

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais



Universidade do Porto
Faculdade de Engenharia
FEUP



Envelhecimento da Liga Cu-9Ni-6Sn

Relatório de Estágio realizado por:

António Pinto

Orientado por:

Filomena Viana (FEUP)

João Paulo Mouta Dias (IPN)

Julho 2002

669(047.3)
LEMM 2001/PINa



Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais



Universidade do Porto
Faculdade de Engenharia
FEUP



Envelhecimento da Liga Cu-9Ni-6Sn

Relatório de Estágio realizado por:

António Pinto

-Orientado por:

Filomena Viana (FEUP)

João Paulo Mouta Dias (IPN)

Julho 2002



UNIÃO EUROPEIA
Fundo Social Europeu

pródep III

Para Educação

Universidade do Porto Faculdade de Engenharia

Faculdade de Engenharia
Biblioteca

Envolvimento da Liga Cu-UM-2m

669(047.3)/LEMM 2004/PRMA

Universidade do Porto	
Faculdade de Engenharia	
Biblioteca	
Nº	912130
CDU	69(047.3)
Data	14/08/2007



Agradecimentos

À Professora Filomena Viana por toda a sua disponibilidade e simpatia.

Ao Engenheiro João Paulo Mouta Dias e a todo o pessoal do Laboratório de Ensaios, Desgaste e Materiais do Instituto Pedro Nunes.

À minha mãe e a todos os meus amigos.



Índice

1. Objectivo	1
2. Introdução	2
3. Trabalho experimental.....	5
3.1 Preparação das amostras para posterior tratamento térmico.....	5
3.2 Realização dos tratamentos térmicos.....	5
3.3 Ensaios de dureza.	6
3.4 Preparação das amostras para a realização da difracção de raios-x.	7
3.5 Difracção de raios-x.	7
3.6 Preparação das amostras para microscopia electrónica de transmissão.	9
3.7 Microscopia electrónica de transmissão.	10
4. Apresentação e discussão dos resultados	11
4.1 Curvas de endurecimento.....	11
4.2 Difracção de raios-x.	12
4.3 Microscopia electrónica de transmissão.	22
5. Conclusões.....	23
6. Bibliografia	24
7. Anexos.....	25



1. Objectivo

Este trabalho de estágio teve por base o estudo do endurecimento por decomposição spinodal da liga Cu-9Ni-6Sn.

Para concretizar este objectivo foram efectuados vários ciclos de envelhecimento a diferentes temperaturas. Sobre as amostras envelhecidas, foram realizados ensaios de dureza, ensaios de difracção de raios-x e observação em microscopia electrónica de transmissão, servindo como base para estabelecer uma relação entre o endurecimento da liga e a sua microestrutura.

2. Introdução

As ligas do sistema CuNiSn permitem ser endurecidas através de um tratamento térmico de envelhecimento. Este tratamento térmico envolve uma solubilização na região monofásica, o tempo suficiente para dissolver todas as partículas de precipitado, formando uma solução sólida desordenada com estrutura cfc, fase α . O arrefecimento rápido até a temperatura ambiente previne a formação de precipitados de equilíbrio produzindo uma solução sólida sobressaturada. Com um estágio a uma temperatura no seio do campo bifásico, temperatura de envelhecimento, a solução sólida transforma-se provocando o endurecimento [1]. As gamas de temperaturas de solubilização e de envelhecimento da liga Cu-9Ni-6Sn estão indicadas no diagrama representado na figura 1. A liga é solubilizada entre os 800 °C e os 900 °C, seguidamente é rapidamente arrefecida até à temperatura ambiente. Os tratamentos térmicos de envelhecimento são usualmente efectuados entre os 300 °C e os 450 °C.

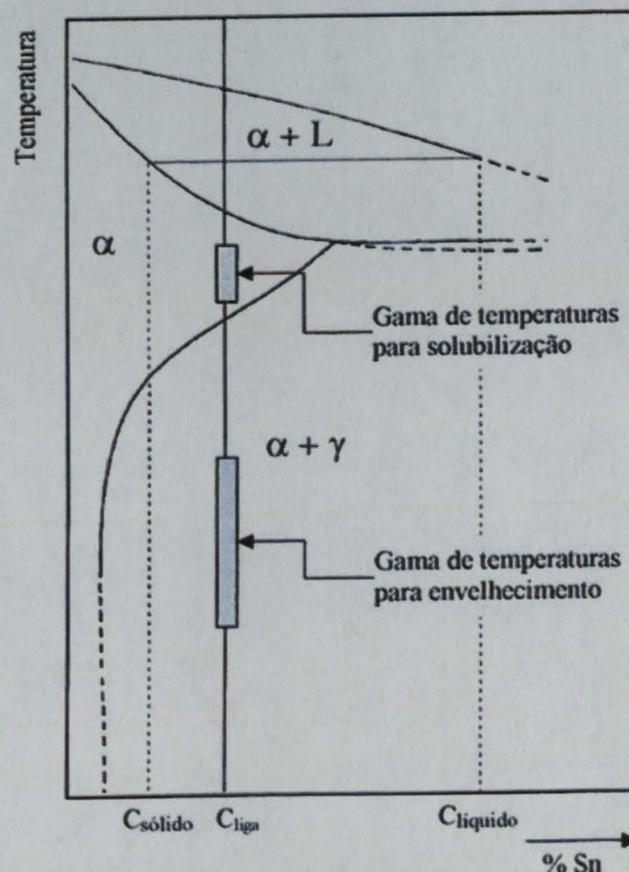


Figura 1 – Diagrama de fase pseudo-binário da liga Cu-Ni-Sn para um teor fixo em Ni [2]

Nas ligas Cu-Ni-Sn tratáveis termicamente, a solução sólida, após solubilização e arrefecimento rápido, decompõem-se durante o tratamento térmico de envelhecimento em regiões ricas e pobres em estanho. Esta transformação, designada decomposição spinodal, inicia-se com a formação de pequenas flutuações da composição que se vão intensificando com o tempo: as zonas ricas em estanho vão tornar-se mais ricas ao mesmo tempo que as zonas pobres vão empobrecendo cada vez mais; as variações da composição têm uma forma sinusoidal que, à medida que a transformação progride, vai-se tornando quadrática [3, 4, 5, 6].

Com a continuação do envelhecimento, ocorre a formação de uma fase metaestável, fase γ' com estrutura $D0_{22}$ (vide figura 2), possuindo a mesma composição da fase estável, fase γ com estrutura $D0_3$ (vide figura 3), $(Cu_xNi_{(1-x)})_3Sn$ [3].

Kim *et al.* defendem que a formação desta fase provoca o endurecimento máximo da liga [3].

