

FACULDADE DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE DO PORTO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

Mestrado Integrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais



*Aspectos microestruturais no processo
de fractura de uma liga de alumínio
A355*

Autor: Filipe Rodrigues
Orientador: Professor Doutor Henrique Santos

Dissertação da Tese de Mestrado
- JULHO 2010

CANDIDATO: Filipe Miguel Machado Rodrigues

Código: 050508020

TÍTULO: Aspectos microestruturais no processo de fractura de uma liga de alumínio A355

DATA: 06 de Outubro de 2010

LOCAL: Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto - Sala F103- 15:00h

JÚRI:

Presidente: Professor Doutor Manuel Fernando Gonçalves Vieira (DEMM/FEUP)

Arguente: Professora Doutora Ana Maria Pires Pinto (DEM/EEUM)

Orientador: Professor Doutor Henrique Manuel Cunha Martins dos Santos (DEMM/FEUP)

Índice	pág.
Agradecimentos	vi
Resumo	viii
Abstract.....	ix
1. Enquadramento teórico.....	1
1.1 Alumínio e ligas de alumínio	1
1.1.1 Breve História	1
1.1.2 Classificação das ligas de alumínio	2
1.1.2.1 Sistema de classificação das ligas de alumínio para fundição.....	3
1.1.3 Séries das ligas de alumínio para fundição.....	4
1.1.3.1 Ligas alumínio-cobre (série 2xx.x)	4
1.1.3.2 Ligas alumínio-silício com adição de magnésio e/ou cobre (série 3xx.x) .	5
1.1.3.3 Ligas alumínio-silício (série 4xx.x)	5
1.1.3.4 Ligas de alumínio-magnésio (série 5xx.x).....	6
1.1.3.5 Ligas de alumínio-zinco (série 7xx.x).....	6
1.1.3.6 Ligas de alumínio-estanho (série 8xx.x).....	6
1.2 Ligas Al-Si	6
1.2.1 Microestruturas das ligas Al-Si.....	7
1.2.2 Elementos de liga	10
1.2.2.1 Elementos principais da liga A355.....	11
1.2.2.1.1 Silício.....	11
1.2.2.1.2 Magnésio.....	11
1.2.2.1.3 Cobre.....	12
1.2.2.2 Fases intermetálicas.....	12
1.2.2.2.1 Intermetálicos de ferro	13
1.2.3 Aplicações	14
1.3 Deformação e fractura das ligas Al-Si	14
1.3.1 Fenómenos que poderão originar fractura	14
1.3.2 Propagação da fractura.....	16
2. Método experimental	17
2.1 Planificação dos ensaios	17
2.1.1 Identificação dos provetes.....	18
2.1.2 Solicitação em tracção	19
2.1.3 Solicitação em fadiga	20
2.1.4 Solicitação por impacto	21

2.1.5	Solicitação em laminagem	21
2.2	Preparação das amostras para observação	21
2.2.1	Revelação da fronteira de grão	22
2.2.2	Revelação da matriz	22
2.3	Métodos de análise	22
2.3.1	Análise da zona longitudinal dos provetes	22
2.3.2	Análise da superfície de fractura	24
3.	Análise e discussão de resultados.....	24
3.1	Identificação de constituintes	24
3.2	Resultados de testes preliminares	27
3.2.1	Provetes F (origem FEUP)	27
3.2.1.1	Provetes de tracção	27
3.2.1.2	Provetes de fadiga	27
3.2.2	Provetes Z (origem Zollern & Comandita).....	28
3.3	Aspectos microestruturais no processo de fractura	29
3.3.1	Evolução microestrutural no processo de fractura	29
3.3.2	Evolução de fissuração das partículas de segunda fase	31
3.3.3	Evolução microestrutural da propagação da fractura até à rotura	34
3.3.4	Evolução da dureza das amostras.....	40
3.3.5	Análise quantitativa das partículas de segunda fase	40
3.3.5.1	Factor de aspecto das partículas de segunda fase	41
3.3.5.2	Circularidade das partículas de segunda fase	42
3.3.5.3	Área ocupada pelas partículas de segunda fase	43
3.3.6	Comportamento da matriz durante a deformação.....	44
4.	Conclusões	47
	Bibliografia.....	48

Agradecimentos

Quero começar por agradecer às duas pessoas que mais contribuíram para que a presente dissertação fosse possível.

Ao meu orientador Professor Doutor Henrique Santos pela oportunidade concedida, por estar sempre presente em todas as etapas da dissertação, pela disponibilidade prestada para esclarecimentos, partilha de conhecimentos, apoio, sugestões e disponibilização de todos os meios necessários para ser possível a realização da presente tese.

Ao Eng. Bruno Fragoso da empresa Zollern & Comandita, pelo vasto conhecimento partilhado, pelos debates que tivemos, por ter sido incansável no seu apoio, pela cedência das instalações e dos meios existentes no laboratório da empresa Zollern & Comandita assim como de material cedido para a realização da dissertação.

À empresa Zollern & Comandita na pessoa do Eng. Pedro Ala pela cedência das instalações e do material utilizado na presente tese.

Aos meus pais, irmão e namorada, que sempre me apoiaram e acreditaram em mim que me ajudaram a ultrapassar todas as adversidades.

A todos os meus amigos e colegas, em especial ao Bruno Vieira, pela partilha e discussões de ideias que permitiram para enriquecer o desenvolvimento do trabalho.

À minha entidade patronal, El Corte Inglés Grandes Armazéns - Gaia, em especial aos meus chefes directos que me permitiram uma flexibilidade de horários e a todos os meus colegas pelo apoio prestado.

Ao Sr. Ramiro, D. Amélia e D. Fátima, funcionários do departamento de Metalúrgica e Materiais da Faculdade de Engenharia, incansáveis no seu apoio durante todo este tempo.

E por fim a todas as pessoas que contribuíram em alguma fase do trabalho para que esta dissertação fosse possível.

Resumo

O presente trabalho teve como objectivo a análise de aspectos microestruturais do processo de fractura de uma liga de fundição de alumínio (A355-T6) sujeita a diferentes tipos de solicitação mecânica, a saber: tracção, laminagem, fadiga e choque, com vista à compreensão dos fenómenos que conduzem à fractura numa perspectiva de contribuição para a melhoria da resistência mecânica.

Analisaram-se amostras provenientes de dois processos produtivos distintos, aplicando-se várias técnicas para que fosse possível uma análise.

A fissuração das partículas secundárias ocorre desde as primeiras etapas de deformação e normal à direcção da tensão aplicada. As fissuras ocorrem preferencialmente por partículas irregulares (menos circulares) e preferencialmente por compostos intermetálicos. Neste trabalho as partículas de silício apresentam uma maior resistência a fissurar.

Com o aumento da deformação a propagação das fissuras e fractura ocorre preferencialmente pela zona intergranular no entanto, aplicando tensões elevadas a propagação e fractura ocorre pela matriz (fractura transgranular).

Palavras-chave: evolução de deformação; fractura; análise quantitativa, alumínio, A355.

Abstract

The objective of present work was analyze the microstructure of a cast aluminum alloy (A335-T6), specifically fracture process with different types of mechanical stress (tensile strength, cold rolling and fatigue) to understanding the phenomena that lead to fracture, prospect of contributing to the improvement of mechanical strength.

For characterization of the samples observation was applied analytical techniques.

The cracking of the secondary particles occurs from the earliest stages of deformation and normal to direction of the applied strength. Long step of deformation promotes more particles with cracks in irregular particles.

The propagation of the crack occurs intergranular in slow loads and transgranular for more violent loads.

Keywords: deformation evolution; fracture; quantitative analyze; A355.

1. Enquadramento teórico

1.1 Alumínio e ligas de alumínio

1.1.1 Breve História

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante da crosta terrestre, representando aproximadamente 8% e encontra-se combinado com outros elementos (figura 1). Actualmente produz-se treze vezes mais alumínio que há 60 anos demonstrando a importância deste metal nos nossos dias. O alumínio pode ser obtido por via primária ou secundária (reciclagem), através da recuperação de sucata de alumínio [1].

A produção primária do alumínio ocorre em três etapas: a extracção da bauxite das minas; a produção de alumina (óxido de alumínio) a partir da transformação da bauxite utilizando o processo químico de Bayer e por fim a produção do alumínio através do método de Hall-Héroult. O processo químico de Bayer consiste em dissolver a alumina em soda cáustica, sendo as partículas insolúveis posteriormente filtradas. O hidróxido de alumínio é posteriormente precipitado, lavado e seco e a solução de soda cáustica reciclada. Após calcinação obtém-se alumina em pó. A alumina é dissolvida num banho de criolite e fluoreto de alumínio e após electrólise (método de Hall-Héroult) o alumínio é produzido no cátodo e extraído por diferenças de densidade [2]. Para se obter uma tonelada de alumínio são necessárias quatro toneladas de bauxite.

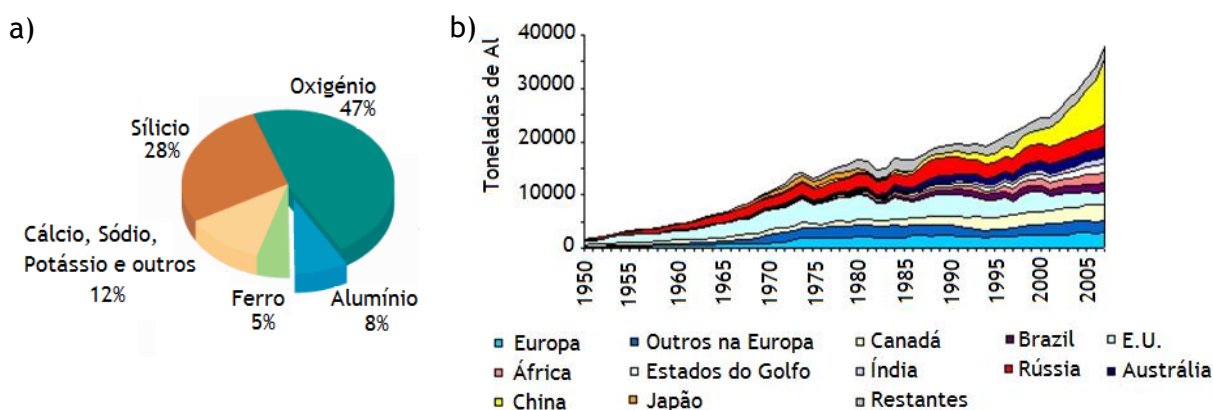


Fig. 1 - a) Alumínio representa 8% da crosta terrestre, figura adaptada de [1]. b) Evolução histórica da produção primária do alumínio e seus principais produtores, figura adaptada de [1].

O alumínio proveniente de reciclagem representa um terço do comercializado actualmente [1]. A reciclagem é um factor preponderante para se garantir o desenvolvimento sustentável, diminuindo sucatas a céu aberto ou aterro e preservando os recursos naturais.

A reciclagem do alumínio permite uma poupança energética considerável, a produção por esta via permite uma poupança de 95% de energia quando comparado com a produção primária. Na Europa, do alumínio que se encontra em circulação, o alumínio reciclado encontra-se aproximadamente em 63% dos recipientes e em 90% dos materiais de construção e indústria de transportes [1].

1.1.2 Classificação das ligas de alumínio

O alumínio puro apresenta propriedades mecânicas baixas. Para as melhorar adiciona-se outros elementos, os mais utilizados são o zinco, magnésio, cobre, manganês e silício, como se pode observar na figura 2.

As ligas de alumínio são classificadas em ligas de fundição e ligas para conformação plástica, podendo ser subdivididas em tratáveis e não tratáveis termicamente [2]. Exemplos de ligas tratáveis termicamente são as ligas de Al-Cu e Al-Si-Mg cujas microestruturas apresentam tipicamente precipitados de Al_2Cu e Mg_2Si respectivamente [2].

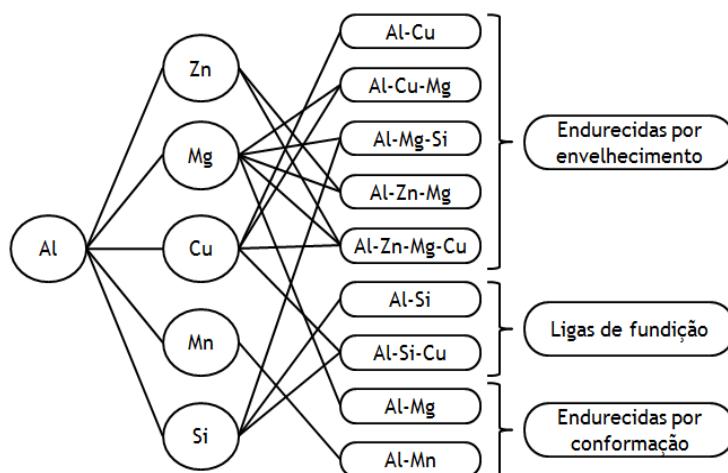


Fig. 2 - Principais elementos e ligas de alumínio, figura adaptada de [2].

As vantagens destes elementos nas ligas de alumínio para deformação plástica são demonstradas na tabela I.

Tabela I - Classificação das ligas de alumínio para conformação plástica [2].

Liga	Classificação	Características
Alumínio > 99%	1xxx	Excelente resistência à corrosão e condutividade térmica
Cobre	2xxx	Boa resistência mecânica
Manganês	3xxx	Liga com aplicabilidade geral; boa deformação
Silício	4xxx	Até 12% Si baixa o ponto de fusão; usado como fio de solda ou material de adição em brasagem
Magnésio	5xxx	Excelente resistência à corrosão em ambientes marítimos; excelente soldabilidade
Magnésio - Silício	6xxx	Boa conformabilidade; boa resistência à corrosão
Zinco	7xxx	Ligas com a maior resistência; utilização maioritariamente na indústria aeronáutica
Outros (Li...)	8xxx	

1.1.2.1 Sistema de classificação das ligas de alumínio para fundição

O sistema de classificação das ligas de alumínio para fundição é constituído por três dígitos separados com um ponto final de um quarto (tabela II).

O primeiro dígito classifica o elemento de liga principal, o segundo e terceiro dígito especificam a designação da liga, única para cada liga, o último dígito classifica a forma que se encontra o produto final, utilizando-se os números 0 (fundido), 1 (lingote) ou 2 (lingote com composição química ligeiramente diferente do normalizado). Caso a liga produzida tenha alguma variação de composição, mas que não altere significativamente os limites definidos, aparece na designação da liga a letra A, B ou C.

Tabela II - Classificação das ligas de alumínio para fundição [3].

Principal elemento de liga	Classificação
Alumínio > 99%	1xx.x
Cobre	2xx.x
Silício com adição de cobre ou magnésio	3xx.x
Silício	4xx.x
Magnésio	5xx.x
Zinco	7xx.x
Estanho	8xx.x
Outros elementos	9xx.x
Série livre	6xx.x

Foram estabelecidas designações para caracterizar o tipo de tratamento das ligas de alumínio estando algumas delas representadas na tabela III.

Tabela III - Tipo de tratamentos mais comuns em ligas Al [4].

Classificação	Designação
F	Bruto fundido
O	Recozido
T4	Solubilizado e envelhecimento natural
T5	Envelhecimento artificial
T6	Solubilizado, temperado e envelhecimento artificial
T7	Solubilizado, temperado e sobre-envelhecimento artificial

1.1.3 Séries das ligas de alumínio para fundição

1.1.3.1 Ligas alumínio-cobre (série 2xx.x)

As ligas da série 2xx.x são utilizadas quando se pretende resistência mecânica e tenacidade. As ligas comercialmente mais utilizadas são as que apresentam aproximadamente 5% de cobre permitindo algumas variações no teor de magnésio. A utilização de prata permite diminuir o risco de corrosão. São normalmente processadas em moldações de areia, podendo ser utilizadas moldações permanentes para formas complexas. Para aumento de fluidez poderá adicionar-se silício [4].

1.1.3.2 Ligas alumínio-silício com adição de magnésio e/ou cobre (série 3xx.x)

As ligas de alumínio desta série são das mais importantes pois combinam as vantagens do silício (boa fluidez) com as vantagens das ligas tratáveis termicamente. É possível observar na figura 3 alguns tratamentos térmicos utilizados na liga A356, verificando-se que é possível atingir diferentes propriedades. Para o caso desta liga o tratamento T6 permite o melhor compromisso entre resistência e deformação.

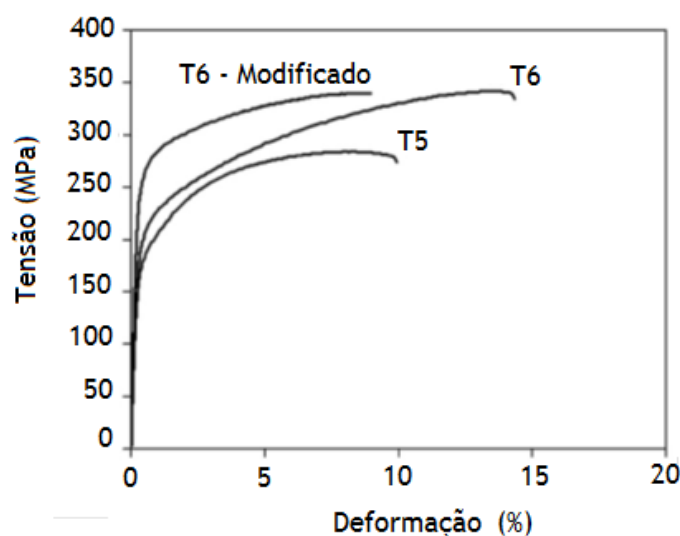


Fig. 3 - Ensaio de tensão - deformação numa liga A356.0 com diferentes tratamentos e modificação, adaptado de [5].

A adição de cobre aumenta a resistência mecânica destas ligas e melhora a sua maquinabilidade [4].

A presença do silício nas ligas da série 3xx.x permite o processamento de peças complexas. As ligas com concentrações em silício superiores a 10% apresentam uma baixa expansão térmica, ideal para peças que irão ser utilizadas a elevadas temperaturas. O silício hipereutético (teor em silício maior que 12,6% - existência de silício primário) permite a sua utilização em peças que seja exigida uma elevada resistência ao desgaste [4].

1.1.3.3 Ligas alumínio-silício (série 4xx.x)

As ligas binárias Al-Si são utilizadas não só quando se pretende uma boa fluidez do banho mas também quando se pretende que a peça apresente uma boa resistência à corrosão.

Algumas destas ligas, devido à fragilidade do silício, poderão fracturar durante o processo de maquinagem. As suas melhores propriedades são obtidas após a modificação do eutético Al-Si [4].

1.1.3.4 Ligas de alumínio-magnésio (série 5xx.x)

Definem-se por terem uma boa resistência à corrosão mesmo quando expostas a atmosferas húmidas. Estas ligas são facilmente soldadas, maquinadas ou anodizadas permitindo o seu uso em peças de carácter decorativo por exemplo. No entanto é necessário um bom controlo de adição do magnésio pois existe uma tendência elevada da formação de óxidos no banho metálico comprometendo as características finais [4].

1.1.3.5 Ligas de alumínio-zinco (série 7xx.x)

A resistência máxima desta série é atingida por envelhecimento natural após 20 a 30 dias à temperatura ambiente. A temperatura de fusão destas ligas é elevada sendo possível a brasagem das peças se tal for necessário. São facilmente maquinadas e apresentam ainda boa resistência à corrosão [4].

1.1.3.6 Ligas de alumínio-estanho (série 8xx.x)

As ligas mais utilizadas desta série contêm na sua composição 5 a 7% de estanho e são largamente utilizadas em peças sujeitas à compressão e desgaste por fadiga permitindo uma baixa fricção entre os materiais. Caso seja necessário é possível adicionar cobre, níquel ou magnésio de forma a aumentar a dureza e resistência das peças [4].

