Al-Si-Mg alloys using a fluidized bed. *Journal of Materials Science*, v.41, n.14, p.4684-4690.
- Chawla K.K. (1998) *Composite materials: science and engineering*. Springer, 456 p.
- Chawla N.; Chawla K.K. (2006) *Metal Matrix Composites*, New York, Springer.
- Chawla N.; Williams J.J.; Saha R. (2002) Mechanical behavior and microstructure characterization of sinter-forged SiC particle reinforced aluminum matrix composites, *Journal of Light Metals*, v.2, p.215-227.

- Chen Z.; He P.; Chen L. (2007) The role of particles in fatigue crack propagation of aluminium matrix composites and casting aluminium alloys, *Journal of Materials Science & Technology*, v.23, p.213-216.
- Christman T.; Suresh S. (1988) Effects of SiC reinforcement and ageing treatment on fatigue crack growth in an Al-SiC composite, *Materials Science and Engineering*, v.102, p.211-220.
- Deniculi F.D. (1999) Determinação de propriedades termoelásticas de compósitos particulados de matriz de metal utilizando um modelo micromecânico. Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia da UFMG/DEMEC, Belo Horizonte- MG, 178 p.
- Ejiofor J.U.; Reddy R.G. (1997) Developments in the processing and properties of particulate Al-Si composites, *Journal of Materials*, v.49, p.31-37.
- Fernández-Canteli A.; Argüelles A.; Viña J.; Ramulu M.; Kobayashi A.S. (2002) Dynamic fracture toughness measurements in composites by instrumented Charpy testing: influence of aging, *Composite Science & Technology*, v.62, p.1315-1325.
- Finot M.; Shen Y-L; Needleman A.; Suresh S. (1994) Micromechanical modeling of reinforcement fracture in particle-reinforced metal-matrix composites. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.25, n.11, p.2403-2420.
- Hashim J.; Looney L.; Hashmi M.S.J. (2002) Particle distribution in cast metal matrix composites - Part I, *Journal of Materials Processing Technology*, v.123, p.251-257.
- Hashim J.; Looney L.; Hashmi M.S.J. (2001) The enhancement of wettability of SiC particles in cast aluminum composites, *Journal of Materials Processing Technology*, v.119, p.329-335.
- Hashim J. (2001) The production of cast metal matrix composite by a modified stir casting method, *Jurnal Teknologi*, v.35, p.9-20.
- Hashim J.; Looney L.; Hashmi M.S.J. (1999) Metal matrix composites: production by the stir casting method, *Journal of Materials Processing Technology*, v.92-93, p.1-7.

- Herling D.R.; Hunt W. Jr. (2001) Low-cost aluminum metal matrix composites, *Advanced Materials & Processes*, p.37-40.
- Hernandez-Paz J.F.; Paray P.; Gruzleski J.E.; Emadi E (2004) Natural aging and heat treatment of A 356 aluminum alloy. *Transactions of the American Foundry Society*, v.112, p.155-164.
- Hunt Jr. W.H. (1998) Perspective on the development of metal matrix composites. Meeting of the Detroit Section of The Metallurgical Society. Detroit-MI., 15 p.
- Hunt Jr. W.H.; Miracle DB (2001) *ASM Handbook - Composites*, v.21, Materials Park, OH, ASM International, p.1029-1032.
- Jorge Jr. A.M.; Filho W.J.B. (2005) *Introdução à Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise*. 145 p.
- Karnezis P.A.; Durrant G.; Cantor B. (1998) Characterization of reinforcement distribution in cast Al-alloy/SiC_p composites, *Materials Characterization*, v.40, p.97-109.
- Li Y.; Ramesh K.T.; Chin ESC (2007) Plastic deformation and failure in A359 aluminum and an A359-SiC_p CMM under quasi-static and high-strain-rate tension, *Journal of Composite Materials*, v.41, p.27-40.
- Li Q.F.; Loh N.L.; Hung N.P. (1995) Casting and HIPing of Al-based metal matrix composites (s), *Journal of Materials Processing Technology*, v.48, p.373-378.
- Ling S.; Gupta M.; Srivatsan TS (1999) The quasi-static response and fracture behavior of a thermomechanically processed aluminum alloy metal-matrix composite, *Materials Letters*, v.38, p.254-259.
- Maluf O. (2011) *Obtenção e caracterização de compósitos de matriz metálica de alumínio com partículas dispersas de carbeto de silício para aplicação automotiva. Relatório Final de Projeto de Pós-Doutoramento FAPESP 2007/00762-7, Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo (SMM-EESC-USP), 185p.*
- Masters J.E. (1997) Translaminar fracture toughness of a composite wing skin made of stitched warp-knit fabric, *NASA Contractor Report 201728*, 30 p.