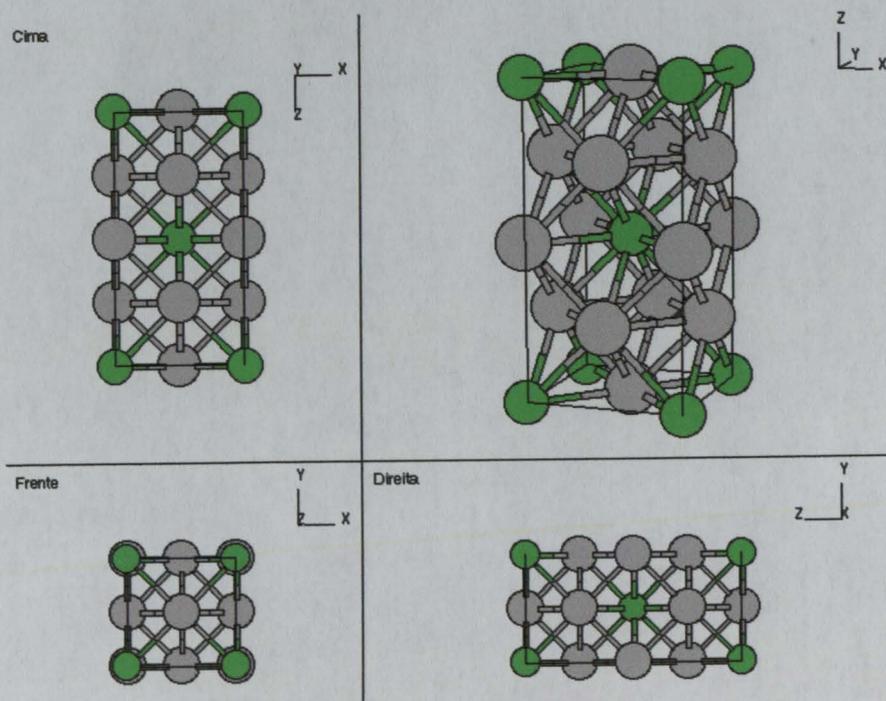


Figura 2 – Estrutura $D0_{22}$ [7]

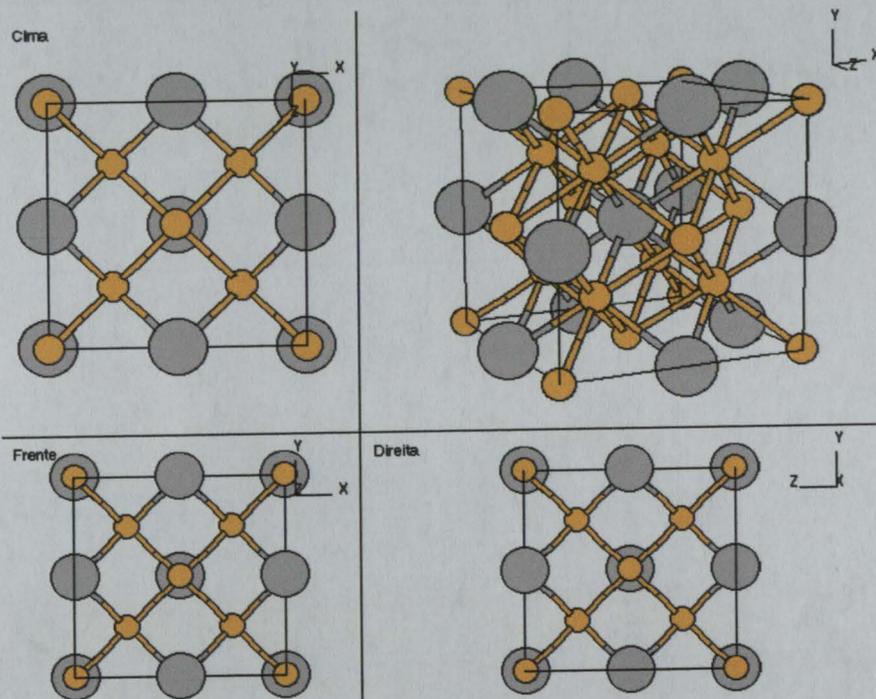


Figura 3 – Estrutura $D0_3$ [8]

Para tempos de envelhecimento longos, ocorre a formação da fase de equilíbrio, fase γ , sob a forma de células compostas por lamelas alternadas de α e γ . A formação desta fase provoca o sobreenvelhecimento da liga [3].



3. Trabalho experimental

3.1 Preparação das amostras para posterior tratamento térmico.

As amostras utilizadas para a realização dos tratamentos de envelhecimento foram retiradas de uma barra produzida pela empresa *UDDEHOLM* com distribuição em Portugal pela empresa *F RAMADA Aços e Industrias S.A.*. O material é uma liga Cu-9Ni-6Sn com a designação comercial de *MOLDMAX XL*. As amostras foram retiradas da barra utilizando o corte por disco abrasivo com arrefecimento. As amostras retiradas tinham a forma de cubos com aproximadamente 8 milímetros de lado, tendo as suas faces sido identificadas. Numa primeira fase, as faces onde se efectuaram durezas foram polidas, utilizando para tal lixas de polimento e, seguidamente, realizaram-se os tratamentos térmicos

3.2 Realização dos tratamentos térmicos.

Recozimento

O recozimento realizou-se num forno eléctrico vertical (tubular) sob fluxo de argon.

O ciclo térmico consistiu:

i) aquecimento desde os 20 °C até 825 °C à velocidade de 10 °C/minuto; ii) estágio a 825 °C durante 30 minutos; iii) arrefecimento desde os 825 °C à velocidade de 10 °C/hora (o argon foi desligado aos 310 °C).

Solubilização

Os tratamentos térmicos de solubilização foram realizados num forno de mufla eléctrico.

As amostras foram colocadas no forno à temperatura de 810 °C e, após um estágio de 30 minutos foram arrefecidas em água a uma temperatura de 5 °C.

Envelhecimento

Os tratamentos térmicos de envelhecimento foram realizados no forno de sais às temperaturas de 300, 350, 400 e 450 °C.

Os tempos de tratamento variaram entre 5 e 10240 minutos, seguindo uma progressão geométrica.

Depois de retiradas do banho de sais, as amostras foram arrefecidas em água.

3.3 Ensaios de dureza.

O método utilizado nos ensaios de dureza foi método Vickers sob baixa carga, sendo este expresso pela seguinte equação;

$$HV = 1854 \frac{P(g)}{d^2 (\mu m)}$$

onde d representa o comprimento médio das diagonais e P a carga utilizada, que correspondeu a 100 gramas.

A tarefa de medição das diagonais resultantes do ensaio Vickers foi realizada mediante o uso de um microscópio óptico acoplado a um sistema de aquisição de imagem denominado *Paqi*, cujo se apresenta na figura 4.



Figura 4 – Ambiente de trabalho do software Paqi

Foi realizada uma indentação em cada amostra para medir a dureza no estado solubilizado e seis indentações para medir a dureza após os tratamentos de envelhecimento. De notar que a dureza da amostra solubilizada já tinha sido previamente determinada, pelo que a medição realizada sobre estas amostras só foi utilizada como controlo do tratamento.

3.4 Preparação das amostras para a realização da difracção de raios-x.

Para a realização dos ensaios de difracção de raios-x foram polidas as faces das amostras de modo a que estas preenchessem os requisitos necessários para a realização deste ensaio.

Posteriormente, devido a problemas relacionados com a orientação cristalográfica preferencial das amostras maciças, foi retirada limalha de algumas para ser analisada em difracção de raios-x.