1.2 Ligas Al-Si

Das séries apresentadas, as ligas do sistema Al-Si são provavelmente as ligas para fundição mais utilizadas e importantes por apresentarem boa resistência à corrosão, boa soldabilidade, baixo coeficiente de expansão térmica e boa fluidez que permite um bom preenchimento de zonas finas da moldação [6].

A liga binária Al-Si possui um ponto eutético para 12,6% de Si a uma temperatura de 577°C (figura 4). Pode-se também verificar no diagrama de equilíbrio Al-Si o valor da solubilidade do silício no alumínio é de aproximadamente 1,65% [4].

É possível dividir o diagrama em ligas hipoeutéticas (teor de Si até 12,5%), eutéticas (Si 12,6%) e hipereutéticas (Si entre 12,7% e 22%). As ligas com maior aplicação comercial são as ligas com teores em silício entre 5 e 12% [4].

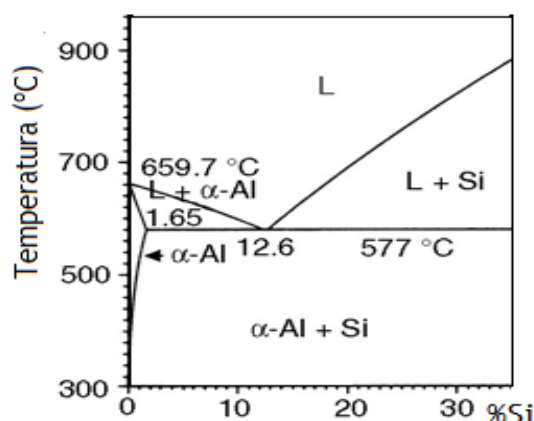


Fig. 4 - Diagrama binário Al-Si, adaptado de [7].

1.2.1 Microestruturas das ligas Al-Si

Ao longo do diagrama binário Al-Si é possível observar diferentes microestruturas, características do teor de silício, das diferentes morfologias que o silício poderá apresentar e dos diferentes elementos que poderão coexistir na composição química, resultando em diferentes propriedades mecânicas.

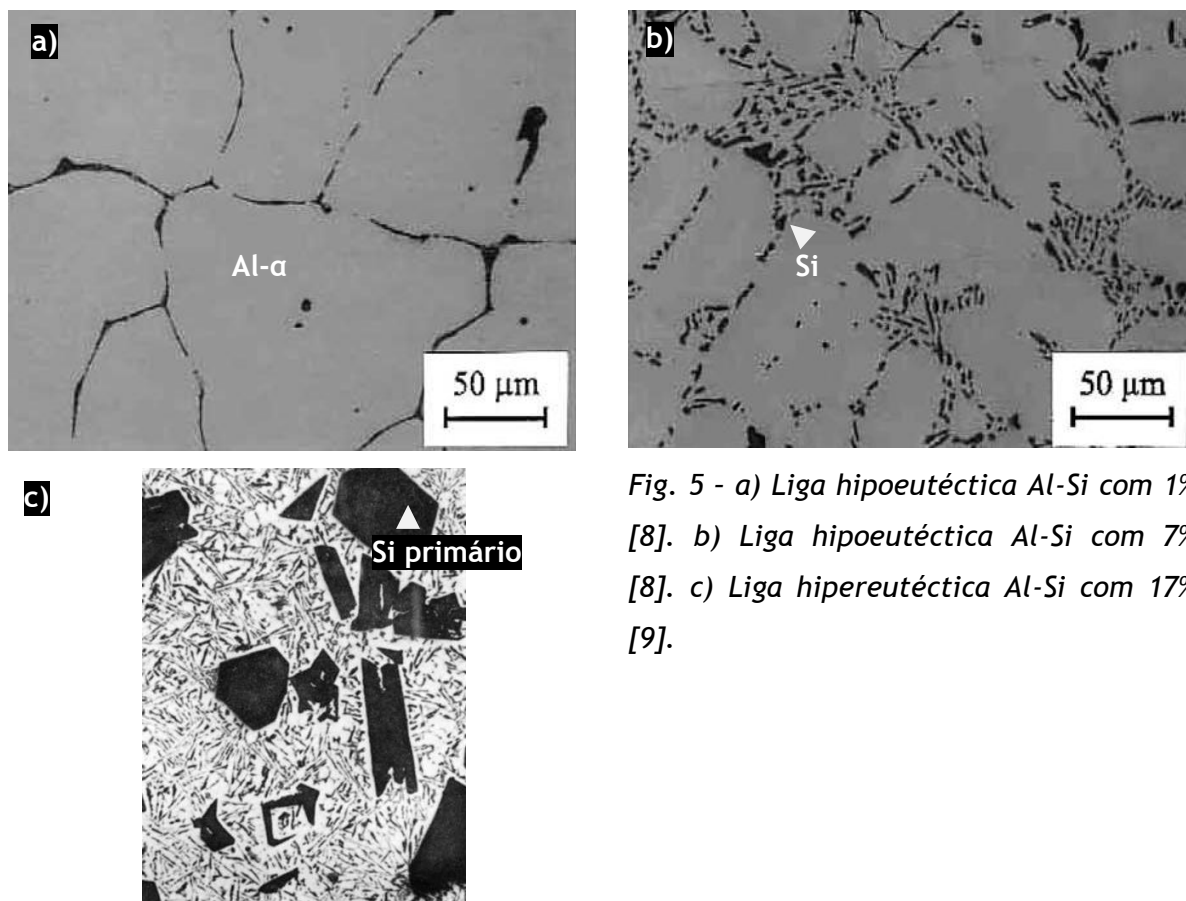


Fig. 5 - a) Liga hipoeutética Al-Si com 1%Si [8]. b) Liga hipoeutética Al-Si com 7%Si [8]. c) Liga hipereutética Al-Si com 17%Si [9].

Na figura 5 é possível observar três microestruturas com diferentes teores de silício, na figura 5a verifica-se que todo o silício se encontra dissolvido na matriz, na figura 5b é possível verificar a presença de partículas de silício precipitadas ao longo da microestrutura e na figura 5c observa-se silício primário na microestrutura.

Numa liga não modificada a morfologia do silício apresenta-se na forma de agulhas por toda a matriz (figura 6a). Esta morfologia promove baixas propriedades mecânicas em especial a ductilidade. Após modificação a forma acicular do silício passa para uma forma fibrosa (6b) e como consequência ocorre uma melhoria das propriedades mecânicas da liga [6, 10].

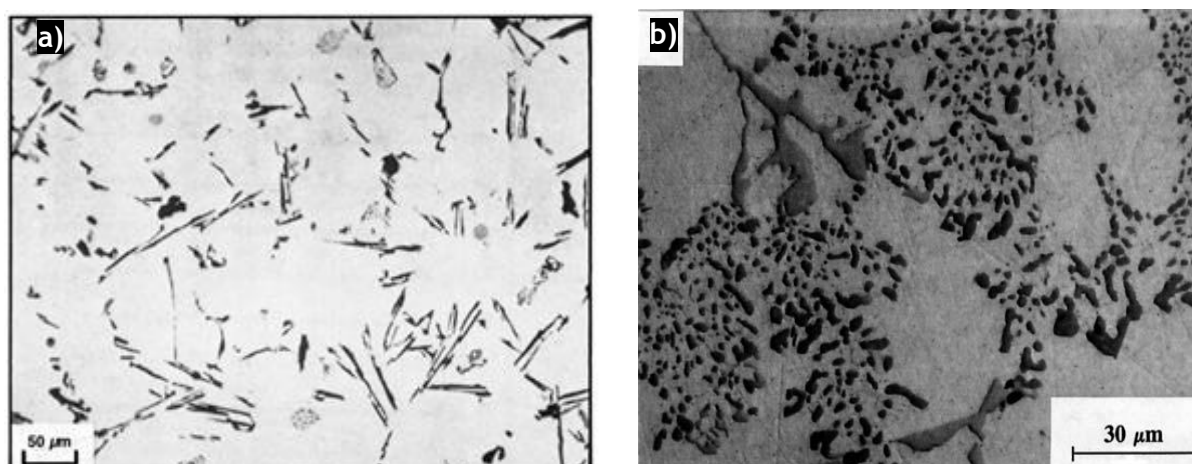


Fig. 6 - Microestruturas de uma liga Al-Si a) não modificada [4] e b) modificada [10].

Os elementos modificadores do silício podem ser do grupo I e II da tabela periódica assim como alguns elementos pertencentes às terras raras. Normalmente é utilizado estrôncio e sódio por garantirem um bom poder de modificação. Para um determinado teor de modificador verifica-se na figura 7a que se atinge um limite de modificação. Após este limite, seja qual for o teor que se acrescente não vai ocorrer nenhuma alteração na morfologia do silício. Como se observa na figura 7b, uma liga com silício modificado, apresenta melhores propriedades mecânicas no exemplo tensão de rotura, independentemente do teor em silício da liga [6,10].

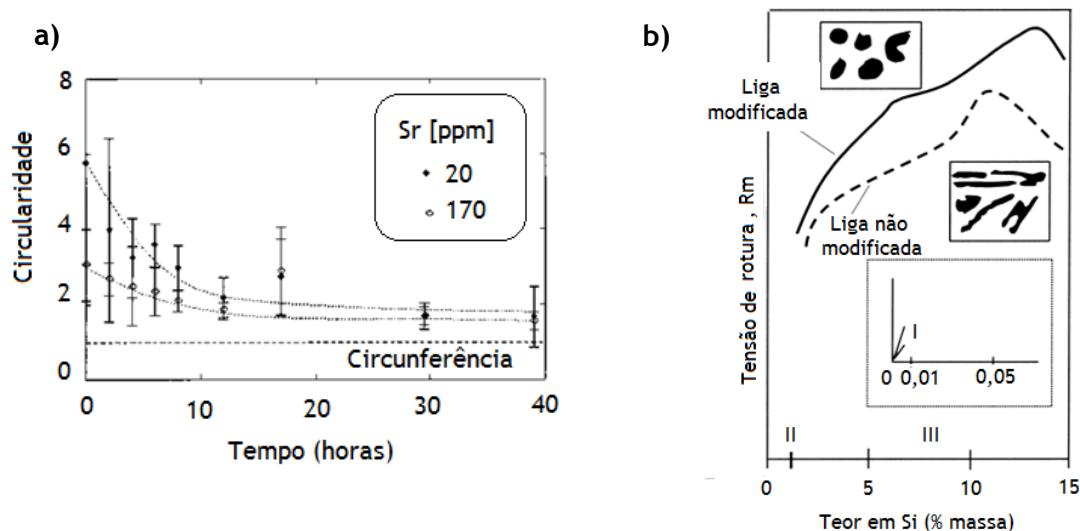


Fig. 7 - a) Efeito da modificação do silício com a adição de estrôncio, figura adaptada de [10]. b) Resistência à tracção de ligas Al-Si (modificadas e não modificadas) com diferentes teores e morfologia de silício, figura adaptada de [6].

As propriedades físicas e mecânicas das ligas de alumínio obtidas por fundição podem ser diferentes e melhoradas utilizando diversos métodos para além da modificação:

- ✚ tratamento térmico, afina o eutético alterando a morfologia do silício no entanto, desta forma não se obtém uma completa esferoidização das partículas (figura 8).
- ✚ a escolha do processamento da liga a adoptar, que permite variar por exemplo a taxa de solidificação (figura 9a) e diminuir defeitos:
 - as taxas de solidificação controlam directamente o espaçamento interdendrítico (SDAS) de forma que, quanto maior for o SDAS mais grosseiros vão ser os microconstituintes, piorando as propriedades mecânicas [10];
 - defeitos como bolhas de hidrogénio provenientes de uma desgasificação deficiente, microrechupes provenientes de uma má alimentação ou inclusões não metálicas no banho.
- ✚ utilização de processos como HIP (Hot Isostatic Processing), que permite a colmatação de poros e como consequência um melhoramento da resistência mecânica do fundido [2, 6].

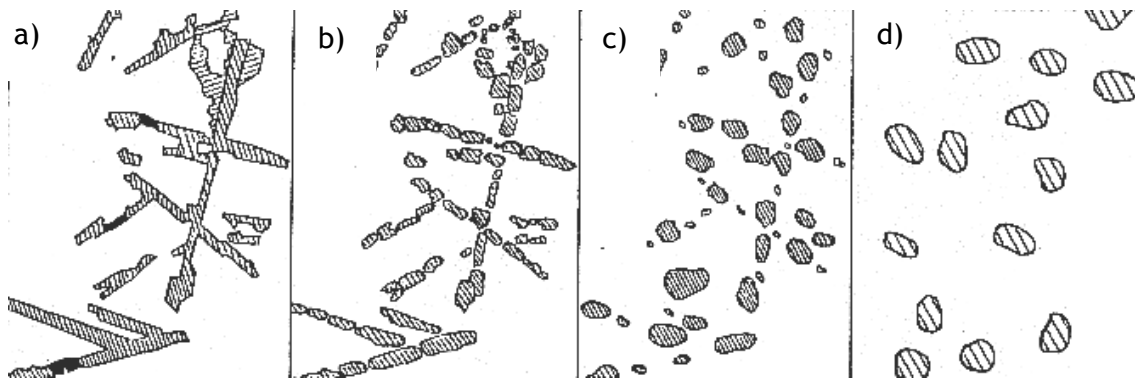


Fig. 8 - Evolução da alteração e afinação da morfologia das partículas de silício durante o tratamento térmico [11].

1.2.2 Elementos de liga

Os elementos de liga apresentam diferentes solubilidades no alumínio (figura 9b). Quando a concentração dos elementos excede o limite de solubilidade, originam constituintes de segunda fase, por precipitação de um elemento puro ou de um composto intermetálico [2]. Os elementos com maior solubilidade nas ligas de alumínio, como já referido são o silício, magnésio, cobre, zinco e manganês [2].

Os elementos secundários controlam o comportamento da liga durante a solidificação, a modificação da estrutura eutética (Na, Sr, Sb), do tamanho de grão do alumínio (Ti, B). Finalmente poderão existir elementos que possam ser considerados como contaminantes, onde a sua presença não é desejável podendo surgir a partir de má escolha da sucata ou por contaminação da colher por exemplo; deve-se também evitar a adição de teores de elementos superior ao recomendado podendo afectar as propriedades finais da liga; por exemplo excedendo o teor de ferro na liga diminui-se a ductilidade, um excesso de níquel diminui a resistência à corrosão e o estanho as propriedades mecânicas finais [4].

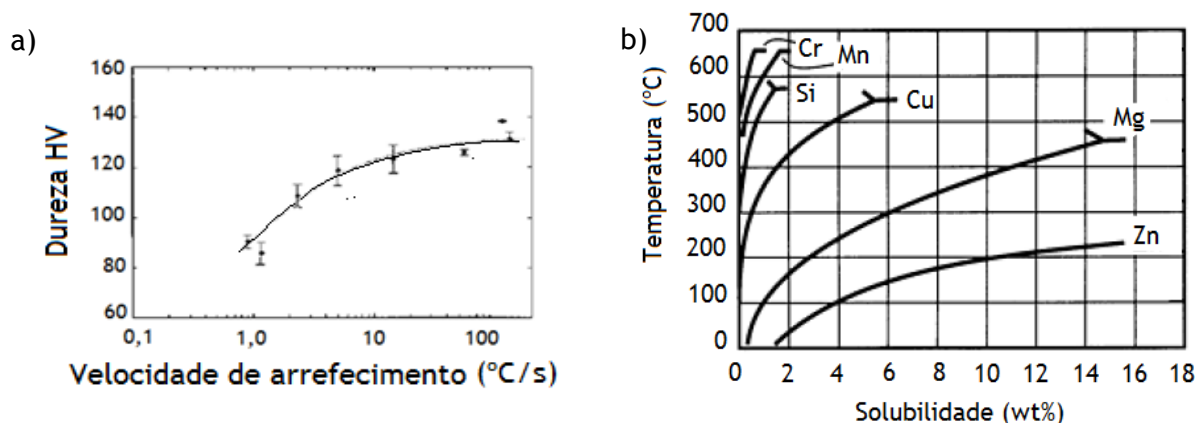


Fig. 9 - a) Efeito da velocidade de arrefecimento na dureza, figura adaptada de [10]. b) Solubilidade de elementos de liga no alumínio, figura adaptada de [2].

A gama de composição dos elementos da liga 355 é apresentada na tabela IV, definida pelas normas ASTM B 26/B 26M - 01 [12] e B 108 - 03a [13].

Tabela IV - Intervalo de composição química da liga 355 [12, 13].

Elemento	Si	Cu	Mg	Mn	Zn	Ti	Cr	Fe	Outros	Al.
Mínimo	4,5	1,0	0,40	Máx	Máx	Máx	Máx	Máx	Máx	Restante
Máximo	5,5	1,5	0,60	0,5	0,35	0,25	0,25	0,6*	0,15	

* Se Fe exceder 0,45 a composição de Mn não pode ser menor que ½ do teor de Fe

1.2.2.1 Elementos principais da liga A355

1.2.2.1.1 Silício

Na tabela V é apresentado o índice de qualidade para uma determinada propriedade das várias séries das ligas de alumínio. É possível verificar que as ligas com maior índice de fluidez são as que contêm silício como principal elemento de liga.

A fluidez do banho resultante da adição do silício permite obter peças com formas complexas sãs; a sua utilização garante ainda ao fundido uma boa resistência à fissuração por calor [4].

1.2.2.1.2 Magnésio

A concentração de magnésio encontra-se no intervalo de 0,2% e 0,6% e raramente excede 1%. O limite mínimo necessário de magnésio para precipitar a fase metaestável Mg_2Si é de 0,2% [4].

A concentração óptima de magnésio depende não só da concentração de outros elementos mas também do tratamento térmico que se pretende efectuar [4].

1.2.2.1.3 Cobre

A adição de cobre aumenta a resistência mecânica e após envelhecimento pode precipitar em fases secundárias, por exemplo a fase metaestável θ após tratamento T6, que confere uma maior dureza à liga [4].

Na figura 10 é possível verificar que mesmo para uma baixa concentração de soluto ($\approx 1,0\%$) as ligas contendo cobre são as que apresentam uma maior resistência mecânica; esta informação pode ser complementada pela tabela V que apresenta uma descrição por série.

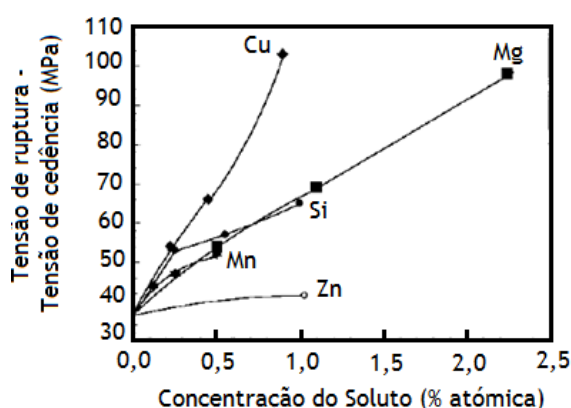


Fig. 10 - Resistência da liga em relação à quantidade de soluto na matriz, figura adaptada de [10].

Tabela V - Propriedades das séries de alumínio de fundição [6].