- Merle P. (2000) Thermal treatments of age-hardenable metal matrix composites (V.2), - Assess Thematic Network, Institute of Materials Science and Testing, Vienna University of Technology, Austria, 24 p.
- Millieri C.; Suery M. (1988) Fabrication and properties of metal matrix composites based on SiC fibre reinforced aluminium alloys. Materials science and Technology, v.4, n.1, p.41-51.
- Miracle D.B. (2005) Metal matrix composites - from science to technological significance, Composite Science and Technology, v.65, p.2526-2540.
- Möller H.; Govender G; Rossouw P; Stumpf W (2011) The influence of prior natural aging on the subsequent artificial aging response of aluminium alloy A356 with respective globular and dendritic microstructure, Advances in Materials Science & Engineering, v.2011, p.1-6.
- Mourisco A.J. (1995) Preparação e caracterização de compósito de matriz de alumínio 1100 com partículas de SiC por metalurgia do pó, Dissertação de Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear. IPEN, USP-SP, 198 p.
- Myriounis D.P., Matikas E, Hasan ST (2012) Fatigue behaviour of SiC particulate-reinforced A359 aluminium matrix composites, Strain, v.48, n.4, p.333-341.
- Myriounis D.; Hasan S. (2012) Fatigue behaviour of Al/Al₂O₃ metal matrix composites. In: ECF19 - 19th European Conference on Fracture, Kazan Scientific Centre of the Russian Academy of Sciences, 26-31 August, Kazan, Russia.
- Myriounis D.; Hasan S.; Barkoula N.M.; Paipetis A.; Matikas T.E. (2009) Effects of heat treatment on microstructure and the fracture toughness of SiC_p/Al alloy metal matrix composites. Journal of Advanced Materials, v.4, n.3, p.18-27.
- Naher S.; Brabazon D.; Looney L. (2004) Development and assessment of a new quick quench stir caster design for the production of metal matrix composites, Journal of Materials Processing Technology, v.166, p.430-439.
- Neto F.L.; Pardini LC (2006). Compósitos estruturais. Edgard Blucher, São Paulo-SP, 243 p.

- Pakdel A.; Farhangi H.; Emamy M. (2007) Effect of extrusion process on ductility and fracture behavior of SiC_p/aluminum alloy composites, Proceedings of 8th International Fracture Conference, Istambul, Turkey.
- Purslow D. (1986) Matrix fractography of fibre-reinforced epoxy composites. Composites, v.17, n.4, p.289-303.
- Rack H.J. (1998) Fabrication of high performance powder-metallurgy aluminum matrix composites. Material and Manufacturing Process, v.3, n.3, p.327-358.
- Ralph J.; Yuen H.C.; Lee H.B. (1997) The processing of metal matrix composites - an overview, Journal of Materials Processing Technology, v.63, p.339-353.
- Ranjbaran M.M. (2010) Experimental investigation of fracture toughness in Al 356-SiC_p aluminium matrix composite, American Journal of Scientific and Industrial Research, v.1, p.549-557.
- Rohatgi P.K., Alaraj S.; Thakkar R.B.; Daoud A. (2007) Variation in fatigue properties of cast A359-SiC composites under total strain controlled conditions: effects of porosity and inclusions, Composites: Part A, v.38, p.1829-1841.
- Sakthivel A.; Palaninathan R.; Velmurugan R.; Rao P.R. (2008) Production and mechanical properties of SiC_p particle-reinforced 2618 aluminum alloy composites. Journal of Materials Science, v.43, n.22, p.7047-7056.
- Sakthivel A.; Velmurugan R. (2008) Processing and effect of particulate on tensile, fatigue and impact behaviour of a 2618/SiC_p composite, Proceedings of International Conference on Aerospace Science and Technology - INCAST, p.19.
- Singla M.; Dwivedi D.D.; Singh L.; Chawla V. (2009) Development of aluminium based silicon particulate metal matrix composite, Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering, v.8, p.455-467.
- Smith W.F.; Rosa M.E. (1998). Princípios de ciência e engenharia de materiais. McGraw-Hill. Tradução: ME Rosa, MA Fortes, LG Rosa, MF Vaz, Lisboa, Portugal.
- Sohn M.S.; Hu X.Z. (1995) Comparative study of dynamic and static delamination behaviour of carbon fibre/epoxy composite laminates. Composites, v.26, n.12, p.849-858.

- Surappa M.K. (2003) Aluminium matrix composites: challenges and opportunities, *Sadhana*, v.28, p.319-334.
- Swain R.E.; Bakis CE; Reifsnider KL (1993) Effect of interleaves on the damage mechanisms and residual strength of notched composite laminates subjected to axial fatigue loading, *Composite materials: fatigue and fracture*, ASTM STP1156, p.552-574.
- Taya M.; Mori T. (1987) Modeling of thermal cycling damage in metal matrix composites, 6th International Conference on Composite Materials, Seattle-WA, 13 p.
- Underwood J.H.; Kortschot MT (1994) Notch-tip damage and translaminar fracture toughness measurements from carbon-epoxy laminates, AD-A280 101 Technical Report ARCCB-TR-94010 (1994) US Army Armament Research, Development and Engineering Center, Watervliet, N.Y., 19 p.
- Venci A.; Rac A.; Bobic I. (2004) Tribological behaviour of Al-based MMCs and their application in automotive industry, *Tribology in Industry*, v.26, p.31-38.
- VillaresMetals [tp://www.villaresmetals.com.br/portuguese/files/FT_22_V310.pdf](http://www.villaresmetals.com.br/portuguese/files/FT_22_V310.pdf)> (acesso em 08/01/2013)
- Zhou W.; Xu Z.M. (1997) Casting of SiC reinforced metal matrix composites, *Journal of Materials Processing Technology*, v.63, p.358-363.