3.5 Difracção de raios-x.

Quando uma substância cristalina é sujeita a um feixe de ondas de raios-x, incidindo segundo um ângulo θ , os diferentes planos ou camadas de átomos dos cristais reflectem parte da radiação, sendo o ângulo de reflexão igual ao ângulo de incidência. As ondas reflectidas pelos diferentes planos cristalinos que estão em fase, isto é, que maximizam a intensidade da radiação reflectida, satisfazem a lei de Bragg, apresentada na figura 5.

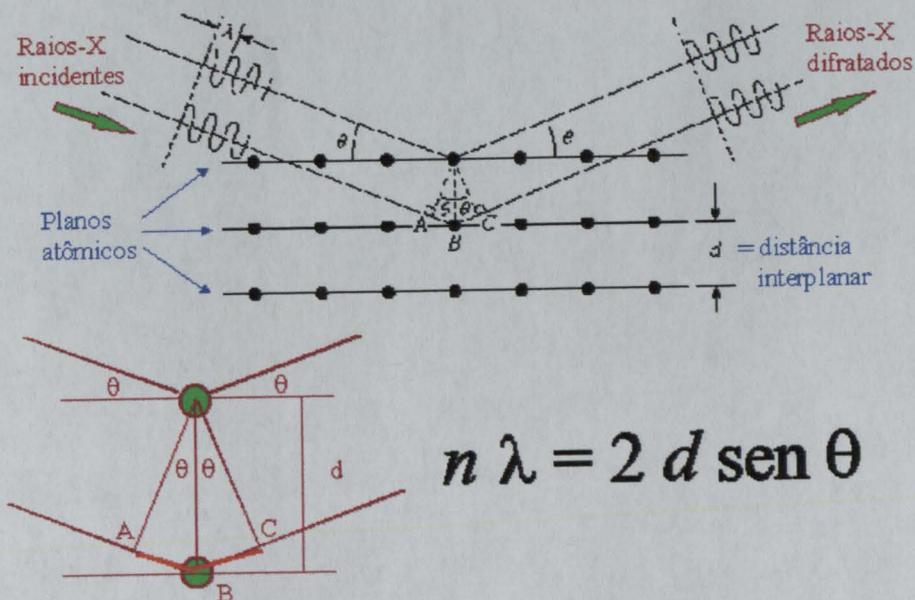


Figura 5 – Lei de Bragg [9]

Na equação apresentada, n é um número inteiro, dito ordem de refração, λ o comprimento de onda da radiação e d a distância entre os planos cristalográficos a difractar segundo o ângulo θ . Assim, submetendo-se uma amostra cristalina a raios-x de um determinado comprimento de onda e traçando um gráfico, chamado difractograma, com a intensidade da radiação difractada em função do ângulo de espalhamento 2θ obtém-se, através dos máximos de

difracção, um conjunto de distâncias entre planos cristalinos, as quais são características das substâncias. Por comparação desses valores com os tabelados, é possível identificar as substâncias cristalinas presentes na amostra.

Para a aquisição dos difractogramas foi utilizado o equipamento *Philips PW 3040/00 X'Pert*, representado na figura 6. O difractómetro utiliza radiação de cobalto $K\alpha$ com comprimento de onda $\lambda = 1.78897 \text{ \AA}$. O difractómetro funciona com uma tensão de 40 KeV e uma intensidade de corrente de 35 mA.



Figura 6 – Fotografia que ilustra o difractómetro Philips PW 3040/00 X'Pert [10]

Na tentativa de identificação das fases presentes nas amostras que foram submetidas à difracção de raios-x, os resultados obtidos foram comparados com a base de dados do Centro Internacional para Dados de Difracção, I.C.D.D.[11]. As fichas de referência I.C.D.D. são apresentadas em anexo.

A segunda parte do trabalho realizado na área da difracção de raios-x consistiu na tentativa de caracterização da modulação da decomposição spinodal.

Durante a decomposição spinodal ocorre a formação de uma modulação da composição que leva a periodicidades adicionais no factor de dispersão dos raios-x e no parâmetro de malha. Estas periodicidades levam ao aparecimento de bandas laterais (*vide figura 7*) nos picos de Bragg. Daniel e Lipson [12] analisaram o problema e mostraram que o comprimento de onda da modelação pode ser relacionado com o $\Delta\theta$, a distancia angular entre a banda lateral e o pico de Bragg, através da seguinte formula:

$$\lambda = \frac{ha_0 \tan \theta_B}{\Delta \theta (h^2 + k^2 + l^2)}$$

Os índices hkl são os índices de Miller do pico de Bragg, neste caso é estudado o pico 200 por ser o pico que tem a melhor combinação de intensidade e resolução das bandas laterais, θ_B é o ângulo de Bragg e a_0 é o parâmetro de malha correspondente a uma liga homogénea de composição média C_0 [12, 13].

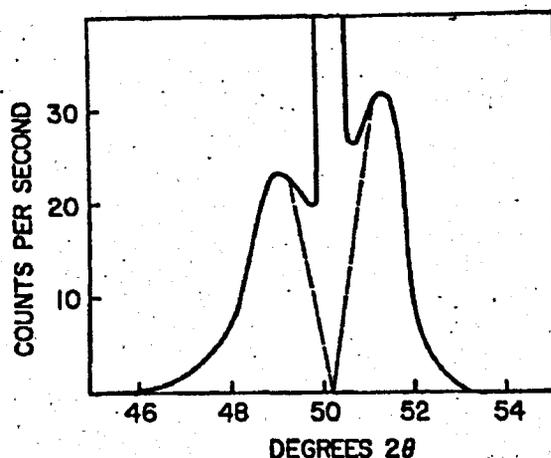


Figura 7 – Aspecto tipo das bandas laterais adjacentes ao picos de Bragg [12]

3.6 Preparação das amostras para microscopia electrónica de transmissão.

Foram retiradas amostras do material no estado inicial (fornecido pela empresa *F RAMADA Aços e Industrias S.A.*), recozido, solubilizado e envelhecido para a preparação de lâminas finas para observação em microscopia electrónica de transmissão. Estas amostras foram cortadas com uma espessura de aproximadamente 2 milímetros.

As amostras foram depois polidas até espessura menor ou igual a 0,1 milímetro, sendo depois cortados discos de 3 milímetros de diâmetro com um punção. Os discos foram sujeitos a um polimento electrolítico com jacto duplo com a finalidade de diminuir a sua espessura e, por polimento, obter um furo muito pequeno no centro destes. Foi utilizada uma solução de HPO_3 55% - H_2SO_4 10% - H_2O 35% à temperatura de 0 °C para o polimento electrolítico, sendo a voltagem utilizada de 6V. O polimento electrolítico foi realizado no equipamento Struers Tenupol-3, representado na figura 8.



Figura 8 – Fotografia que ilustra o equipamento de polimento electrolítico

A solução escolhida para o polimento electrolítico não foi a melhor porque atacou as amostras. Sendo assim, não foi possível observar correctamente a microestrutura no microscópio electrónico de transmissão.

3.7 Microscopia electrónica de transmissão.

A microscopia electrónica de transmissão foi um meio para obter imagens microestruturais e SADPs (padrões de difracção de área seleccionada) das amostras.