Propriedade	Sistema Al - ...							
	-Si	-Si-Mg	-Si-Cu	-Si-Cu-Mg	-Cu	-Mg	-Mg-Zn	-Zn-Mg-Cu
Resistência mecânica	1	2	2	2-3	3	1-2	2-3	3
Conformação	2	1-2	1-2	1	3	3	2	2
Estabilidade térmica	1	1	2	2	3	1	1	1
Resistência à corrosão	2	2	1	1	1	3	3	1
Fluidez	3	3	2-3	2-3	1	1-2	1	1
Soldabilidade	3	3	3	3	1-2	3	2	1

Índice: 1 - baixo; 2 - Médio; 3 - Alto

1.2.2.2 Fases intermetálicas

As fases intermetálicas são susceptíveis de precipitar na matriz de alumínio, tendo como elemento mais comum ferro. As fases intermetálicas também poderão surgir a partir de

elementos com teores superiores ao limite de solubilidade da matriz que tem afinidade entre si formando um composto intermetálico [2].

Compostos intermetálicos são nucleados e crescem a partir da combinação química de dois ou mais elementos do banho, exemplo destes compostos são o Mg_2Si , Al_7Cu_2Fe e $(Fe,Mn)Al_6$; estes compostos podem crescer em forma de agulha ou na forma esférica [14].

Com a realização de tratamentos térmicos alguns destes intermetálicos poderão dissolver-se, no entanto algumas das fases intermetálicas são caracterizadas por serem muito estáveis e apenas se dissolverem a uma temperatura muito elevada, tornando a sua dissolução bastante difícil durante o tratamento térmico [2, 10].

1.2.2.2.1 Intermetálicos de ferro

Os precipitados de ferro poderão aparecer na microestrutura de uma liga de alumínio e apresentam diferentes naturezas e morfologias [2]. A fase $\beta-Al_5FeSi$ (figura 11a) tem a morfologia em agulha e é uma dos compostos intermetálicos mais prejudiciais, degradando bastante as propriedades mecânicas das ligas de alumínio. O facto de ser bastante estável a temperaturas próximas de $500^\circ C$ dificulta a sua completa dissolução no tratamento de solubilização [10].

A adição de manganês altera a morfologia do intermetálico para uma forma denominada de “chinese script” (figura 11b), diminuindo os defeitos degradantes da fase intermetálica $\beta-Al_5FeSi$. Estes intermetálicos poderão formar-se durante a solidificação da liga de alumínio ou poderão formar-se a temperaturas inferiores a $480^\circ C$ [10].

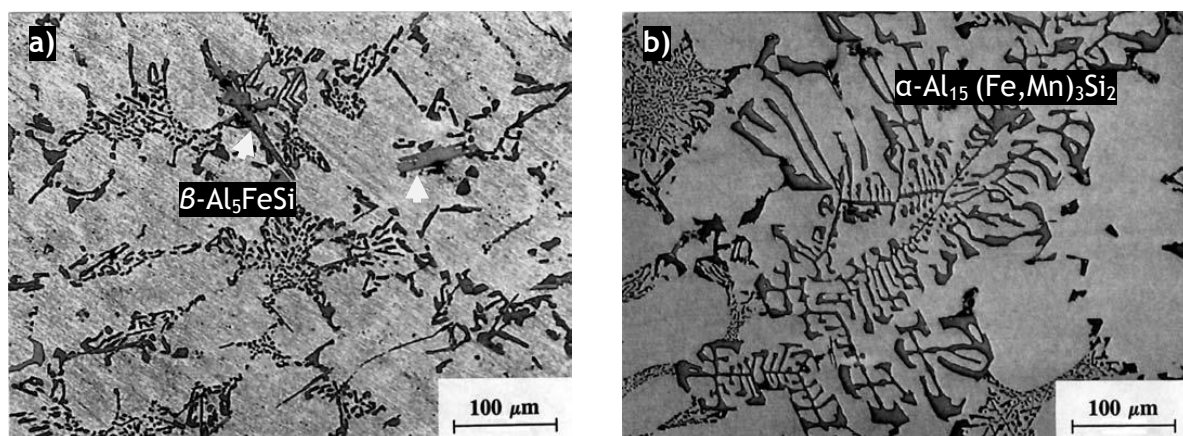


Fig. 11 - Intermetálicos de ferro a) $\beta-Al_5FeSi$; b) $\alpha-Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ [10].

De forma a reduzir os efeitos de degradação provocada pelos intermetálicos de ferro, deverá manter-se um rácio Mn/Fe maior que 0,45 e/ ou aumentar a taxa de solidificação [10].

1.2.3 Aplicações

As ligas de alumínio apresentam boa fluidez permitindo a produção de fundidos de forma complexa e de elevada qualidade.

São essencialmente utilizadas quando se pretende peças leves, muito útil para indústria dos transportes pois permite garantir uma poupança no consumo de combustível. As peças fundidas de alumínio têm demonstrado uma boa eficiência, sendo utilizadas há vários anos em blocos de motor, pistão, cabeça de cilindro, caixas de transmissão [3].

1.3 Deformação e fractura das ligas Al-Si

Não é esperado que as ligas Al-Si de fundição quando solicitadas mecanicamente apresentem uma boa deformação plástica, no entanto numa perspectiva de melhoria da sua resistência mecânica o seu estudo é necessário com vista à compreensão dos aspectos microestruturais do processo de fractura.

Uma observação cuidada da amostra permite especular sobre os aspectos de deformação que levarão à fractura como por exemplo a ocorrência e evolução de fissuras, existência de defeitos ou deformação do grão [15].

1.3.1 Fenómenos que poderão originar fractura

McMahon [16] a partir de um estudo sobre a origem da fractura dos aços verificou quais eram os fenómenos que poderiam levar à ocorrência da fractura e aqueles que se apresentavam repetitivamente. Concluiu que mesmo para ligas com baixo teor em carbonetos, estes estavam sempre associados à origem da fractura, transpondo esta teoria para os restantes materiais metálicos.

Tal como observado na figura 12 do estudo de McMahon [16], a fractura por partículas frágeis de segunda fase, como partículas de silício e compostos intermetálicos nas ligas de alumínio, ocorre sempre num processo de fractura. O início de fractura por fissuração destas partículas ocorre para uma carga mais baixa do que aquela que seria necessário para se observar o início de fractura devido à interacção entre maclas e/ ou bandas de deslizamento por exemplo [14, 16].

O início da fractura nas ligas Al-Si deverá ocorrer por partículas de segunda fase presentes na microestrutura, no entanto é necessário salientar que na presença de defeitos este processo poderá ser acelerado podendo originar numa fractura precoce do material [7].

Alguns autores [17] baseiam-se em Gangulee e Gurland defendendo que a fractura ocorre em três estágios: fissura das partículas de silício; propagação da fissura pela zona intergranular e só depois ocorre a ruptura da matriz.

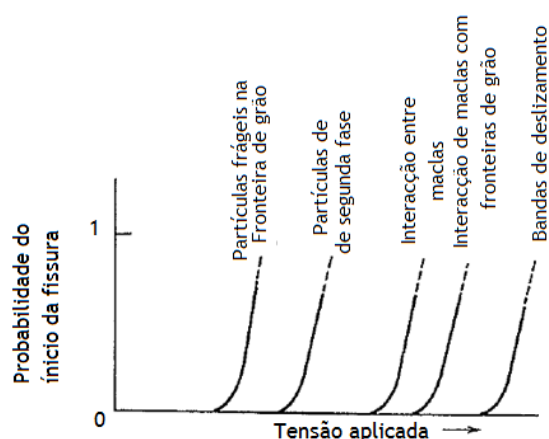


Fig. 12 - a) Probabilidade de ocorrência de fractura aplicando uma tensão [14].

A existência de defeitos poderá originar uma fractura precoce do material. No caso das ligas de alumínio poderá surgir nas peças após o processo de fusão a existência de microrechupes resultantes de uma alimentação deficiente aquando do vazamento na moldação; poderá também surgir microporosidade na peça por uma desgasificação pouco eficaz [14].

Inevitavelmente num processo de fundição surgem defeitos como a porosidade ou a inclusão de filmes de óxidos, cabendo ao produtor tentar minimizar estes defeitos de forma a garantir a sanidade das peças.

Na revisão literária de Yi *et al.* [18] é indicada estudos em que a fractura iniciou-se e propagou-se pela zona de defeitos se presentes, sendo a resistência do material diminuída drasticamente. Yi *et al.* [18] e Moffat *et al.* [19] verificaram que numa liga A356 o início de fractura ocorria preferencialmente por locais com elevada porosidade.

Moffat *et al.* [19] e Yi *et al.* [20] estudaram a influência de compostos intermetálicos de ferro (β -Al₅FeSi e Al₉FeNi) na microestrutura da liga A356 sujeita a fadiga. Ambos concluíram que existia uma relação directa entre o início da fractura e estes compostos, ocorrendo uma forte concentração de tensões ao longo da sua interface.

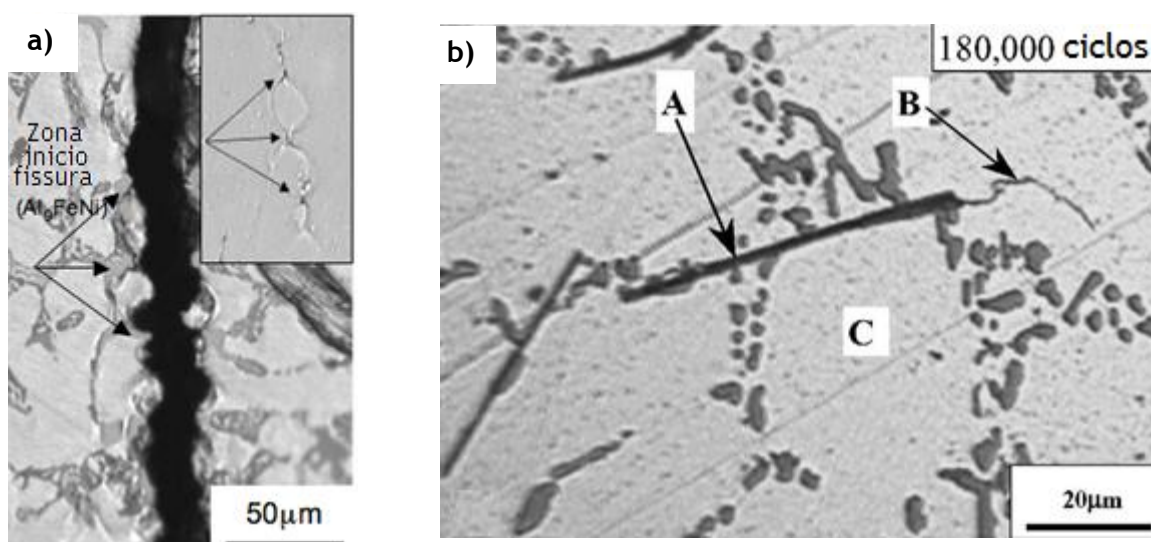


Fig. 13 - a) Microestrutura Al-Si onde está indicada a zona de início de fractura [19]. b) Partícula intermetálica de ferro - A; propagação da fractura - B; matriz alumínio - C [20].

Para uma liga com baixa porosidade Kim *et al.* [21] verificaram que o mecanismo de fractura vai depender não só das condições de ensaio mas também do tamanho, fracção e morfologia das partículas de silício e fases intermetálicas.

Han *et al.* [22] verificaram que a propagação de fractura ocorre ao longo das zonas onde existe uma maior concentração de silício e de intermetálicos e sempre pela zona intergranular. Consideraram no seu trabalho que partículas com a mesma orientação teriam o mesmo tipo de comportamento com a deformação, onde a orientação de uma partícula é dada pelo maior comprimento da mesma.

1.3.2 Propagação da fractura

A propagação de fractura poderá ocorrer de forma intergranular ou transgranular.

Uma fractura intergranular (figura 14a) ocorre em materiais policristalinos e a sua propagação ocorre pelas fronteiras de grão.

Na propagação intergranular existem dois comportamentos distintos nas ligas Al-Si: a matriz deverá deformar-se até à rotura e as partículas secundárias deverão fissurar sucessivamente até à rotura do material, podendo apresentar planos de clivagem (planos em que a fractura que se propaga com uma energia baixa por planos cristalográficos perfeitamente definidos) [15].

Uma fractura transgranular (figura 14b) propaga-se pelo interior do grão e por planos de clivagem e habitualmente em estruturas frágeis [15].

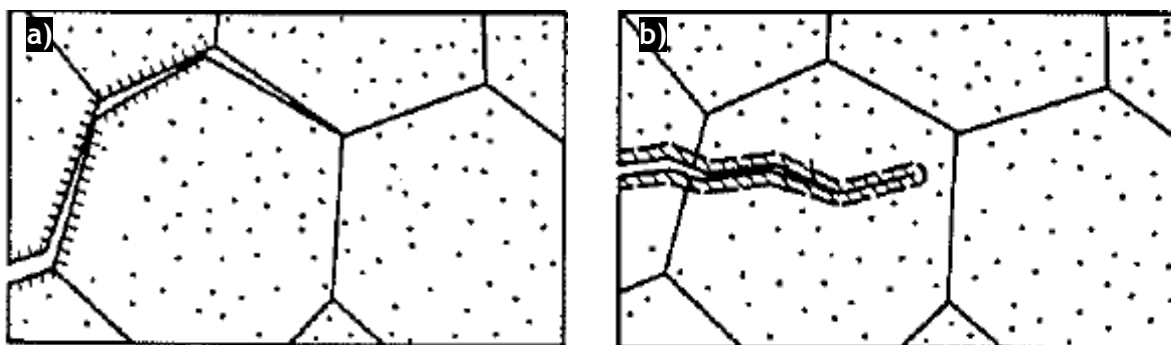


Fig. 14 - Movimentação das fissuras a) intergranular; b) transgranular [15].

2. Método experimental

2.1 Planificação dos ensaios

Realizaram-se solicitações mecânicas de fractura, concretamente de tracção, fadiga, compressão e choque, para avaliar o efeito da deformação na microestrutura da liga de alumínio 355-T6.

Para a realização do trabalho experimental foi necessário criar uma moldação para o vazamento de alguns provetes, perfurando-se um bloco de grafite (figura 15a). As dimensões das cavidades foram determinadas de acordo com as dimensões dos provetes a ensaiar.

A primeira etapa do trabalho foi realizada na empresa Zollern & Comandita com o vazamento de uma liga de alumínio A355 cuja composição química está descrita na tabela VI.

Tabela VI - Composição química da liga A355 produzida pela empresa Zollern & Comandita e utilizada nos ensaios.

Elemento	Si	Cu	Mg	Mn	Zn	Ti	Fe	Ni	Al
Teor (%)	4,83	1,13	0,55	0,008	0,0010	0,167	0,081	0,024	Rest.

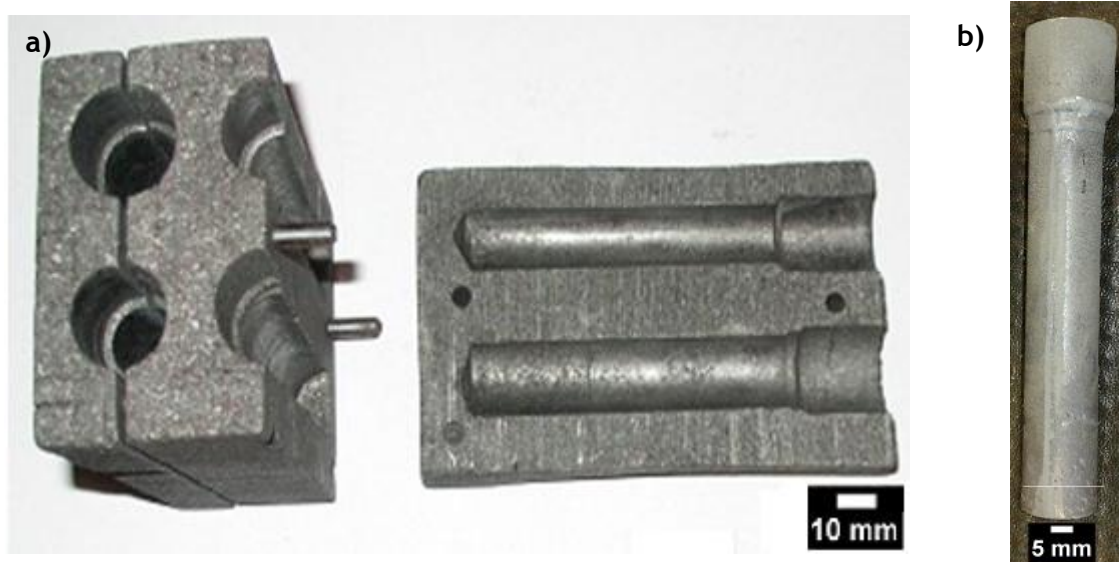


Fig. 15 - a) Moldação de grafite criada na FEUP. b) Peça vazada e tratada.

O vazamento da liga foi realizado numa moldação de grafite para os provetes cilíndricos (figura 15b) e numa moldação metálica para as chapas utilizadas na solicitação de laminagem. As peças foram tratadas termicamente, realizando os ciclos de tratamento T6 utilizados na empresa: um de homogeneização num período total de 12h a 525°C seguido de um ciclo de envelhecimento de 3h a 180°C.

Para a obtenção dos provetes os fundidos foram posteriormente maquinados no departamento de Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.

2.1.1 Identificação dos provetes

Foram obtidos provetes provenientes de duas fontes de produção, dividiram-se os provetes em dois grupos, referenciando-se da seguinte forma:

- Grupo I - Provetes provenientes da FEUP vazados em grafite e moldação metálica, utilização do índice **F**;
- Grupo II - Provetes provenientes da produção industrial da Zollern & Comandita, produção em moldação por cera perdida, utilizado o índice **Z**.
- Em cada índice poderá ser indicado qual o provete ensaiado na forma **XY_N** onde:
 - X corresponde ao ensaio realizado (Tr - Tracção; Fad - Fadiga; Ch - Choque; Lam - Laminagem);
 - Y deformação imposta ao provete (0; 10; 15;...);

- N número do provete da mesma categoria (ex: ZTr10_01 e ZTr10_02 são provetes de tracção diferentes que sofreram a mesma deformação, neste exemplo 10% e ambos retirados de peças cedidas pela empresa).

2.1.2 Solicitação em tracção

A solicitação em tracção foi realizada de acordo com a norma de tracção ASTM E-08 (2004) [23].

Foram utilizados provetes vazados a partir da moldação de grafite criada na FEUP, com as medidas indicadas na figura 16a e provetes cedidos pela empresa Zollern & Comandita provenientes do processo de fabrico da empresa (16c).

Nos provetes provenientes da moldação da FEUP (16b) foi possível a utilização de um extensómetro com $50 \pm 2,5$ mm de intervalo de leitura. Nos provetes cedidos pela Zollern & Comandita efectuaram-se marcações na zona útil do provete para determinar o alongamento.

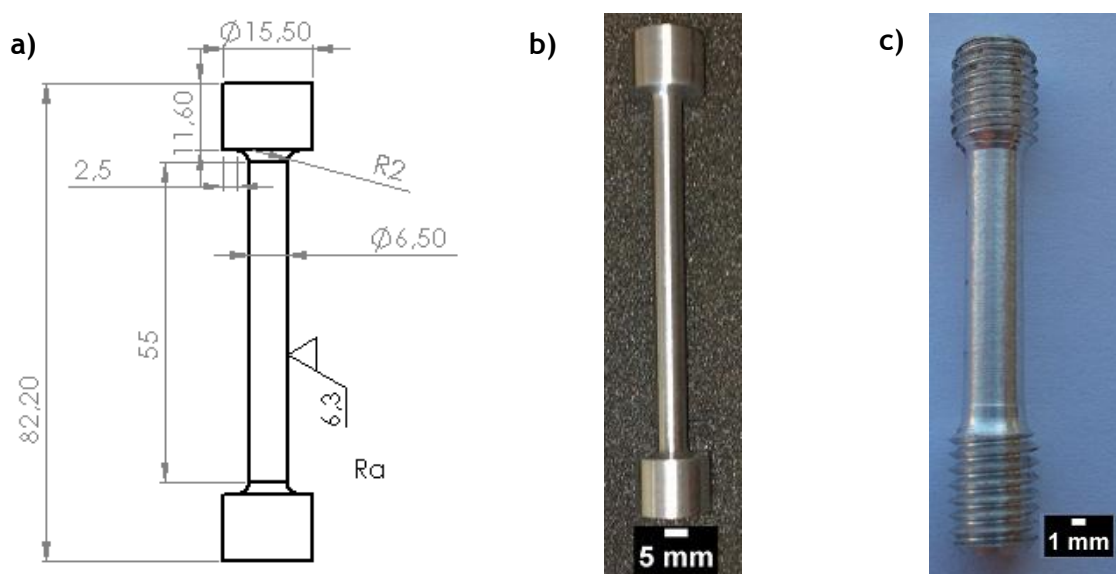


Fig. 16 - a) Planeamento das dimensões em mm dos provetes tracção vazados em grafite b) provete maquinado proveniente das moldações da FEUP (FTr); c) provete cedido pela Zollern & Comandita (ZTr).

Nos provetes provenientes da moldação da FEUP foram ensaiados três provetes até à rotura.

Nos provetes provenientes da Zollern & Comandita, ensaiaram-se inicialmente dois provetes de tracção até à rotura de forma a determinar a deformação máxima,

seguidamente ensaiaram-se três provetes, um por cada taxa de deformação (25; 50 e 75% da deformação máxima de rotura).

2.1.3 Solicitação em fadiga

A solicitação em fadiga foi realizada numa máquina de ensaios de flexão rotativa. O ensaio é efectuado com uma das extremidades fixa e a segunda sob uma carga constante e conhecida; no presente trabalho foram utilizadas cargas correspondentes à tensão limite de fadiga (90MPa) [4] e 126MPa.

Os provetes foram maquinados respeitando as medidas da figura 17a, tendo como base a norma de fadiga E 606 - 02 [24].

Os cálculos utilizados para determinação da carga a aplicar foram realizados a partir da fórmula 1 da referência [25].

$$F_f = C \left(\frac{I}{Y_m} \right) \frac{\sigma^*}{L} \quad (1),$$

onde:

F_f - Carga (N)

σ^* - Tensão de cedência (N/m²)

C - 1

L - Comprimento (m)

$\left(\frac{I}{Y_m} \right) - \frac{\pi}{4} r^3 = \text{Módulo de secção Z (m}^3\text{)}$

$1 \times 10^6 \text{ N/m}^2 = 1 \text{ MPa}$

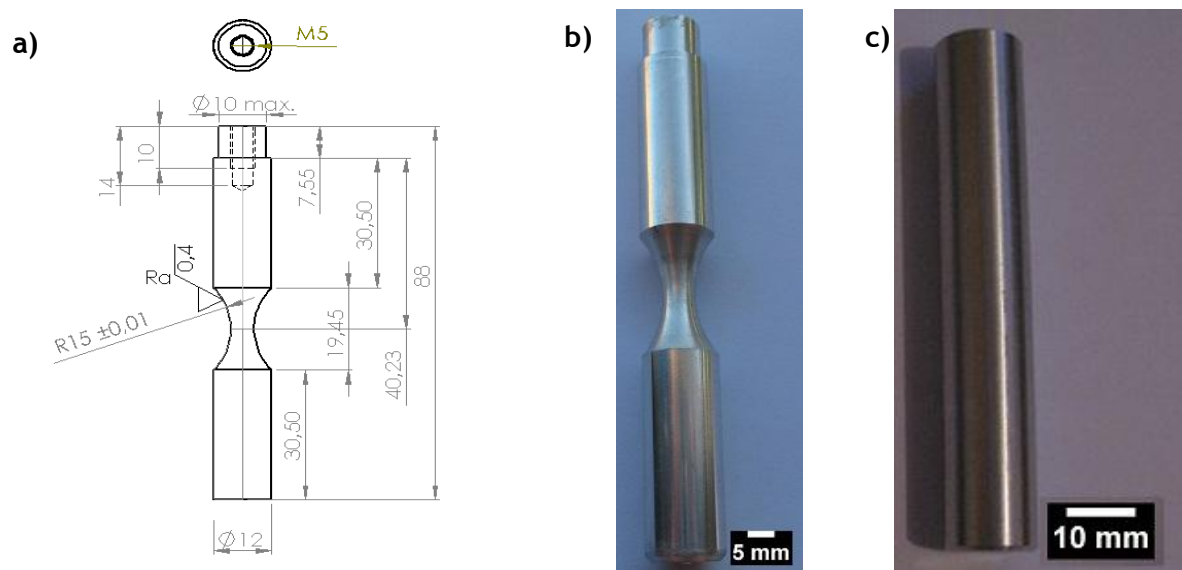


Fig. 17 - a) Dimensões em mm dos provetes de fadiga. b) Proвете de fadiga maquinado, proveniente das moldações da FEUP (FFad). c) Proвете para solicitação em impacto.

2.1.4 *Solicitação por impacto*

Analisou-se a superfície de fractura por impacto de um provete cilíndrico simples sem qualquer tipo de entalhe (figura 17c).

2.1.5 *Solicitação em laminagem*

Para elaborar as solicitações em laminagem obteve-se placas rectangulares a partir de uma moldação metálica. As placas foram cortadas e rectificadas para evitar a incorporação de óxidos durante a solicitação.

As placas foram deformadas com taxas crescentes até se observarem na sua superfície fissuras ao longo da placa, aproximadamente a 30% de redução.

Foram utilizadas taxas de deformação de 5, 10, 15, 20, 25 e 30% com passos de redução de 0,10 mm.

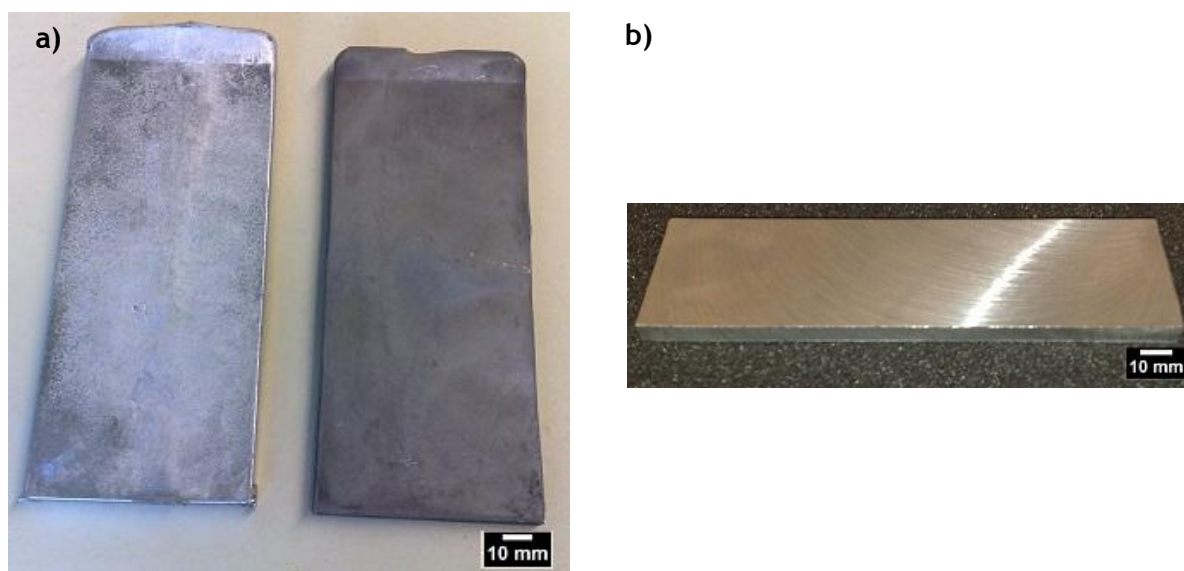


Fig. 18 - Placas utilizadas para o ensaio de laminagem (FLam): a) após vazamento e tratamento; b) cortadas e rectificadas.

2.2 *Preparação das amostras para observação*

As amostras de tracção, fadiga e choque foram montadas de forma a observar a zona longitudinal do provete. Nos provetes de laminagem o plano de observação escolhido foi o transversal longo.

O polimento das amostras foi realizado com uma sequência de desbaste 320-400-600-1000 mesh, um polimento fino com suspensões de diamante de 6 e 1 μm e um acabamento final com sílica coloidal 0,25 μm .

Foram utilizados três reagentes de ataque [26] para análises mais completas, o que se esclarece em seguida.

2.2.1 Revelação da fronteira de grão

Para revelação das fronteiras de grão as amostras foram atacadas com 0,5% HF em 99,5% H₂O durante aproximadamente 1 minuto; o tempo foi controlado de acordo com o grau de encruamento da amostra.

Utilizou-se algodão embebido em reagente de forma a atacar de forma homogénea toda a superfície da amostra.

2.2.2 Revelação da matriz

Para revelação da matriz foi utilizada a técnica de luz polarizada. Para se obter um ataque superficial homogéneo foi necessário controlar vários parâmetros durante a anodização.

Utilizou-se como ânodo uma chapa de alumínio puro revestida com um verniz na zona não útil de anodização. O cátodo (amostra a anodizar) foi fixado durante a anodização pela parte posterior à zona a anodizar de forma a ter toda a superfície livre.

O electrólito utilizado foi: 50% de H₃PO₄, 25% de H₂O e 25% de CH₃CH₂OH, podendo variar as percentagens destes dois últimos. A voltagem utilizada foi de 20V com uma amperagem constante de 0,20A.

Verificou-se a influência da temperatura durante o ataque determinando-se que a temperatura ideal de trabalho seria entre 0°C e 15°C. O tempo de ataque máximo foi de 4 minutos.

Atacaram-se também algumas amostras com 25% HNO₃, 15% HCl, 10% HF, 50% H₂O (reagente Keller), o que permitiu a observação da estrutura a baixas ampliações.

Utilizou-se algodão embebido em reagente de forma a atacar de forma homogénea toda a amostra e para retirar o óxido existente na superfície efectuou-se uma limpeza em ultrasons.

2.3 Métodos de análise

2.3.1 Análise da zona longitudinal dos provetes

As amostras foram analisadas num microscópio óptico, de forma a verificar as consequências de deformação nas partículas secundárias e no grão- α . A análise foi efectuada com o auxílio de fotomicrografias, análise quantitativa e macrodurezas.

Analysaram-se quantitativamente as partículas secundárias em amostras sem ataque, nos provetes de laminagem registaram-se os dados correspondentes a 45 campos por amostra.

Nos provetes de tracção, impacto e fadiga dividiu-se cada provete em zonas, de acordo com o demonstrado nas figuras 19a e 19b, efectuando-se análises de 45 campos por cada zona. Essa divisão encontra-se na tabela seguinte (tabela VII) de acordo com o tamanho do provete.

Para o estudo, consideraram-se válidos os campos que apresentaram uma densidade de partículas inferior a duas vezes o desvio padrão.

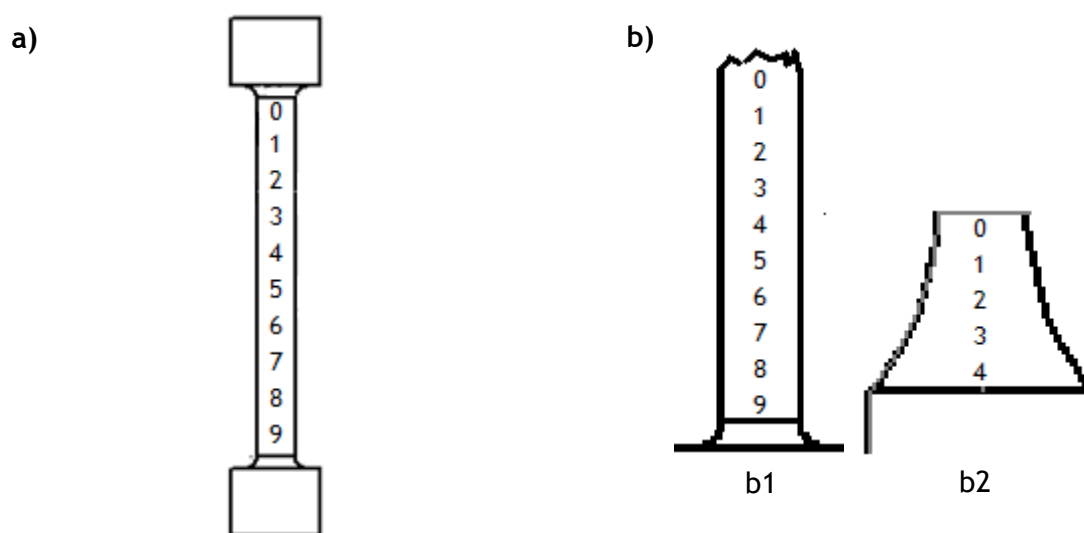


Fig. 19 - a) Divisão dos provetes de tracção para análise quantitativa. b) Divisão dos provetes de fractura de tracção, choque (b1) e fadiga (b2) para análise quantitativa.

Tabela VII - Distância entre zonas de medição para análise quantitativa.

Provete	Número de zonas	Distância entre zonas (mm)
ZTr2,5; ZTr5; ZTr7,5	10	1,5
ZTr10	10	1
AFad	5	1
ACh	10	2

Foram efectuados ensaios de dureza Vickers utilizando a norma ASTM E-384 (1999) [27] para verificar a influência da deformação nesta propriedade; para o ensaio efectuaram-se seis indentações ao longo do comprimento das amostras com uma carga de 300N. Nas amostras de tracção, para respeitar as indicações da norma utilizou-se uma carga de 150N.

2.3.2 Análise da superfície de fractura

Foram efectuadas análises num microscópio electrónico de varrimento (SEM) equipado com sistema EDS no Centro de Materiais da Universidade do Porto; neste microscópio foi possível analisar as superfícies de fractura, assim como efectuar microanálises de forma a identificar alguns constituintes presentes.

Observaram-se ainda superfícies de fractura no microscópio óptico a 50x, 100x e 200x de forma a completar alguma informação em falta das amostras observadas no microscópio electrónico de varrimento. Foram retiradas aproximadamente 40 fotomicrografias da superfície de fractura com diferentes focagens; a partir destas, com um software de análise de imagens (Image J) foi possível criar uma imagem focada da superfície.

3. Análise e discussão de resultados

3.1 Identificação de constituintes

Na figura 20a é possível observar uma microestrutura típica da liga de alumínio A355-T6 a uma baixa ampliação, no entanto desta forma é difícil distinguir as partículas presentes na microestrutura.

Como observado na figura 20b, a partir da coloração das partículas é possível distinguir diferentes espécies químicas; as partículas de silício são as mais abundantes e no microscópio óptico tem uma tonalidade cinza escura. É possível observar a presença de compostos intermetálicos na microestrutura encontrando-se maioritariamente junto às fronteiras de grão (partículas indicadas como 1 e 2 na figura 20b); também foi possível observar após ataque uns compostos intermetálicos no interior do grão (partículas indicadas como 3 na figura 20b).

Os compostos intermetálicos apresentam-se quer em forma de agulhas (20b-1) quer em forma esférica (20b-2).

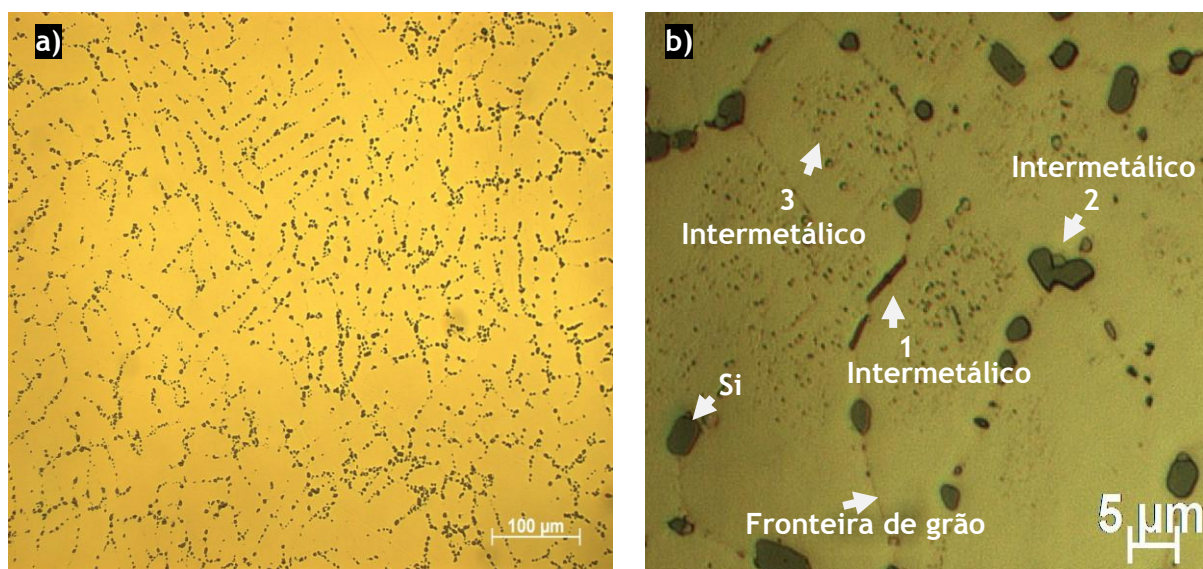


Fig. 20 - a) Amostra ZTr0, sem deformação sem ataque. b) Amostra FTr0 sem deformação, 0,5%HF.

Na tabela VIII é apresentada a média do comprimento máximo e mínimo, medido nos vários campos, dos constituintes de segunda fase observados nas microestruturas analisadas.

Tabela VIII - Dimensão dos constituintes, apresentado valor médio do máximo e mínimo.

	Provetes FEUP		Provetes Zollern & Comandita
	Moldação		Moldação em cera perdida
	Grafite	Metálica	
Máx (μm)	5,8	3,0	3,2
Min (μm)	3,2	2,2	2,1

Dos factores que afectam a morfologia e a natureza dos intermetálicos nos fundidos a taxa de solidificação das diferentes moldações poderá ser a responsável pelos valores alcançados na tabela VIII, a velocidade de solidificação tem uma influência directa na cinética e quantidade de intermetálicos de ferro na microestrutura, onde velocidades de arrefecimento baixas favorecem a formação de fases ricas B em agulhas [10].

Na figura 21a é apresentada uma fotomicrografia retirada de um microscópio electrónico de varrimento, onde se observou os constituintes existentes na microestrutura da liga. Na figura 21b verifica-se, assim como na figura 20b, a existência de compostos intermetálicos na matriz, no entanto não foi possível efectuar uma microanálise de forma a verificar qual a sua composição química, pois o SEM utilizado na observação desta amostra não tinha

acoplado um sistema de microanálise. É possível observar a elevada esfericidade das partículas assim como o seu tamanho (aproximadamente 1 μm).