Para a obtenção das imagens e SADPs foi utilizado um microscópio electrónico de transmissão Hitachi H9000, apresentado na figura 9.



Figura 9 – Fotografia que ilustra o TEM Hitachi H9000 [14]

4. Apresentação e discussão dos resultados

4.1 Curvas de endurecimento.

O endurecimento das amostras durante os tratamentos térmicos de envelhecimento está representado na figura 10.

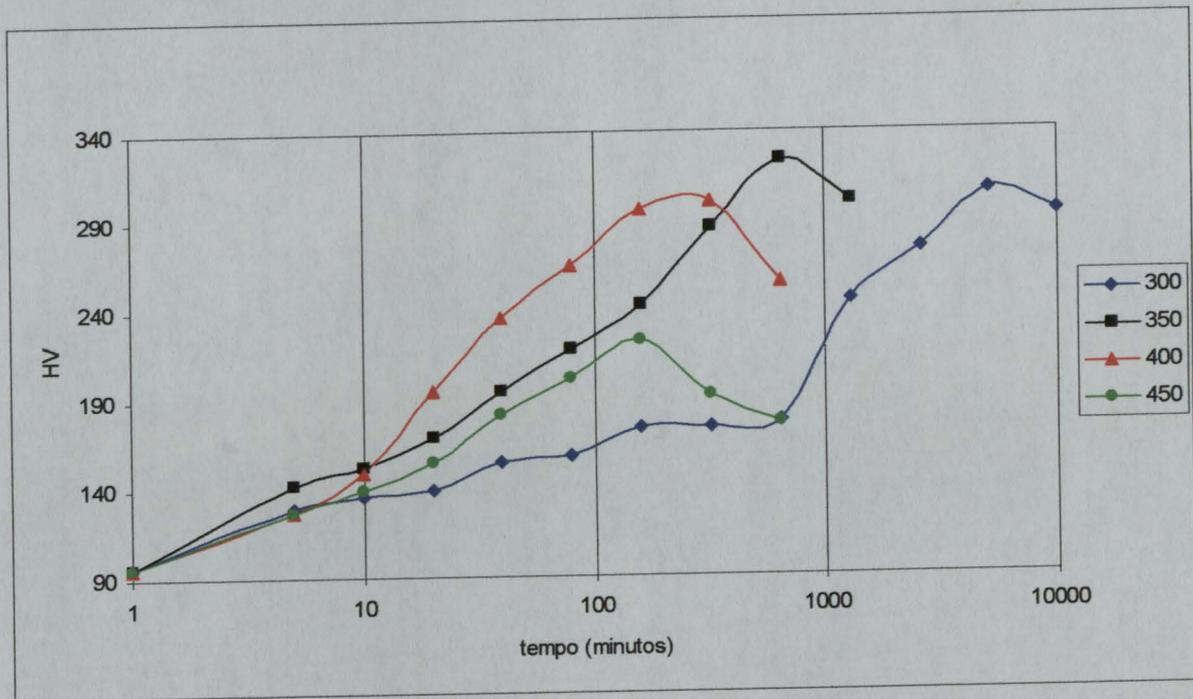


Figura 10 – Curvas de endurecimento a várias temperaturas de envelhecimento

O traçado das curvas de endurecimento corresponde ao esperado, ocorrendo um aumento da dureza até atingir um pico, seguindo-se uma diminuição correspondente ao sobreenvelhecimento. Exceptuando a 300 °C, a menores temperaturas de envelhecimento o pico de dureza é mais elevado mas é mais lenta a cinética de endurecimento. Na tabela 1 é apresentada a dureza máxima atingida e o tempo que levou a atingir esse valor em cada ciclo de envelhecimento.

Tabela 1 – Valores das durezas máximas atingidas em função do tempo e temperatura

Temperatura (°C)	Dureza máxima (HV)	Tempo (horas)
300	306	85,3
350	323	10,6
400	300	5,3
450	223	2,6

A 300 °C é possível apontar duas velocidades de endurecimento distintas, há uma variação da velocidade de endurecimento a partir dos 640 minutos. A 350 °C há uma variação da velocidade de endurecimento a partir dos 160 minutos. Estas variações na velocidade de endurecimento tinham sido previamente observadas durante o trabalho de seminário no capítulo sobre a influência do ciclo térmico nas propriedades mecânicas das ligas Cu-Ni-Sn. A 400 °C e a 450 °C não se nota um aumento da velocidade de endurecimento.

4.2 Difracção de raios-x.

Foram realizados vários ensaios de difracção a diferentes faces de uma amostra no estado de fornecimento, que se apresentam na figura 12. Esta análise consistiu num varrimento entre 20° e 120° (2 θ), com passo de 0,025° (2 θ) e tempo de aquisição por passo de 0,5 segundos. Os três primeiros gráficos correspondem a três diferentes faces da amostra, o quarto corresponde à terceira face rodada 90° (*vide figura 11*).