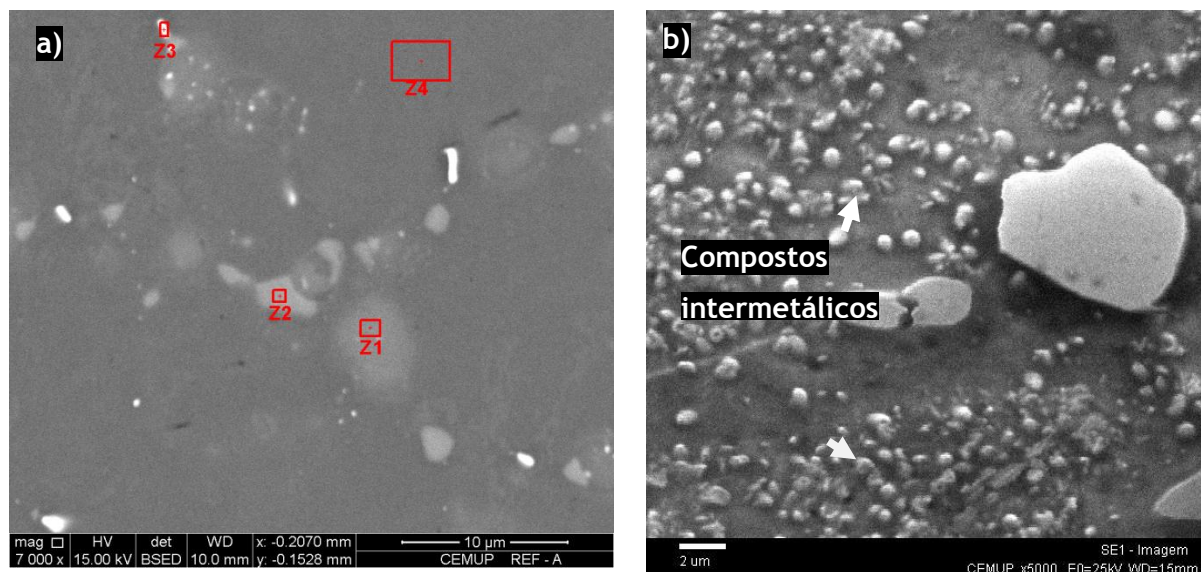


Fig. 21 - a) Amostra FLam0_01, observada em SEM com seus constituintes. b) Amostra ZTr10_01, existência de compostos intermetálicos no interior do grão, 0,5%HF.

Na tabela IX é possível observar que os intermetálicos analisados são compostos essencialmente por alumínio, silício, magnésio e ferro, no entanto as partículas em agulha, analisadas na Z3 são constituídas por vários outros elementos, provavelmente contaminações provenientes da colher na altura do vazamento.

Tabela IX - Microanálise da amostra sem deformação da figura 21a.

		Al	Si	Mg	Cu	Fe	Ni	La	Ce
Z1	% p.	4,86	95,14						
Z2	% p.	67,86	17,97	8,72		5,45			
	% at.	69,64	17,72	9,93		2,7			
Z3	% p.	66,52	6	1,73	9,3	0,94	3,84	5,22	6,45
Z4	% p.	97		1,16	1,84				

% p. - %massa; % at. - % atômica

O composto intermetálico observado na zona Z2 é bastante comum na microestrutura dos provetes F, a sua composição é a partir dos elementos $\text{Fe}_z\text{Mg}_x\text{Si}_y$.

3.2 Resultados de testes preliminares

3.2.1 Provetes F (origem FEUP)

3.2.1.1 Provetes de tracção

Ensaíram-se três provetes até à rotura atingindo uma deformação máxima de apenas 2% e muito localizada junto à zona de rotura.

Como seria de esperar uma deformação à rotura próxima dos 10%, verificou-se, analisando a microestrutura, que este comportamento indesejável ocorreu devido à existência de microrechupe nas amostras (figura 22 b)).

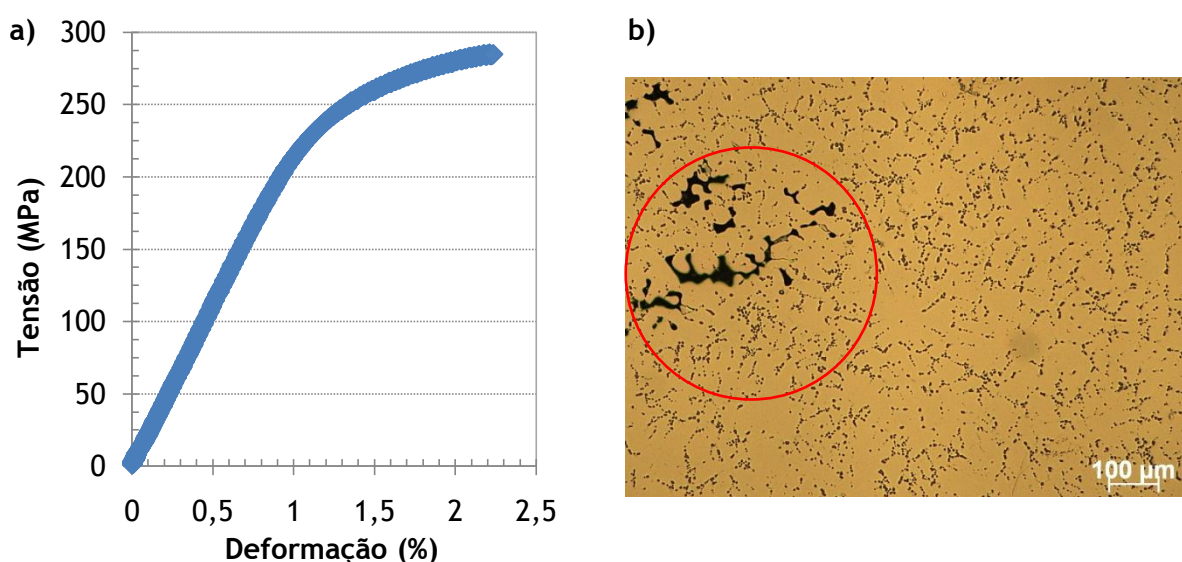


Fig. 22 - a) Ensaio de tracção no provete FTr2,4_1. b) Microrechupe presente nas amostras F.

Devido à baixa aptidão à deformação dos provetes, não foi possível realizar ensaios com taxas de deformação crescentes; o estudo incidiu assim nos provetes ensaiados até à rotura.

3.2.1.2 Provetes de fadiga

As solicitações em fadiga foram realizadas levando todos os provetes à rotura; não havendo possibilidade de estudar todos os provetes foram analisados os provetes FFad_01 e FFad_02. Decidiu-se analisar provetes com tensões diferentes, assim como escolher uma amostra que o número de ciclos representa-se um valor próximo da média do conjunto (tabela X).

Tabela X - Resultados dos ensaios realizados nos provetes de fadiga.

Provette	Tensão (MPa)	Ciclos
01	90	11468770
02	126,50	217230
03	126,50	419050
04	126,50	170910
05	126,50	140700

Na figura 23a é representada a zona de início (ZF1) e zona de propagação da fractura (ZF2) de um provete de fadiga; tal como nos provetes de tracção verificou-se que a origem de fractura ocorreu pela existência de microrechupe na amostra (figura 23b).

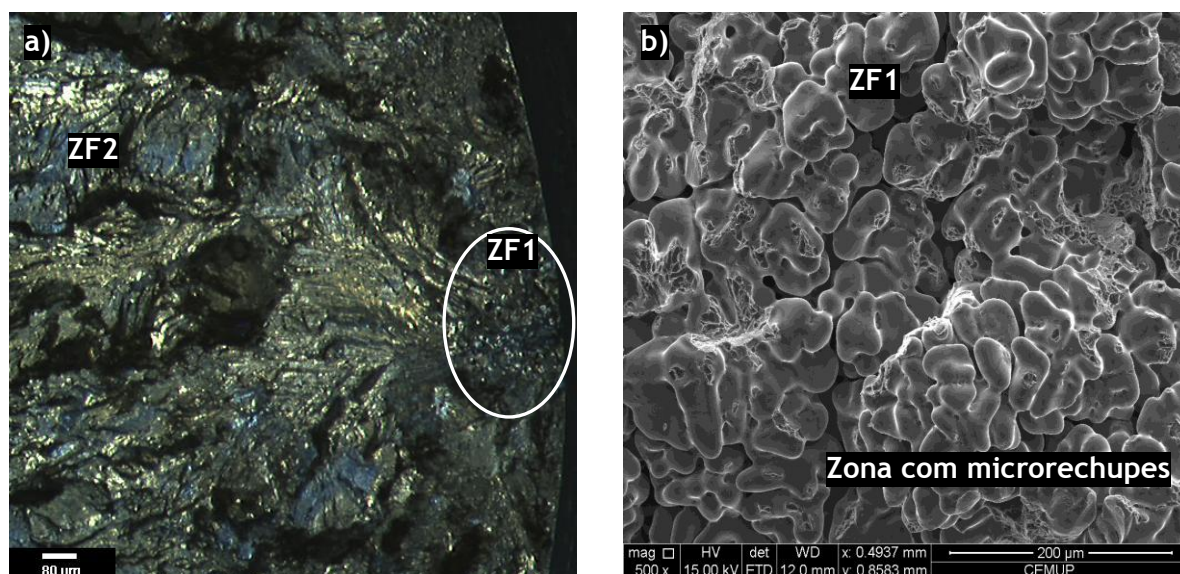


Fig. 23 - a) Superfície de fractura de provete de fadiga. b) Zona de início de fractura (ZF1) do provete vista em SEM.

3.2.2 Provetes Z (origem Zollern & Comandita)

Utilizou-se o princípio anteriormente enunciado para os provetes de tracção. Ensaaiaram-se dois provetes até à rotura de forma a verificar quais seriam os passos de deformação a realizar.

Nos provetes ZTr10_01 e ZTr10_02 a resistência à tracção e alongamento foram verificadas, atingindo uma deformação próxima de 10% (figura 24). Nestes provetes foram então realizadas etapas crescentes de deformação (25; 50 e 75% da deformação máxima atingida (tabela XI)).

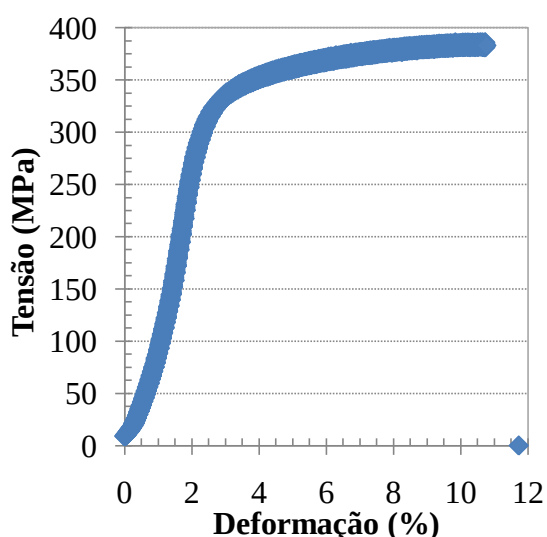


Fig. 24 - Ensaio de tracção do provete ZTr10_02.

Tabela XI - Propriedades mecânicas obtidas nos provetes de tracção ZTr.

Provete	Tensão de rotura (MPa)	Deformação (%)
ZTr10_01	386	9,94%
ZTr10_02	391	9,0%

3.3 Aspectos microestruturais no processo de fractura

Após realizar as solicitações mecânicas necessárias ao trabalho foram analisadas as amostras detalhadamente.

A parte inicial deste subcapítulo incide sobre as partículas secundárias: por serem as partes frágeis da microestrutura são o meio preferencial para a ocorrência da fractura como já referido anteriormente.

3.3.1 Evolução microestrutural no processo de fractura

As microestruturas presentes nas figuras 25a-e são provenientes das amostras ZTr e representam os passos de deformação realizados.

Pretendeu-se, através da análise das microestruturas, caracterizar os vários passos de deformação. A escolha desta sequência é representativa das várias solicitações que se realizaram, não sendo necessário assim apresentar microestruturas de outras solicitações neste subcapítulo.

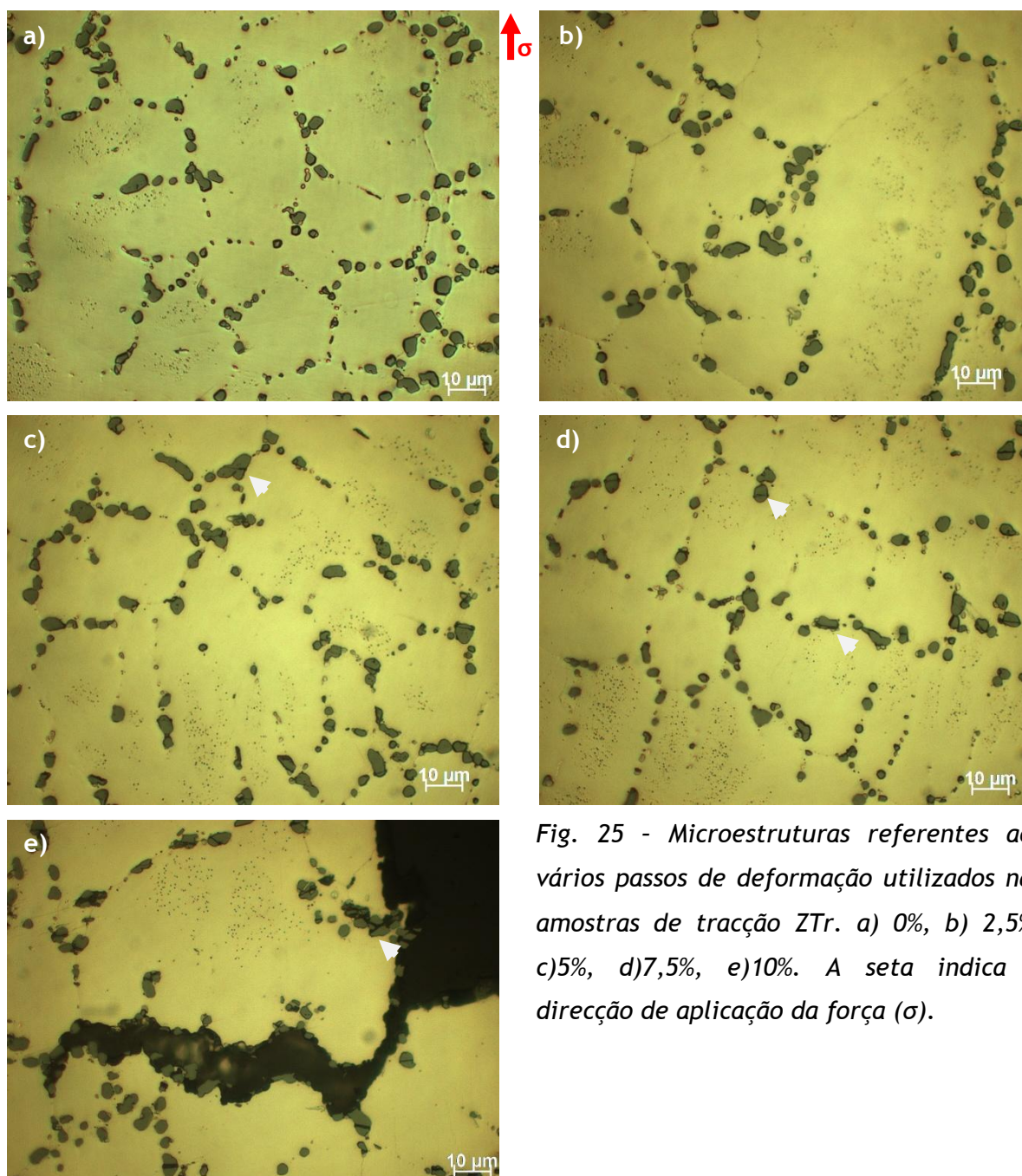


Fig. 25 - Microestruturas referentes aos vários passos de deformação utilizados nas amostras de tracção ZTr. a) 0%, b) 2,5%, c) 5%, d) 7,5%, e) 10%. A seta indica a direcção de aplicação da força (σ).

É possível observar que dificilmente se distingue as várias etapas que poderão ter levado à fractura na amostra 25e. É possível visualizar fissuração nas partículas de silício, no entanto a cinética de fissuração parece ser diferente para as várias etapas de deformação observadas, não se conseguindo verificar uma evolução microestrutural no processo de fractura até à rotura.

Analizando as figuras 25a-e a única diferença encontrada entre as microestruturas foi a existência fissuras nas partículas de silício a partir da amostra ZTr5.

A análise passou por compreender os fenómenos associados à deformação analisando as solicitações como um conjunto e não como partes isoladas, sendo apresentado os resultados relevantes de estudo.

3.3.2 Evolução de fissuração das partículas de segunda fase

Analizando as primeiras etapas de deformação verifica-se que ocorre fissuração em alguns compostos intermetálicos (figura 26). Para as etapas iniciais, como pode ser observado na figura 26b-1, algumas das interfaces aparecem num tom mais escuro podendo indicar também alguma fissuração nesta zona. Ainda na figura 26b verifica-se que as partículas de silício parecem não ter sofrido fissuração nesta etapa de deformação. Com a deformação as partículas fissuram como forma de libertar as tensões impostas na matriz [14].

Analizando a morfologia das partículas fissuradas verifica-se que estas têm uma esfericidade menor quando comparadas com as restantes partículas, que apresentam uma maior resistência nesta fase inicial não tendo sido detectados fissuração destas partículas. Esta análise permite uma primeira conclusão: a resistência das partículas fissuradas poderia melhorar se houvesse uma modificação eficiente da microestrutura; um tratamento térmico, como produz globulização, também poderia ter um efeito benéfico na resistência à deformação.

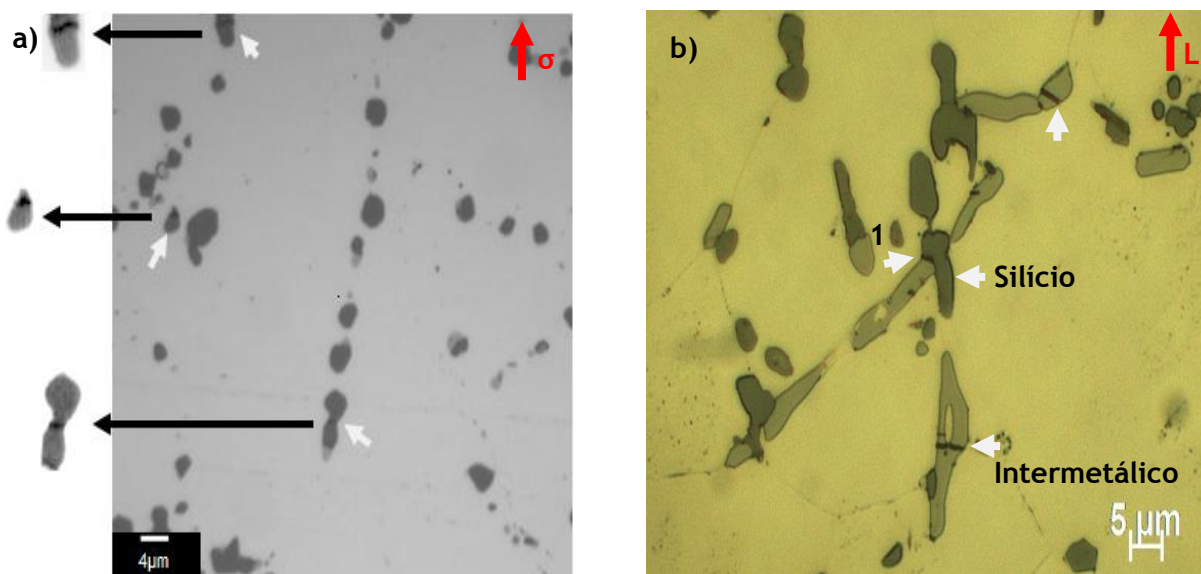


Fig. 26 - a) Provete de tracção ZTr2,5_01 com partículas fissuradas. b) Amostra FLam05 com compostos intermetálicos fissurados, 0,5%HF. As setas indicam a direcção de aplicação da força (σ) e de laminagem (L).

Durante as várias etapas de deformação verifica-se que o número de partículas fissuradas aumenta (figura 27), essencialmente nas partículas com pouca esfericidade; nestas etapas de deformação não se encontrou qualquer tipo de fissuração na matriz. A fissura ocorre tanto em partículas de silício como em compostos intermetálicos.