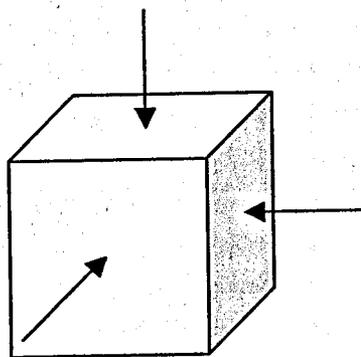


Figura 11 – Representação da amostra e identificação das faces

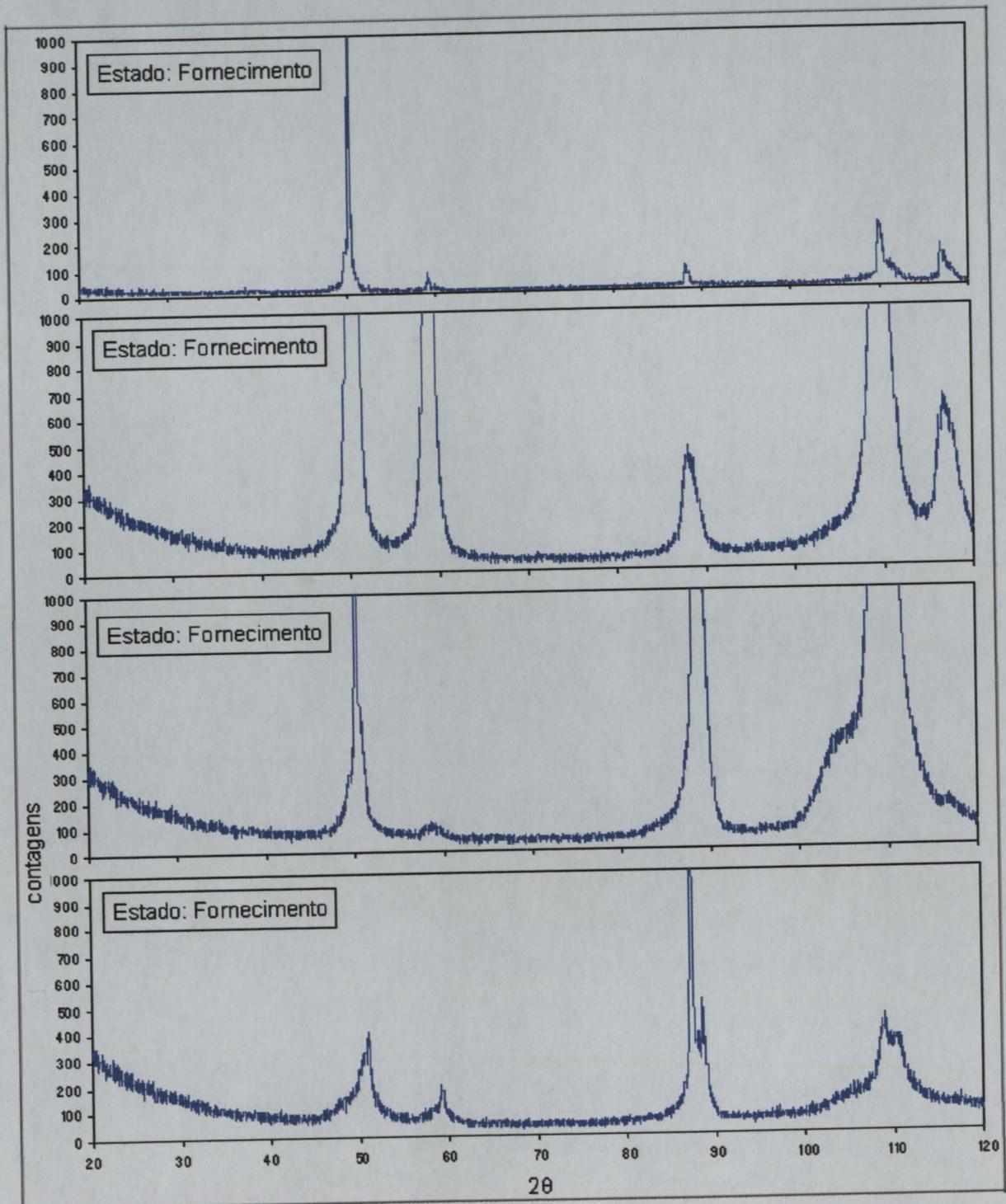


Figura 12 – Difractogramas de raios-x de várias faces de uma amostra no estado de fornecimento

Na tentativa de indexação dos picos, os resultados da difracção foram comparados com a base de dados do I.C.D.D.. As fichas de referência utilizadas foram as correspondentes aos elementos químicos do sistema Cu-Ni-Sn e seus compostos. A indexação automática dos



picos não foi conclusiva. A ficha de referência que mais se assemelha aos valores obtidos nos difractogramas é a do cobre apesar da diferença na intensidade dos picos.

A diferença de intensidade dos picos de difracção de face para face da mesma amostra leva a crer que este material tem uma orientação cristalográfica preferencial. A orientação preferencial dos cristais conduz a um realce da difracção de determinados planos em prejuízo dos restantes. Outra razão que leva a esta diferença de intensidades é o facto de este material ter um tamanho de grão grande, sendo o tamanho de grão médio de 298 μm . A presença de grãos deste tamanho faz com que, durante o varrimento da superfície da amostra, sejam analisados poucos grãos.

Na tabela 2 é apresentada a listagem de picos do segundo gráfico, respectivas distâncias entre planos cristalográficos e a indexação dos picos.

Tabela 2– Listagem de picos, respectivas distâncias entre planos cristalográficos e indexação dos picos

2θ	d	α
50,1875	2,109134	111
59,0625	1,814746	200
87,9875	1,287807	220
109,312	1,096594	311
116,562	1,051547	222

A indexação dos picos foi efectuada recorrendo à ficha de referência do cobre apresentada em anexo. A solução sólida desordenada com estrutura cfc, fase α , apresenta a mesma estrutura que a do cobre. A diferença nos valores das distâncias, entre os planos cristalográficos, entre a solução sólida desordenada com estrutura cfc (fase α) e o cobre deve-se à presença átomos de níquel e estanho na fase α e, sendo o raio atómico do estanho, maior que o dos outros dois elementos, interfere na análise de difracção.

A figura 13 representa a análise efectuada a uma amostra solubilizada, com um tratamento térmico a uma temperatura de 650 $^{\circ}\text{C}$ durante 30 minutos, passando para um outro forno onde sofre um estágio de 30 minutos a 900 $^{\circ}\text{C}$. A análise consistiu num varrimento de 20 $^{\circ}$ a 120 $^{\circ}$ (2θ), com passo de 0,025 $^{\circ}$ (2θ) e tempo de aquisição por passo de 0,5 segundos.

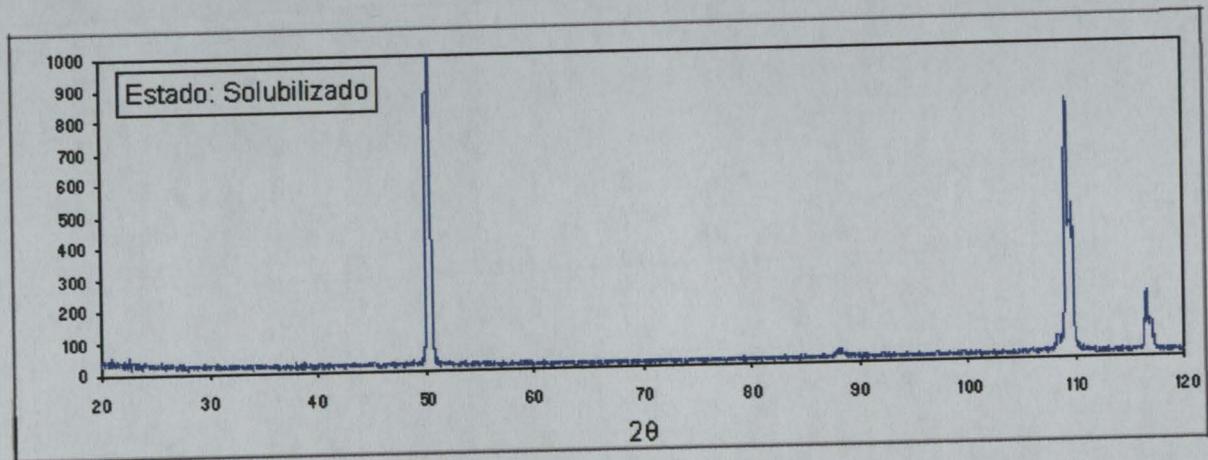


Figura 13 – Difractograma de raios-x da amostras no estado solubilizado

Na tabela 3 é apresentada a listagem de picos de difracção, respectivas distâncias entre planos cristalográficos e indexação dos picos referentes à amostra no estado solubilizado.

Tabela 3– Listagem de picos, respectivas distâncias entre planos cristalográficos e indexação dos picos

2θ	d	α
50,3625	2,102281	111
59,8125	1,794057	200
88,1375	1,286065	220
109,363	1,096248	311
116,688	1,050834	222

Novamente, verifica-se que as intensidades relativas dos picos estão em completo desacordo com a da ficha do cobre.

A indexação dos picos foi efectuada recorrendo à ficha de referência do cobre.

Na figura 14 está representado o difractograma de uma amostra no estado recozido. A análise consistiu num varrimento de 20° a 120° (2θ), com passo de 0,025° (2θ) e tempo de aquisição por passo de 0,5 segundos.

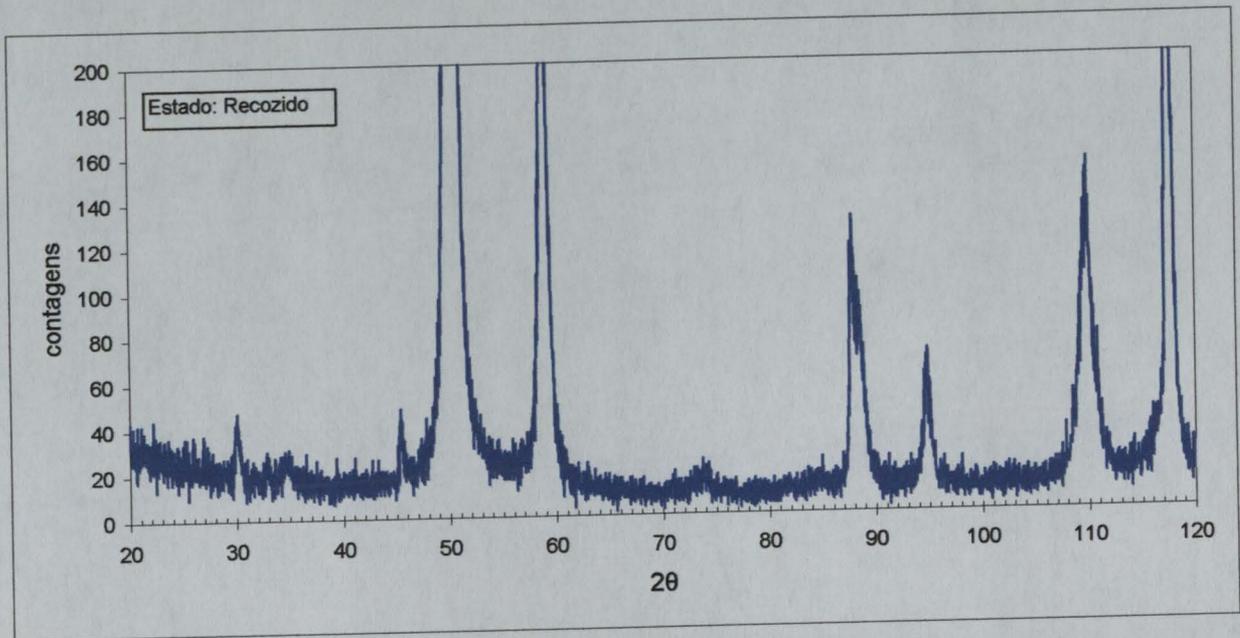


Figura 14 – Difractograma de raios-x de uma amostra no estado recozido

Na tabela 4 é apresentada a listagem de picos de difracção, respectivas distâncias entre planos cristalográficos e indexação dos picos referentes a amostra no estado recozido.

Tabela 4– Listagem de picos, respectivas distâncias entre planos cristalográficos e indexação dos picos

2θ	d	α	γ
30,138	3,440564		111
34,963	2,977668		200
45,513	2,312433		?
50,613	2,092556		111
59,013	1,816131		200
73,813	1,48954		400
85,012	1,323854		420
87,963	1,288092		220
94,938	1,213829		422
110,038	1,091711		311
117,512	1,046223		222

Neste difractograma, além dos picos da solução sólida desordenada com estrutura cfc (fase α), foram indexados os picos correspondentes à fase γ com estrutura $D0_3$. A indexação dos picos da fase γ foi efectuada recorrendo à ficha de referência da estrutura $D0_3$ apresentada em anexo [15]. O pico situado a $45,513^\circ$ (2θ) não foi indexado.

Na figura 15 é apresentado o difractograma realizado a uma amostra envelhecida 180 minutos a 550 °C. . A análise consistiu num varrimento de 20° a 120° (2θ), com passo de 0,025° (2θ) e tempo de aquisição por passo de 0,5 segundos.

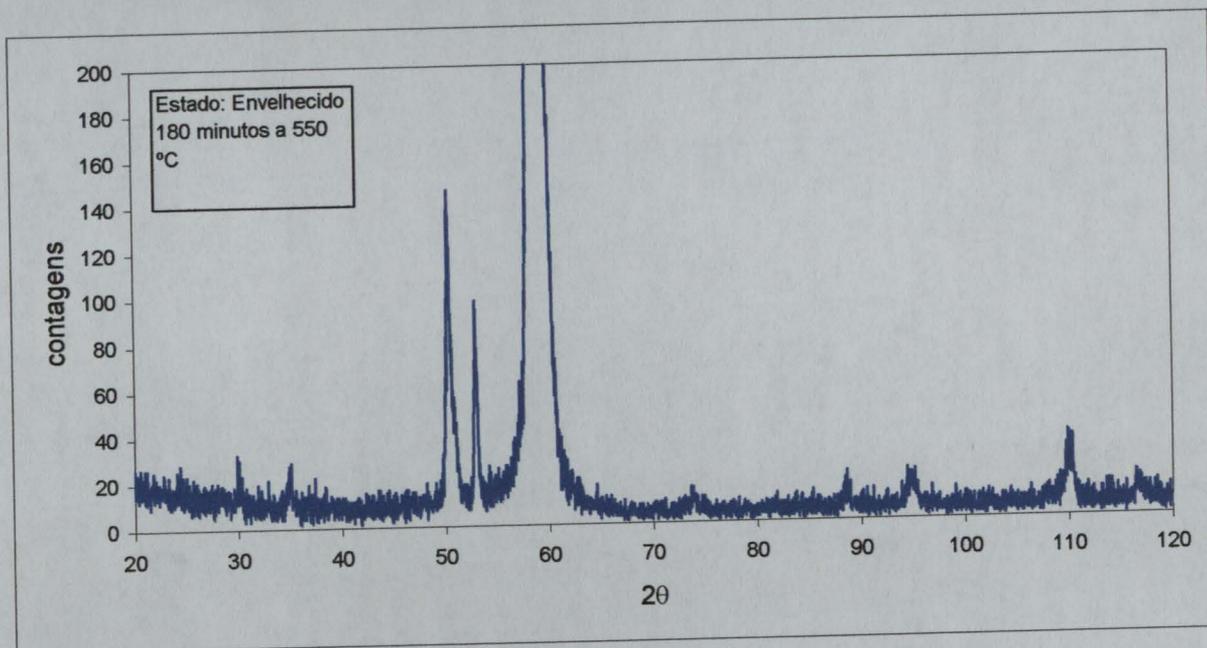


Figura 15 -- Difractograma de raios-x de uma amostra envelhecida 180 minutos a 550 °C

Na tabela 5 é apresentada a listagem de picos de difracção, respectivas distâncias entre planos cristalográficos e indexação dos picos referentes a amostra no estado recozido.