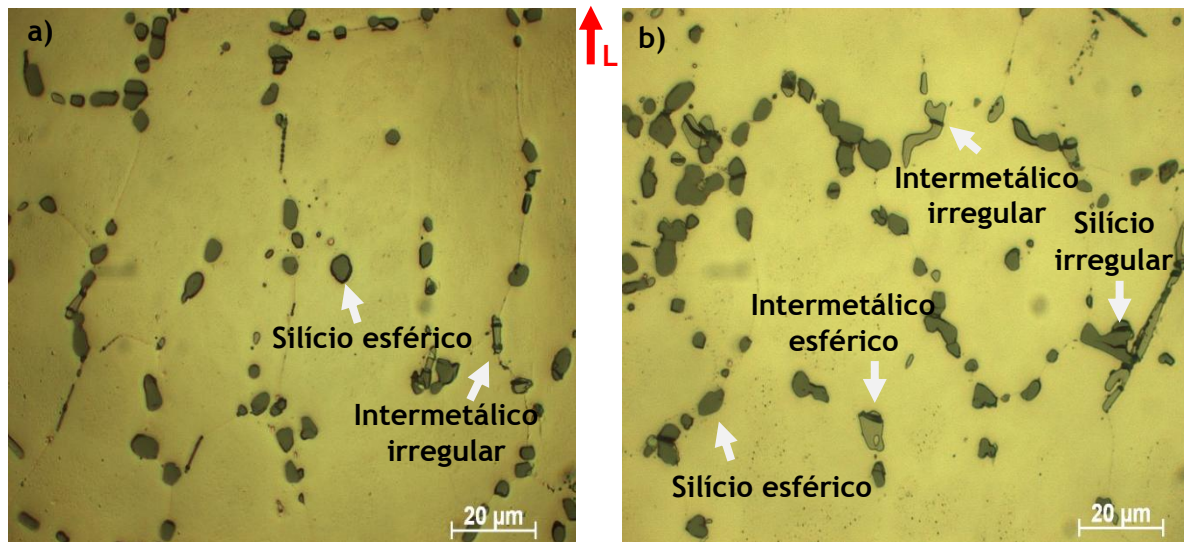


Fig. 27 - a) Amostra FLam10 com compostos intermetálicos irregulares fissurados, 0,5%HF. b) Amostra FLam20 com composto intermetálico esférico fissurado, 0,5%HF.

Pela figura 27b é possível observar que alguns compostos intermetálicos esféricos, para estados mais avançado de deformação também fissuram, ao contrário das partículas de silício que nesta fase permanecem sem fissuração.

Desta forma poder-se-á indicar pela análise da figura 27b e da 26b que para o caso estudado as partículas de silício deverão apresentar uma maior resistência à fissuração.

Nas figuras 28a e 28b estão representadas microestruturas de duas etapas de deformação do provete de tracção; com o aumento da deformação foi possível observar a perda da identidade física da partícula, pois ocorre um aumento de fissuração no seu interior.

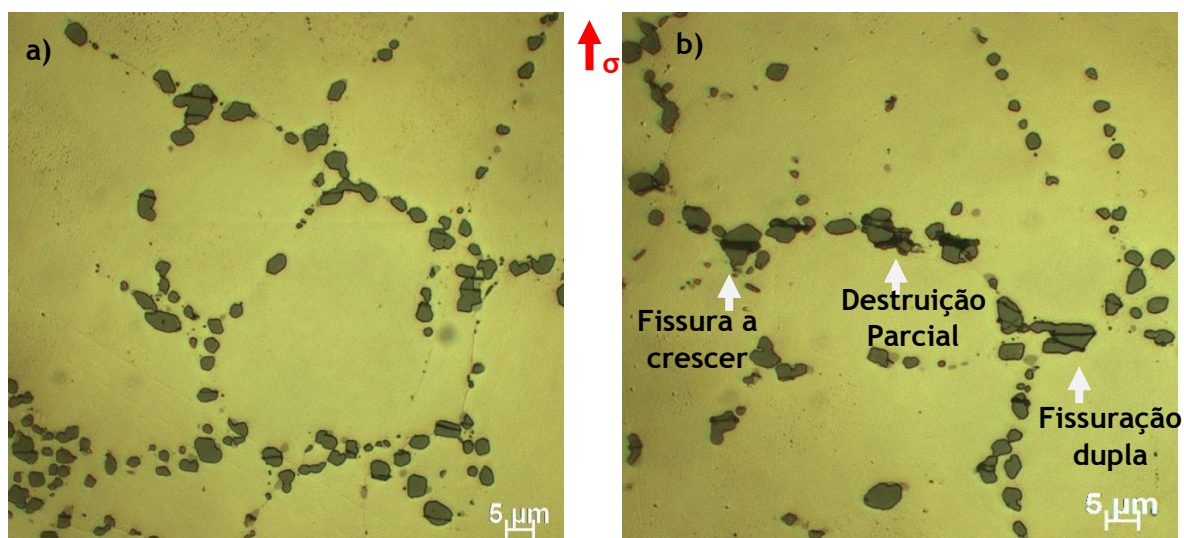


Fig. 28 - a) Amostra ZTr5_01 com alguns compostos fissurados, 0,5%HF. b) Amostra ZTr7,5_01 com compostos fissurados num estado mais destrutivo, 0,5%HF.

Verificou-se este comportamento para todas as solicitações mecânicas experimentais realizadas, como observado nas fotomicrografias de laminagem (figura 29a) e choque (figura 29b).

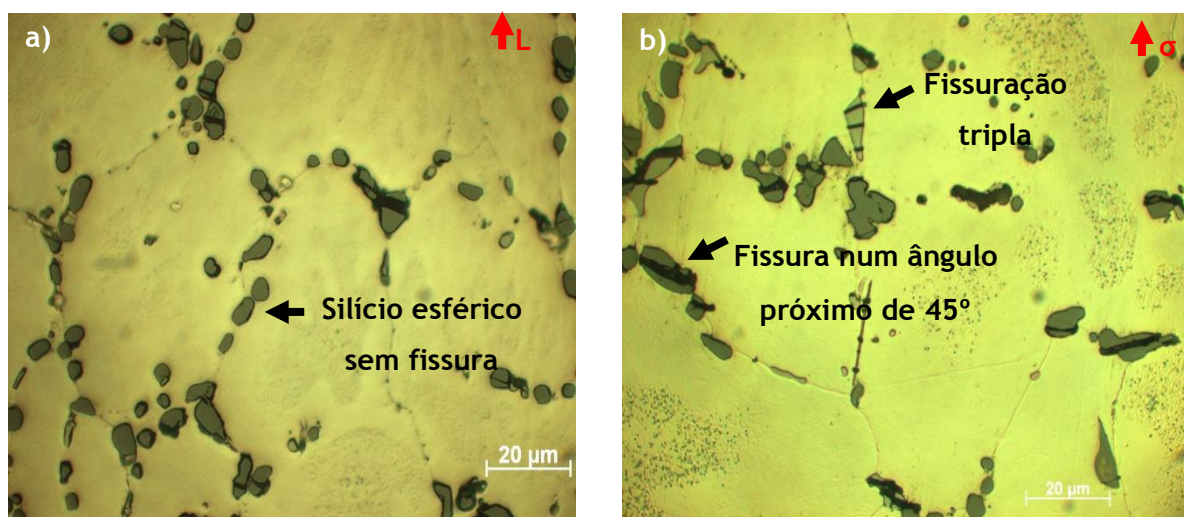


Fig. 29 - Fissuração nas partículas secundárias e compostos intermetálicos a) amostra Flam30_01, 0,5%HF b) amostra FCh, 0,5%HF.

Para todos os ensaios e ao longo da evolução de deformação é possível constatar que a fissuração das partículas ocorre perpendicular à direcção de aplicação da força; com o aumento da deformação algumas partículas poderão fissurar numa direcção máxima de 45° com a normal à direcção da carga (figura 29b).

Nas amostras até agora observadas, verificou-se que com a aplicação da tensão ocorre a fissuração aleatória das partículas secundárias, preferencialmente em partículas com pouca esfericidade e normal ao eixo de aplicação da força, atingindo uma destruição parcial da partícula em estados mais avançados. Este comportamento foi observado para todo o tipo de amostras analisadas.

3.3.3 Evolução microestrutural da propagação da fractura até à rotura

Após analisado o comportamento geral das partículas secundárias, semelhante para qualquer tipo de solicitação, são analisadas neste ponto as etapas que levaram à ocorrência de rotura nos provetes.

Independentemente do processo produtivo, constata-se que a grande concentração de partículas de silício e intermetálicas se encontram nas fronteiras de grão (figura 30a). É possível observar na figura 30b uma fissuração na matriz entre duas partículas de silício, tendo como base a figura 30a, poderá indicar-se que num estado avançado de deformação as fissuras anteriormente observadas nas partículas de silício e secundárias poderão evoluir para as fronteiras de grão.

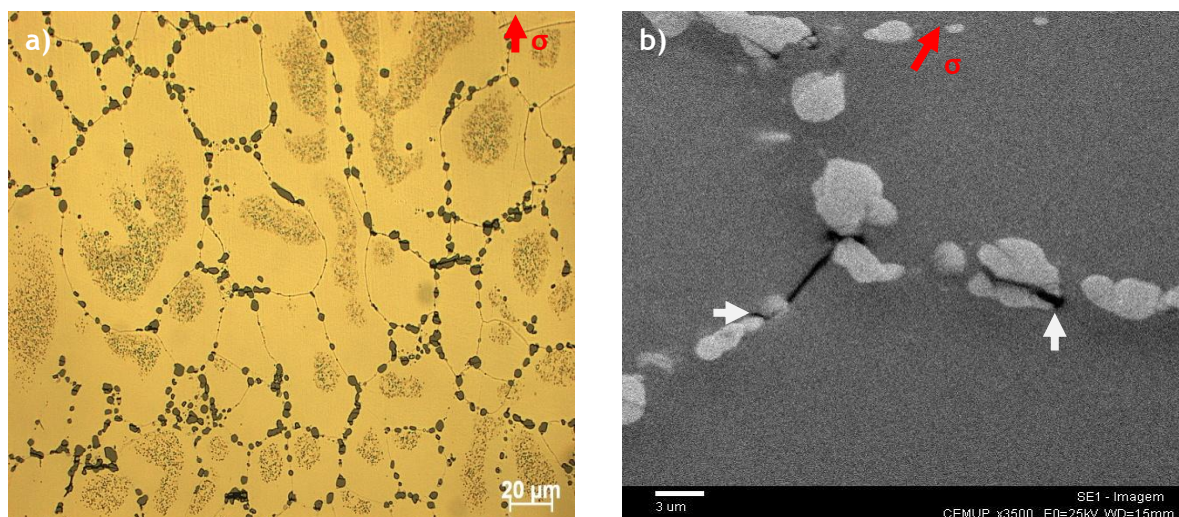


Fig. 30 - a) Amostra ZTr7,5, partículas de silício e intermetálicas nas fronteiras de grão, 0,5%HF. b) Amostra ZTr10_01, fissura na matriz entre duas partículas de silício.

A fotomicrografia presente na figura 31a pertence a uma zona próxima da zona de rotura do provete de tracção ZTR10_01; verifica-se que a evolução que se verificou nas figuras anteriores culmina numa propagação da fissura ao longo da zona intergranular.

Como demonstrado na figura 31 a propagação de fissuras ocorre em mais zonas para além da zona de rotura, no entanto observou-se que todas são próximas entre si.

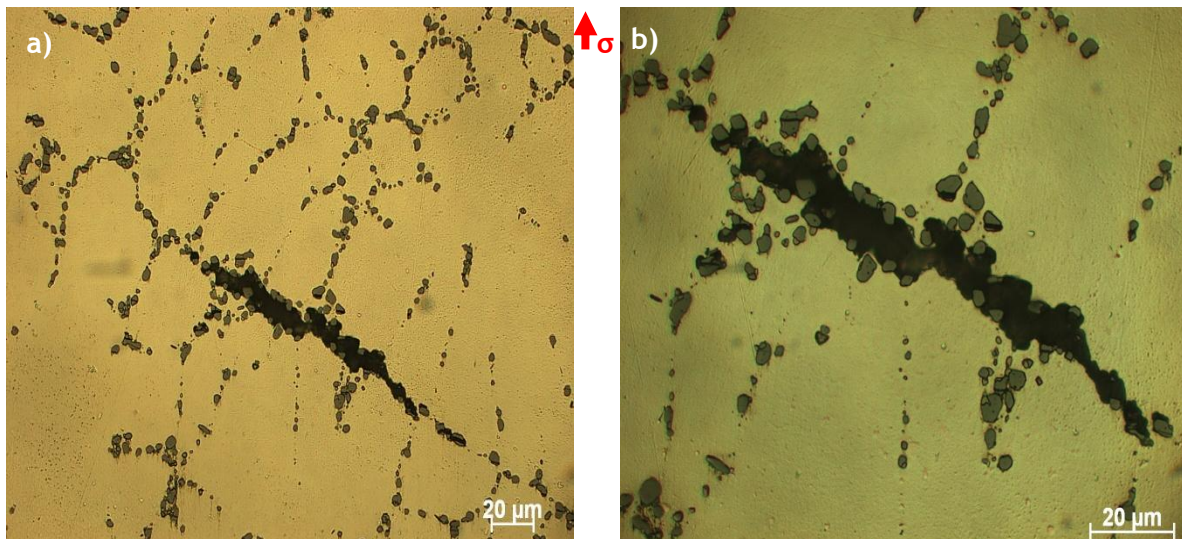


Fig. 31 - a) Propagação da fractura na zona intergranular. b) Ampliação da figura 31a 0,5%HF.

A propagação da fissura até à rotura está demonstrada nas figuras 32a-b e 33a, onde se verifica que a fractura percorre a zona intergranular do material.

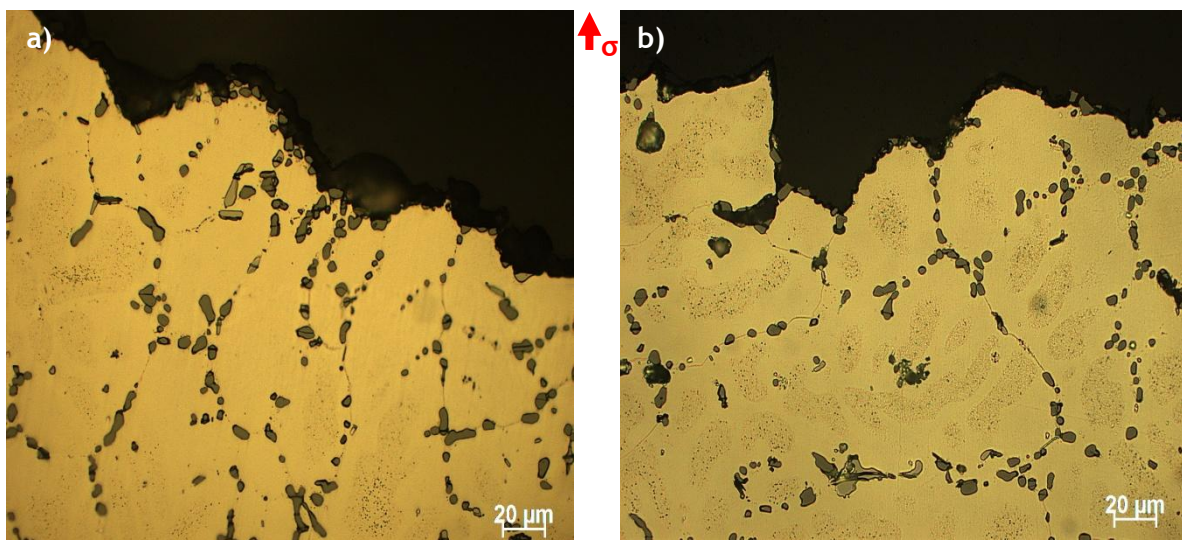


Fig. 32 - Superfícies de fractura do provete a) tracção (FTr) e b) choque (FCh), 0,5%HF.

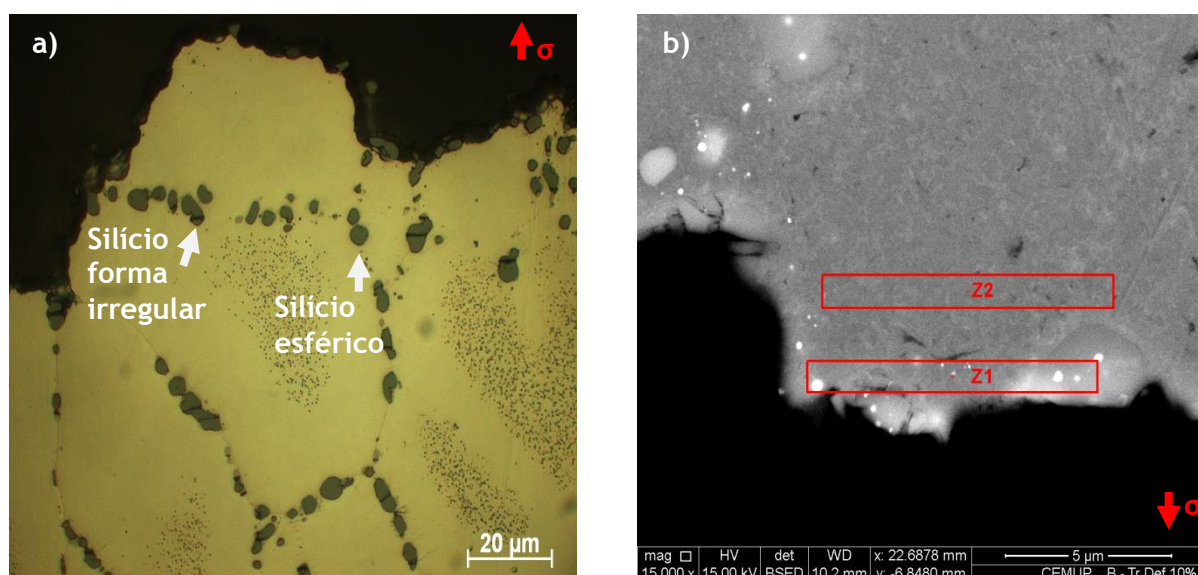


Fig. 33 - a) Amostra ZTr10_01, fractura ocorre de modo intergranular, 0,5%HF. b) Amostra ZTr10_01 observada em SEM.

Na figura 33a observa-se que mesmo próximo da zona de rotura as partículas preferenciais para fissurar são as menos esféricas, encontrando-se partículas esféricas de silício por fissurar.

Analisou-se posteriormente em SEM a amostra em duas zonas duas zonas como se observa na figura 33b e com microanálise na tabela XII. A zona de rotura do provete é mais rica em partículas de silício, o que sugere que a propagação das fissuras que culminou na rotura do provete ocorreu preferencialmente por estas zonas.

Tabela XII - Microanálise efectuada a amostra de tracção ZTr10_02 referente à figura 33b). Valores em %p.

	Al	Si	Mg	Cu	C	O
Z1	49,91	22,67	0,99	0,53	24,37	1,53
Z2	77,55	2,11	0,69	0,87	17,64	1,14

Embora a análise anterior seja válida seria necessário efectuar mais microanálises noutras zonas de rotura de forma a conseguir-se validar os dados mais fielmente.

A análise da superfície de rotura é de difícil caracterização devido ao número atómico do silício e alumínio serem próximos entre si. No entanto é visível, na figura 34, uma zona onde ocorre fissuração (Z10) e outra com uma estrutura fortemente deformada (Z2).

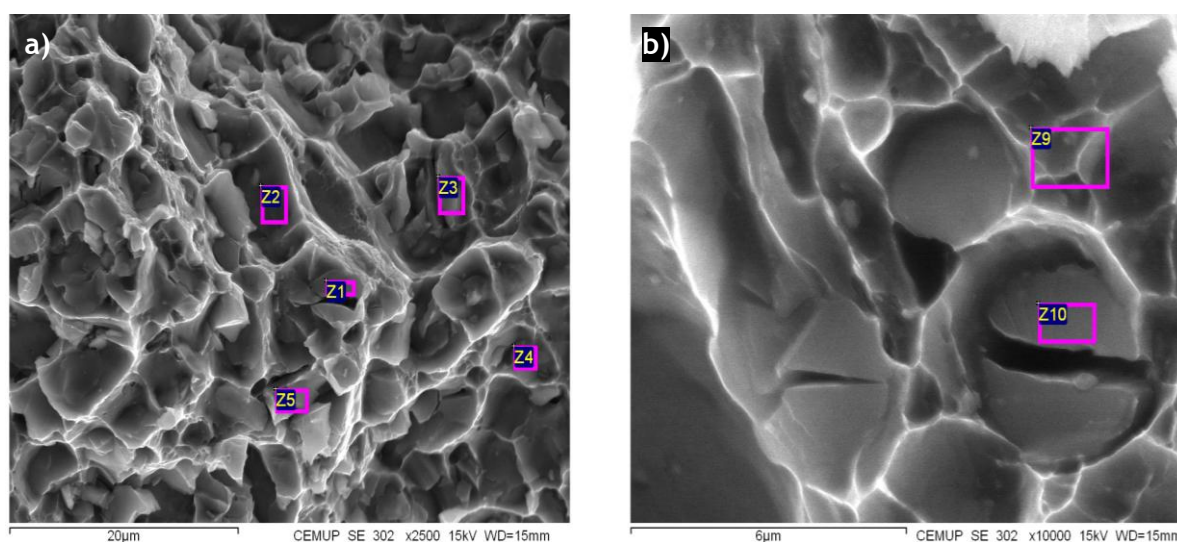


Fig. 34 - a) Superfície da amostra de tracção ZTr10_02. b) Ampliação de uma destas zonas.

A microanálise efectuada (tabela XIII) na superfície de fractura presente na figura 34 comprova que as partículas fissuradas são de silício; por sua vez a matriz deforma-se com a aplicação da força, não apresentando sinais de fissuração.

Analizando ainda a superfície de fractura da figura 34 parece não haver uma continuidade de fissuração das partículas de silício para a matriz, podendo indicar que após a fissuração das partículas de silício a fractura do material apenas ocorre quando a matriz atinge um encruamento máximo que não lhe permite deformar mais.

Tabela XIII - Microanálises efectuadas na amostra ZTr10_02 nas zonas demonstradas na figura 34. Valores em %p.

	Al	Si	Mg
Z1	28,43	71,57	
Z2	86,61	12,23	1,16
Z3	9,00	91,00	
Z4	61,10	38,23	0,60
Z5	22,34	77,66	
Z9	98,02	1,98	
Z10	69,90	30,10	

A razão de algumas partículas fissuradas apresentarem teores relativamente elevados de alumínio (por exemplo Z10), deve-se ao facto da microanálise não analisar apenas a

superfície mas também algumas camadas inferiores, estando esta distância dependente do número atómico da partícula. Como estamos a observar partículas fissuradas, naturalmente o seu teor apresenta algumas camadas abaixo da zona analisada.

O tipo de fractura intergranular até aqui analisada foi encontrado em grande parte das amostras estudadas no entanto noutras verificou-se outro tipo de propagação de fissura.

Nas duas amostras de fadiga, verificou-se que a propagação de microfissuras internas ocorreu de forma diferente, verificando-se que a zona de rotura é idêntica.

Na amostra FFad_01, figura 35a, a fractura interna ocorre por uma zona intergranular, de tal forma que mesmo sem ataque observa-se o delinear das fronteiras de grão. Já na amostra FFad_02, figura 35b, a amostra apresenta a propagação de fractura a partir de uma zona com microrechupe; a fractura parece ocorrer de forma transgranular.

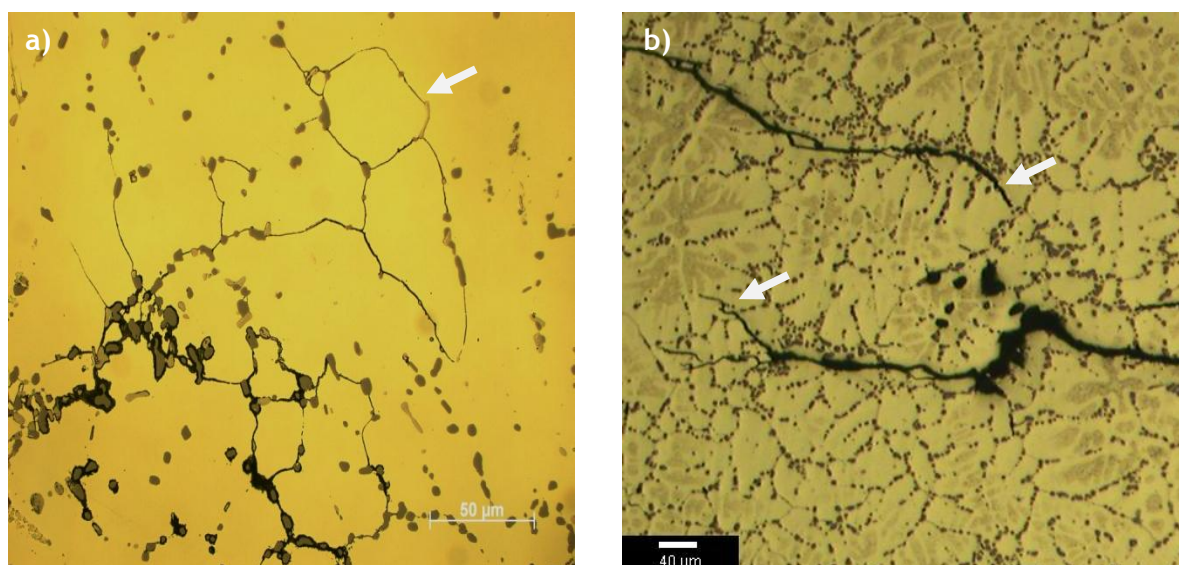


Fig. 35 - a) Amostra FFad_01, amostra com fractura intergranular, sem ataque.

b) FFad_02, amostra com fractura transgranular e presença de microrechupe, 0,5%HF.

Estas amostras, recorde-se, foram ensaiadas com cargas diferentes. Como tal, poderá sugerir-se que para tensões diferentes, a fractura poderá ocorrer de forma diferente.

Na amostra FFad_01 foi utilizada a tensão limite de fadiga indicada na bibliografia (90MPa) [4], ocorrendo a fractura de forma intergranular. Para tensões superiores ao limite de cedência, amostra FFad_02, verifica-se que a violência da carga imposta no material se demonstra na forma de fractura, ocorrendo de forma transgranular.

Na amostra FLam30_02 (figura 36a) é possível observar a existência de microrechupes assim como a propagação da fractura no material, observando-se que esta propagação ocorre na direcção destas.

Numa outra amostra de laminagem (FLam30_03), foi possível verificar a propagação da fractura ao longo de uma fronteira de grão (figura 36b); no entanto no topo da figura, indicado pela seta (A) verifica-se um prolongamento da fissura para o interior da matriz de alumínio. Nesta amostra ainda foi possível observar que a direcção da propagação da fractura é a direcção de laminagem (figura 36b-d).

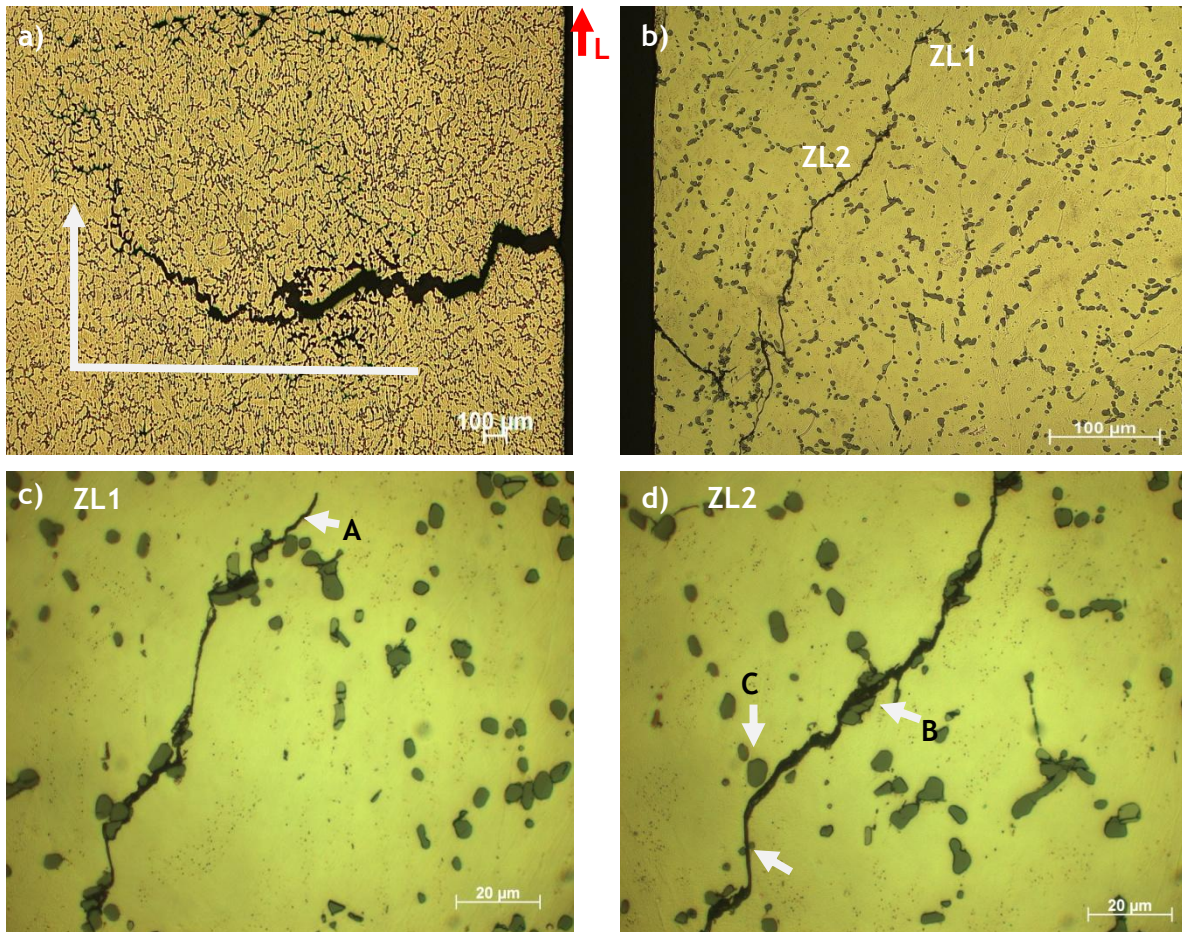


Fig. 36 - a) FLam30_02, amostra com microrechupe e microfissura, a seta acompanha a evolução da fissura ao longo do microrechupe. b) FLam30_03, fissura interna, propagação transgranular na direcção de laminagem. c) FLam30_03, ampliação da figura 36b, zona ZL1. d) FLam30_03, ampliação da figura 36b, zona ZL2.

Na amostra FLam30_03 (figura 31b-d) foi possível observar que a propagação da fissura ocorre preferencialmente nas partículas de segunda fase (B) rasgando a matriz; no entanto é possível observar que apenas as partículas com menor esfericidade participam desta propagação (B e C).

As amostras com 30% de deformação têm uma elevada tensão aplicada, como tal seguindo o mesmo princípio detectado na análise do provete de fadiga FFad_02; com uma elevada tensão aplicada o material cede de forma transgranular.

3.3.4 Evolução da dureza das amostras

As durezas das amostras foram realizadas segundo a norma E 92 - 82 [27] nos provetes de laminagem e tracção.

Como seria de esperar, o resultado de dureza obtido foi proporcional à taxa de encruamento da amostra, quer nos provetes de laminagem quer nos provetes de tracção.

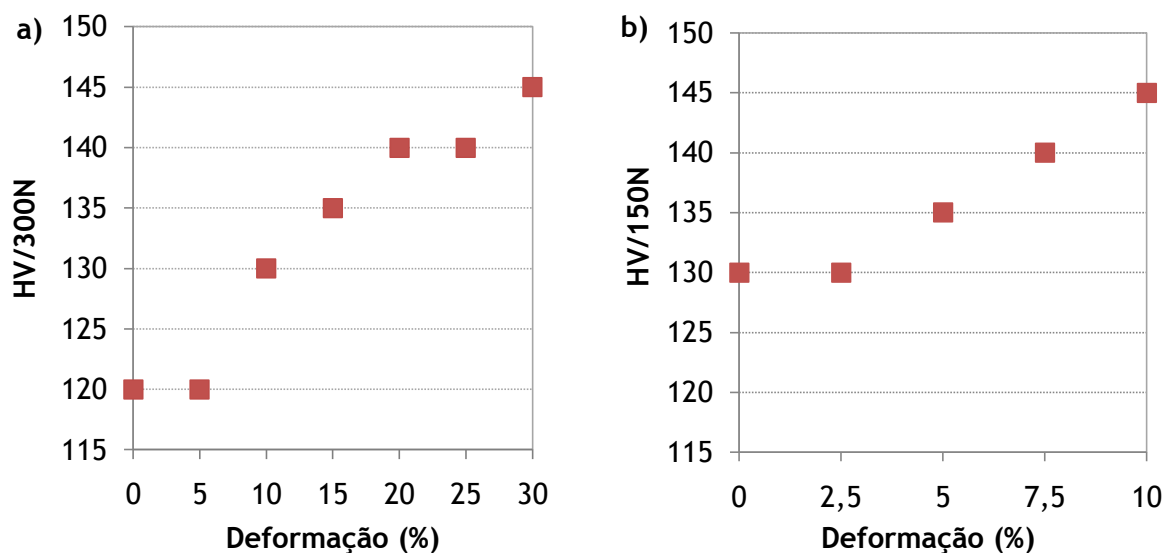


Fig. 37 - a) Macrodurezas efectuadas nos provetes de a) laminagem (FLam) e b) tracção (ZTr).

3.3.5 Análise quantitativa das partículas de segunda fase

A análise quantitativa das partículas de segunda fase foi realizada com o intuito de completar o estudo até aqui efectuado. Para uma análise mais completa, existe a necessidade de caracterizar parâmetros que não são possíveis ou que são muito difíceis de caracterizar através de observação microestrutural.

Na presente dissertação foram analisados quantitativamente alguns destes parâmetros, nomeadamente o factor de aspecto, a circularidade, área ocupada pelas partículas de segunda fase e área média de cada partícula.

O factor de aspecto permite caracterizar a regularidade da forma geométrica de uma partícula, sendo obtida a partir da fórmula:

$$\text{Factor de aspecto} = \frac{\text{Valor da maior dimensão da partícula}}{\text{Valor da dimensão a } 90^\circ \text{ da maior partícula}} \quad (2),$$

onde:

$$0 < \text{Factor de aspecto} < 1$$

Dimensão da partícula - μm

3.3.5.1 Factor de aspecto das partículas de segunda fase

Pretendeu-se verificar se com o aumento da deformação como poderia evoluir o factor de aspecto. Na figura 38 é apresentado o factor de aspecto das partículas nos provetes de tracção ZTr. A análise incidiu apenas sobre estes provetes porque as amostras provenientes das moldações de grafite e metálicas apresentavam partículas bastante irregulares (que poderiam influenciar a caracterização).

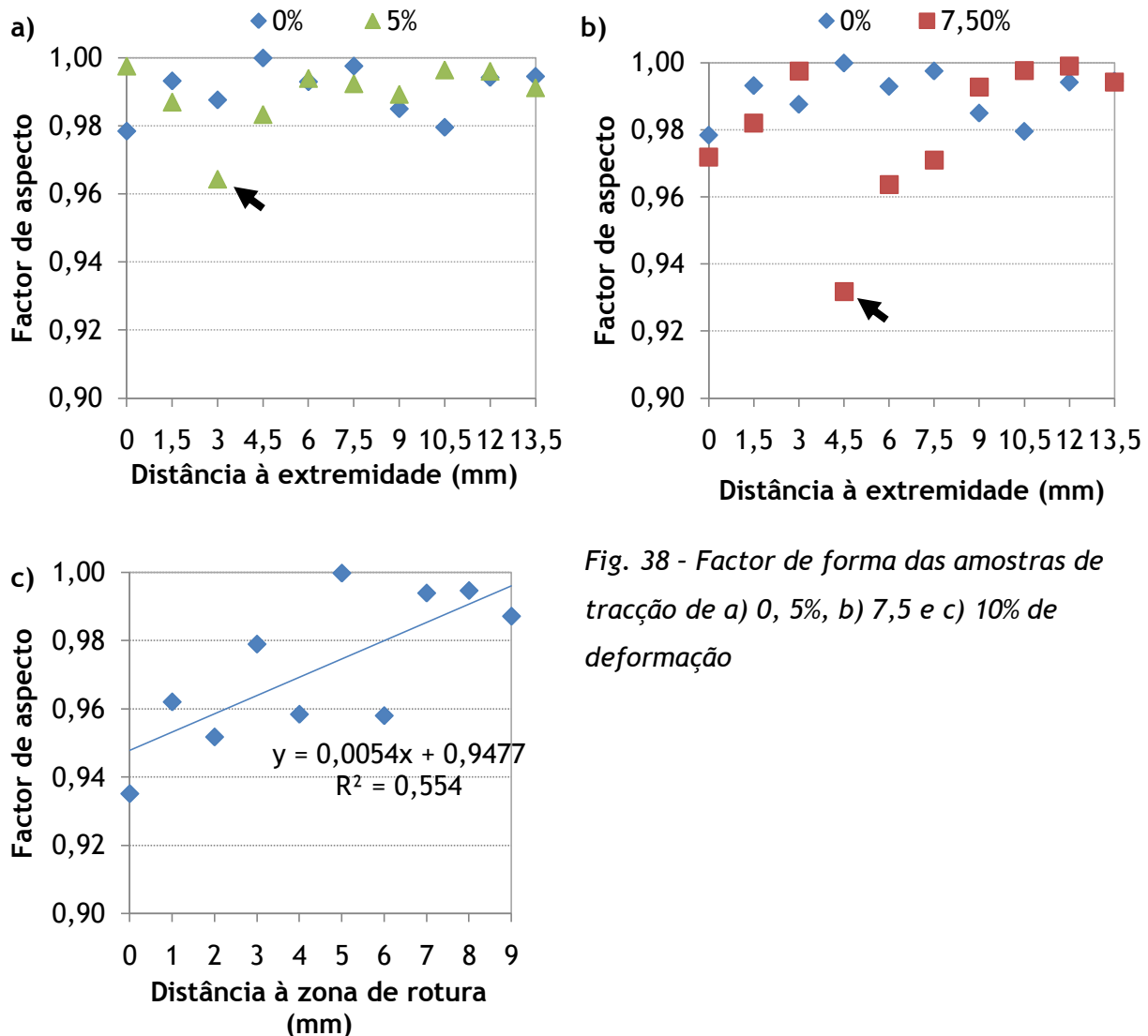


Fig. 38 - Factor de forma das amostras de tracção de a) 0, 5%, b) 7,5 e c) 10% de deformação

Ao longo do comprimento do provete sem deformação verifica-se que o factor de aspecto das partículas é constante e próximo de 1.