Tabela 5– Listagem de picos, respectivas distâncias entre planos cristalográficos e indexação dos picos

2θ	d	α	γ
29,9375	3,463074		111
35,1375	2,963343		200
50,3625	2,102281		111
52,9355	2,006949		?
59,0125	1,816145		200
73,8625	1,488684		400
88,6625	1,28002		220
94,4875	1,218232		422
109,963	1,092212		311
116,537	1,051689		222

Neste difractograma, além dos picos da solução sólida desordenada com estrutura cfc (fase α), foram indexados os picos correspondentes à fase γ com estrutura D0₃, faltando o pico encontrado anteriormente O pico situado a 52,9355° (2θ) não foi indexado.

Na figura 16 são apresentados os difractogramas realizados na tentativa de caracterização da modulação da decomposição spinodal. A análise consistiu num varrimento de 55° a 62° (2θ), esta região abrange o pico 200 da solução sólida desordenada com estrutura cfc (fase α), com passo de $0,1^\circ$ (2θ) e tempo de aquisição por passo de 10 segundos. Os ensaios foram realizados a uma amostra solubilizada e a três amostras envelhecidas a 350°C durante 10, 80 e 640 minutos.

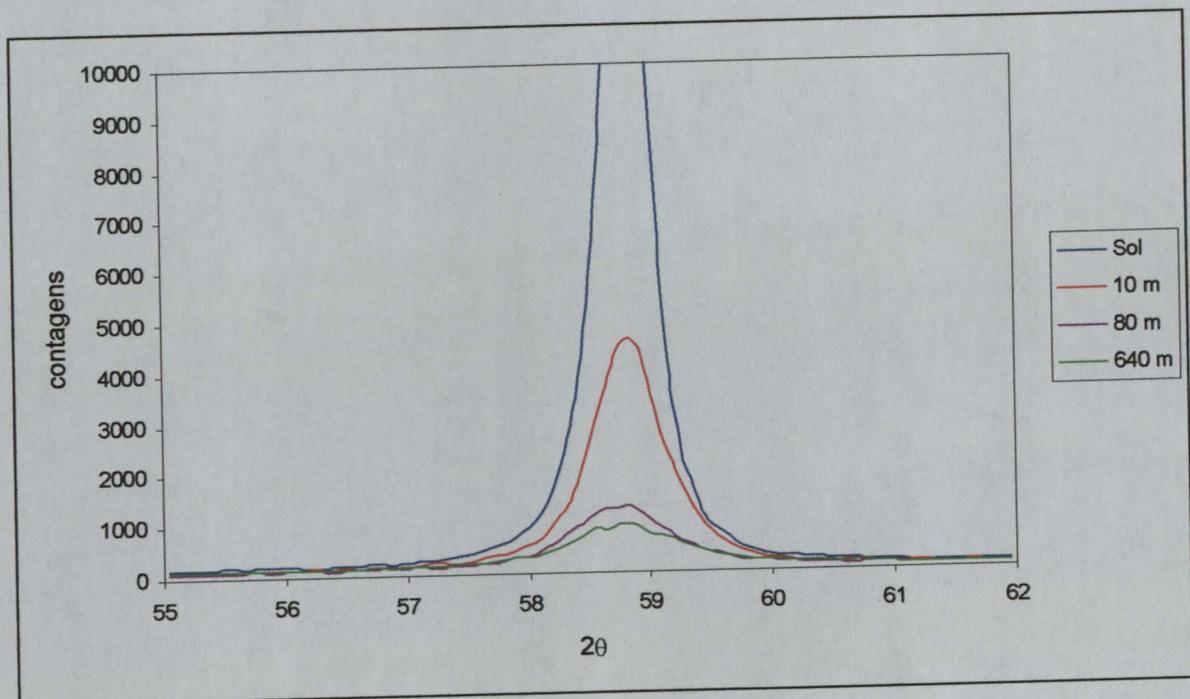


Figura 16 – Difractogramas referentes ao pico 200

Não foi possível observar bandas laterais no pico 200 nas várias amostras, pelo que não foi possível caracterizar a modulação ou sequer observar o seu efeito nos difractogramas. Foram tentadas outras condições de varrimento, nomeadamente varrimentos com passos (2θ) e tempos por passo distintos, obtendo resultados similares.

Na tentativa de resolver o problema relacionado com a orientação cristalográfica preferencial, foi analisada limalha retirada das amostras.

Os vários ensaios realizados a limalha de amostras recozidas, solubilizadas e envelhecidas estão representados na figura 17. A análise consistiu num varrimento de 20° a 120° (2θ), com passo de $0,025^\circ$ (2θ) e tempo de aquisição por passo de 0,5 segundos.