Analisando as deformações de 5 e 7,5% das figuras 38a e 38b é possível verificar que o factor de aspecto por quase todo o provete é semelhante ao factor de aspecto da amostra sem deformação, no entanto, à distância de 3 e 4,5 mm este diminui. O valor é menor para taxas de deformação maiores, atingindo 0,96 a 5% de deformação, 0,93 a 7,5%.

Na figura 38c é apresentado o factor de aspecto do provete de tracção que sofreu rotura e verifica-se, tal como nas amostras anteriores, que quanto mais afastado da zona de rotura o factor de aspecto aproxima-se de 1 e na zona de rotura existe um decréscimo para próximo dos 0,93.

Como tal pode-se sugerir que com o aumento da deformação, e consequentemente com o aumento do número de partículas fissuradas o factor de aspecto diminui na zona de rotura, no entanto seriam necessários mais estudos de forma a garantir este resultado.

O facto do software utilizado para análise (Image J) contabilizar algumas das partículas fissuradas como duas, poderá explicar estes resultados no entanto desta forma, analisando o factor de aspecto das etapas de deformação intermédias é possível prever qual será a zona que apresenta uma maior quantidade de partículas fissuradas.

3.3.5.2 Circularidade das partículas de segunda fase

A circularidade relaciona a área e o perímetro de uma partícula, onde a *fórmula 3* permite definir se estamos perante ou não de uma partícula circular.

Como verificado anteriormente, as partículas irregulares (com menor circularidade) mostraram ser locais preferenciais para a origem das fissuras, enquanto as mais regulares (com maior circularidade) suportavam a solicitação mecânica sem fissurarem.

$$Circularidade = \frac{4\pi A}{p^2} \quad (3),$$

onde:

0 < Circularidade < 1

A - Área partícula (μm^2)

p - Perímetro da partícula (μm)

Tabela XIV - Média de circularidade das amostras estudadas.

	Provetes FEUP		Provete Zollern & Comandita
	Moldação		Moldação
	Grafite	Metálica	Cera perdida
Média (µm)	0,80	0,79	0,85

Verifica-se assim que caso o processo produtivo permita, este parâmetro poderá ser um factor de melhoria, de forma a aumentar a resistência das partículas à fissuração.

3.3.5.3 Área ocupada pelas partículas de segunda fase

No provete de tracção com rotura foi estudada a fracção de área ocupada pelas partículas de segunda fase. Os valores retirados foram agrupados pela distância à zona de rotura. Esta análise serviu para verificar se existe alguma relação entre a rotura do provete de tracção com a fracção de área das partículas de segunda fase.

$$\%A_{particulas} = \frac{\sum A_{particulas}}{\text{Área total}} \times 100 \quad (4),$$

onde:

A - Área partícula (µm²)

Área total (µm²)

Para complementar o estudo, verificou-se a área ocupada por cada uma das partículas secundárias na matriz e desta forma concluir se ao longo de todo o provete existe variação no tamanho da partícula.

Os valores foram calculados através da divisão da média da fracção total ocupada pelas partículas de segunda fase pela média do número de partículas (*formula 5*).

$$A_{particula} = \frac{\frac{\sum A_{particulas}}{\text{Área total}}}{\text{Numero de particulas}} \quad (5)$$

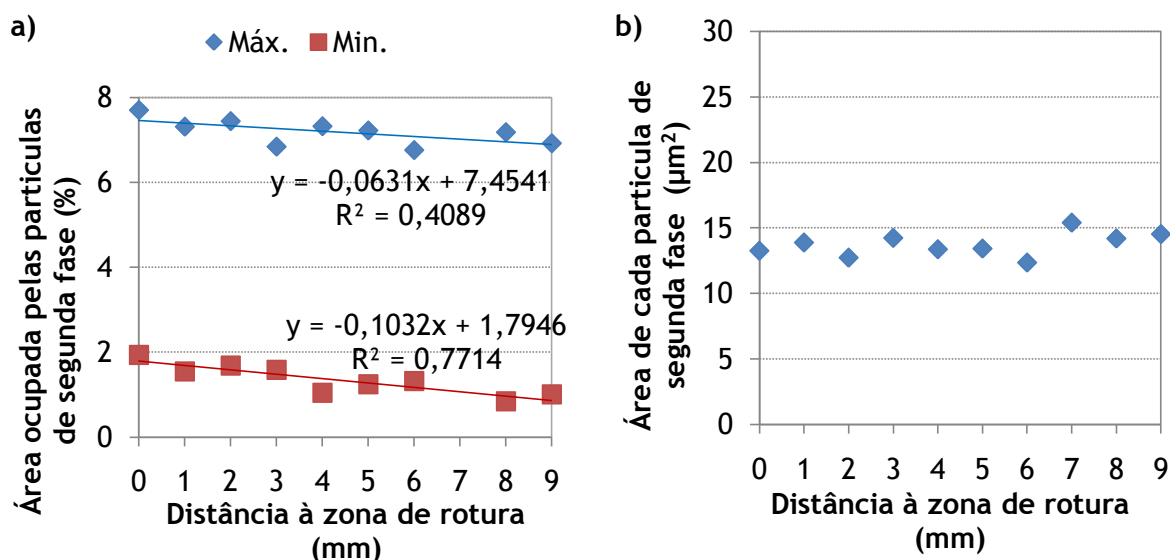


Fig. 39 - Provete ZTr10_01 a) Fracção de área ocupada pelas partículas de segunda fase.
b) Média da área de cada partícula secundária.

Na figura 39a é apresentada a fracção máxima e mínima de área ocupada por partículas de segunda fase, é possível observar que existe uma tendência para que a zona de rotura seja mais rica nestas partículas.

A figura 39b apresenta a média da área de cada uma das partículas de segunda fase, verifica-se que independentemente da distância, o parâmetro permanece constante podendo-se concluir que não exerce influência no processo de rotura.

Poderá assim sugerir-se que a rotura ocorreu nestes provetes por uma zona com maior quantidade em partículas de segunda fase.

3.3.6 Comportamento da matriz durante a deformação

Após analisar as partículas secundárias presentes na matriz, este subcapítulo indica qual o comportamento do grão ao longo da deformação.

É possível a observação do grão por diversas técnicas; neste trabalho foram usadas três, a saber, a técnica de luz polarizada, ataque para observação microscópica e ataque para observação macroscópica. A técnica de luz polarizada demonstrou ser bastante útil para observação do grão.

Das solicitações mecânicas apenas no processo de laminagem é visível o alongamento do grão na direcção de laminagem (figura 40).

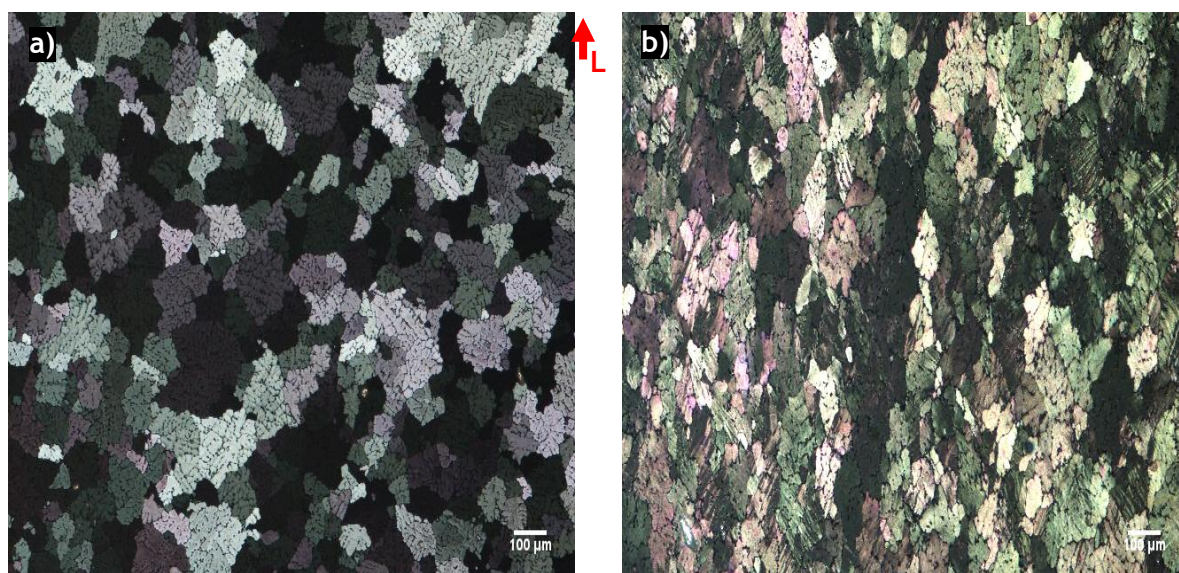


Fig. 40 - Provetes de laminagem de a) 0% e b) 30%. Observação utilizando a técnica de luz polarizada.

É apresentado de seguida a aplicação da mesma técnica nos provetes de tracção, não se conseguindo observar nenhuma deformação no grão evidente numa estrutura deformada a 10% (figura 41).

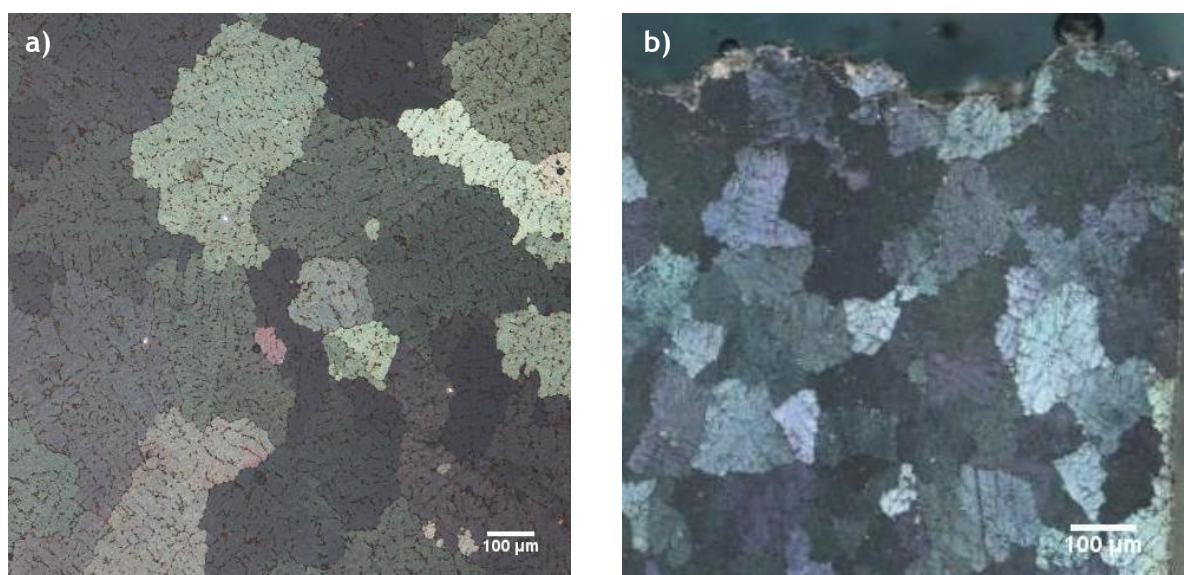


Fig. 41 - a) Amostra de tracção ZTr0 observada na técnica de luz polarizada. b) Amostra de tracção ZTr10_02 observada pela técnica de luz polarizada.

O reagente Keller demonstrou ser útil para verificar rapidamente a forma do grão, no entanto tem a desvantagem do contraste entre grãos ser menor do que se a análise fosse efectuada por luz polarizada.

Utilizando 0,5%HF e com ampliações baixas é possível observar o grão, no entanto o contraste entre grãos é baixo como observado na figura 42b. Nas amostras provenientes das solicitações, fadiga (42a) e choque, o grão aparenta ser homogêneo por toda a amostra.

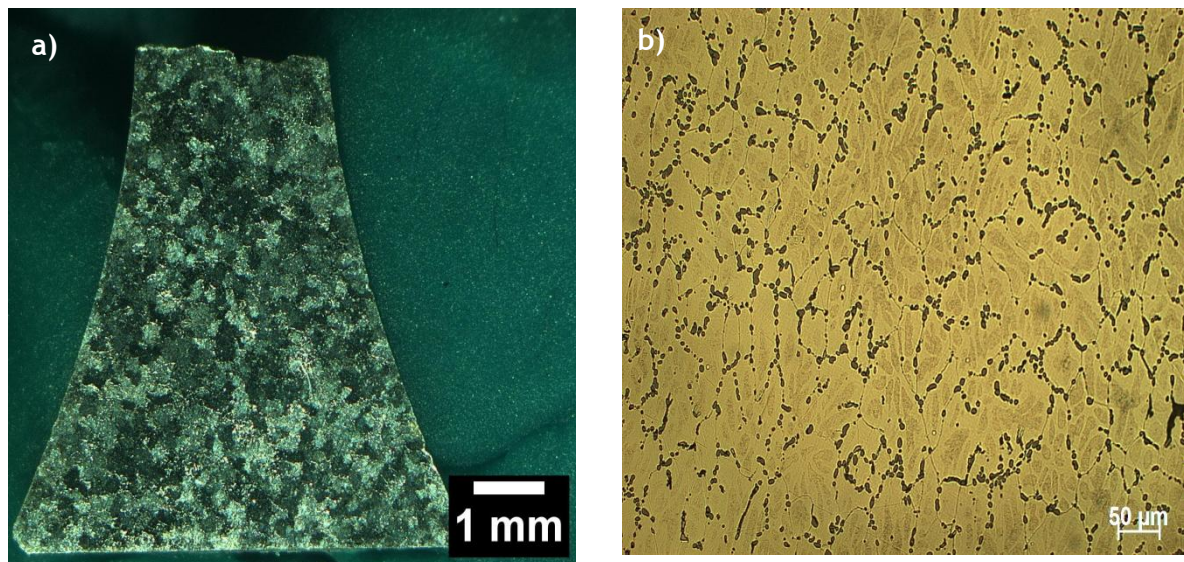


Fig. 42 - Amostra a) FFad_02, ataque Keller; b) FLam30, ataque 0,5%HF.

4. Conclusões

O presente trabalho teve como objectivo analisar a evolução microestrutural de uma liga de alumínio de fundição (A355-T6) sujeita a deformação plástica.

A fractura precoce de algumas amostras ocorreu devido à presença de defeitos, nomeadamente presença de microrechupe.

Durante a deformação as partículas de segunda fase fissuram, tendo sido observado esta fissuração logo para as primeiras etapas de deformação. A fissuração ocorre perpendicularmente ao eixo da tensão exercida, podendo a partícula fissurar até um máximo de 45° com a normal à força aplicada.

As fissuras ocorreram preferencialmente em compostos intermetálicos e em partículas de silício com menor esfericidade. As partículas com maior esfericidade apresentaram uma maior resistência à fissuração. A análise quantitativa e as microanálises permitiram afirmar que as fissuras ocorrem preferencialmente nestes constituintes.

A propagação da fractura ocorre na zona intergranular e a rotura vai ocorrer na zona onde existe uma maior área ocupada pelos constituintes de segunda fase. No entanto, caso seja aplicada tensões elevadas a propagação passa a ser transgranular. Durante este processo só se conseguiu observar deformação de grão nas amostras laminadas.

O controlo de crescimento dos compostos intermetálicos durante a solidificação permitiria uma maior resistência do material.

A análise do factor de aspecto poderá ser útil para identificar a zona por onde ocorrerá rotura, sendo necessários mais estudos desta variável de forma a garantir esta afirmação.

Bibliografia

- [1] European Aluminium Association, “Aluminium history” e “Statistics”, disponível em www.eaa.net/ Acesso a 25 de Outubro de 2009.
- [2] DAVIS, J. R.: *Aluminum and Aluminum alloys*, ASM International, 1993, pp 18 - 46.
- [3] KEARNEY A., ROOY E.: *Aluminum Foundry Products, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, volume 2, ASM Handbook, 1992, pp 484 - 568.
- [4] KAUFMAN J., Rooy E.: *Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications*, ASM International, 2004, pp 1 - 37, 47 - 54.
- [5] EMAMI A.: *Cyclic deformation behavior of a cast aluminum alloy*, Materials Science and Engineering A, 516, 2009, pp 31-41.
- [6] ZOLOTOREVSKY V.: *Casting Aluminum Alloys*, Elsevier Ltd., 2007, pp 2 - 20.
- [7] WARMUZEK M.: Metallographic Techniques for Aluminum and Its Alloys, *Metallography and Microstructures*, volume 9, ASM Handbook, 2004, p. 711-751.
- [8] LADOS D.: *Fatigue crack growth mechanisms at the microstructure scale in Al-Si-Mg cast alloys: Mechanisms in the near-threshold regime*, Acta Materialia 54, 2006, pp 1475-1486.
- [9] POLMEAR Y.: *Cast aluminium alloys*, Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals, 4th edition, 2006, pp 205 - 237.
- [10] TOTTEEN G.: *Castings*, Handbook of Aluminum, Volume 1 - Physical Metallurgy and Processes, Mark Dekker AG, 2003, pp 591-642.
- [11] MAITE B.: *Efecto de los tratamientos térmicos en las aleaciones Aluminio-Silicio*, Tesis Estudio de la Conformación de Componentes Aluminio-Silicio en Estado Semisólido, UPC, 2005.
- [12] ASTM B 26/ B26M (2003), Standard Specification for Aluminum-Alloy Sand Castings, ASTM International.
- [13] ASTM B108 (2003a), Standard Specification for Aluminum-Alloy Permanent Mold Casting, ASTM International.
- [14] HERTZBERG R.: *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, 4th edition, John Wiley & Sons, Inc, 1996, pp 405 - 470.
- [15] LIU A.: *Mechanics and Mechanisms of Fracture: An Introduction*, ASM International, 2005, pp 47 - 102.
- [16] MCMAHON C.: *Fundamental Phenomena in the Materials Sciences, Volume 4*, 1967, p 247.

- [17] SAMUEL A.: A Metallographic Study of Porosity and Fracture Behavior in Relation to the Tensile Properties in 319.2 End Chill Castings, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 26A, 1995, pp 1995 - 2359.
- [18] YI. J., GAO Y.: *Scatter in fatigue life due to Effects of Porosity in Cast A356-T6 Aluminum-Silicon Alloys*, Metallurgical and Materials Transactions A, volume 34A, 2003, pp 1879 - 1890.
- [19] MOFFAT A., MELLOR B.: *Microstructural analysis of fatigue initiation in Al-Si casting alloys*, Materials Science Forum, Vols. 519-521, 2006, pp 1083-1088.
- [20] YI. J., GAO Y.: *Effect of Fe-content on fatigue crack initiation and propagation in a cast aluminum-silicon alloy (A356-T6)*, Materials Science and Engineering A, 386, 2004, pp 396-407.
- [21] KIM S., HAN S.: *Effects of solidification structure on fatigue crack growth in rheocast and thixocast Al-Si-Mg alloys*, Science Direct, Materials Letters 58, 2003, pp 257 - 261.
- [22] Han S., KUMAI S.: *Effects of solidification structure on short fatigue crack growth in Al - 7%Si-0,4%Mg alloy castings*, Materials Science and Engineering A332, 2002, pp 53-63.
- [23] ASTM E-08 (2004), Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International.
- [24] ASTM E 606 - 92 (1998), Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing, ASTM International.
- [25] ASHBY M.: A.2 - Moments of Section, Materials Selection in Mechanical Design, 3th Ed., Elsevier, 2005, pp 477 - 481.
- [26] ASTM E 407 (1999), Standard Practice for Microetching Metals and Alloys, ASTM International.
- [27] ASTM E-384 (1999), Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials, ASTM International.