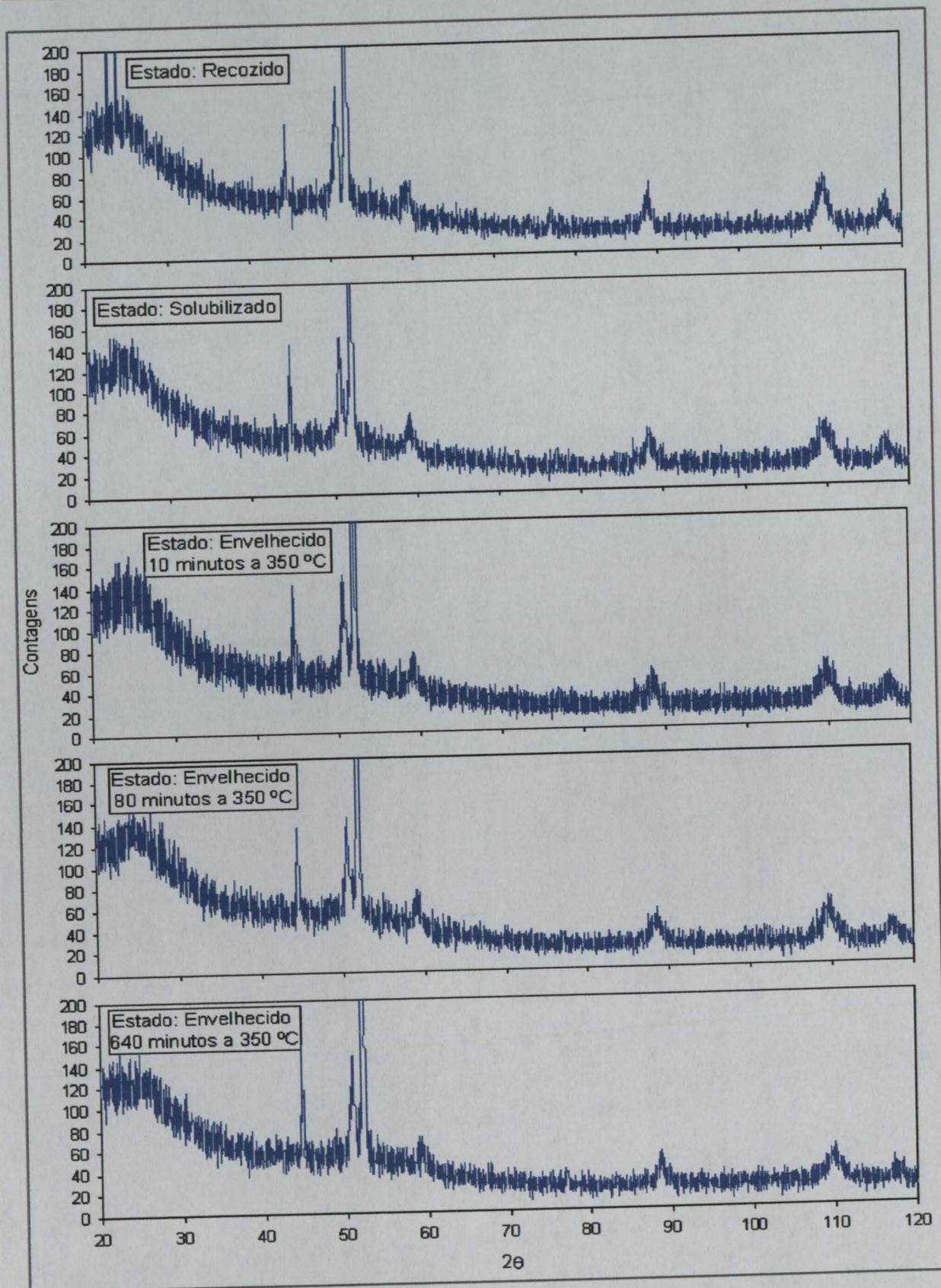


Figura 17 – Difractogramas referentes a ensaios realizados a limalha de uma amostra recozida, solubilizada, envelhecida 10 minutos a 350 °C, envelhecida 80 minutos a 350 °C e envelhecida 640 minutos a 350 °C



Os difractogramas apresentam contagens muito baixas devido à pequena quantidade de limalha analisada. Os picos de difracção presentes nos difractogramas anteriores correspondem à solução sólida desordenada com estrutura cfc (fase α). Os pico situado a aproximadamente 44° (2θ) não foi indexado.

Na tabela 6 é apresentada a posição do pico de difracção situado a aproximadamente 52° (2θ), respectiva distância entre planos cristalográficos e indexação.

Tabela 5– Posição do pico, respectiva distância entre planos cristalográficos e indexação

2θ	d	Fe
52,1	2,036831	110

O pico situado a aproximadamente 52° (2θ) foi indexado como sendo do ferro. Esta indexação deve-se à provável presença de ferro junto à limalha analisada devido à obtenção da limalha por corte. A ficha de referência do ferro é apresentada em anexo.

Na figura 18 são apresentados os ensaios realizados à limalha de duas amostras envelhecidas. Estes ensaios foram efectuados na tentativa de caracterização da decomposição spinodal. A análise consistiu num varrimento de 54° a 64° (2θ), esta região abrange o pico 200 da solução sólida desordenada com estrutura cfc (fase α), com passo de $0,025^\circ$ (2θ) e tempo de aquisição por passo de 10 segundos.

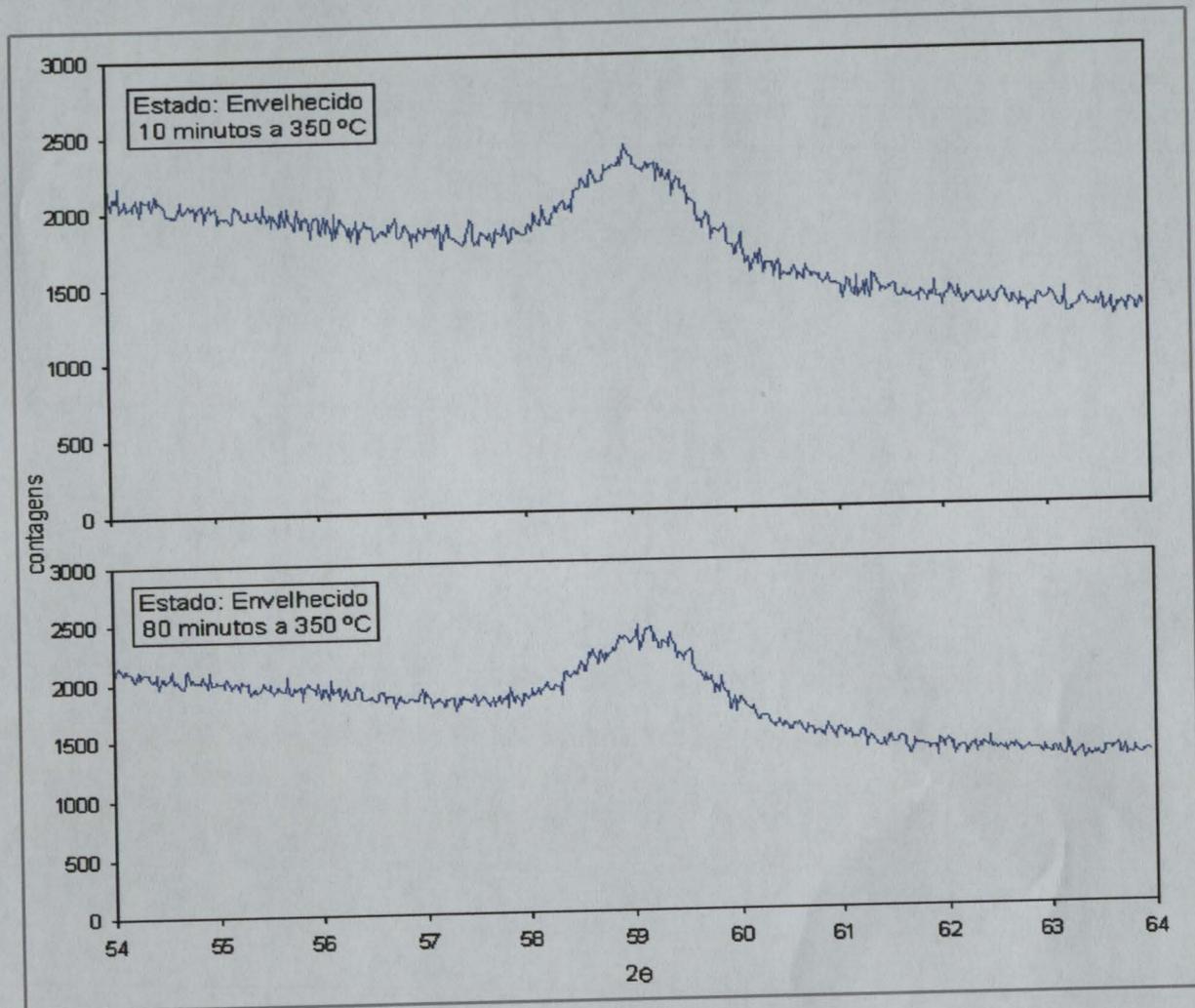


Figura 18 –Difractogramas referentes ao pico 200

Não foi possível observar a existência de bandas laterais no pico 200 nas duas amostras, pelo que não foi possível caracterizar a modulação ou sequer observar o seu efeito nos difractogramas.

Posteriormente foram realizados ensaios de difracção a uma maior quantidade de limalha. Na figura 19 e 20 são apresentados dois ensaios a limalha de uma amostra envelhecida 10 minutos a 350 °C. O primeiro é um varrimento geral e o segundo é uma varrimento de 54° a 64° (2θ), região que abrange o pico 200 da solução sólida desordenada com estrutura cfc (fase α).

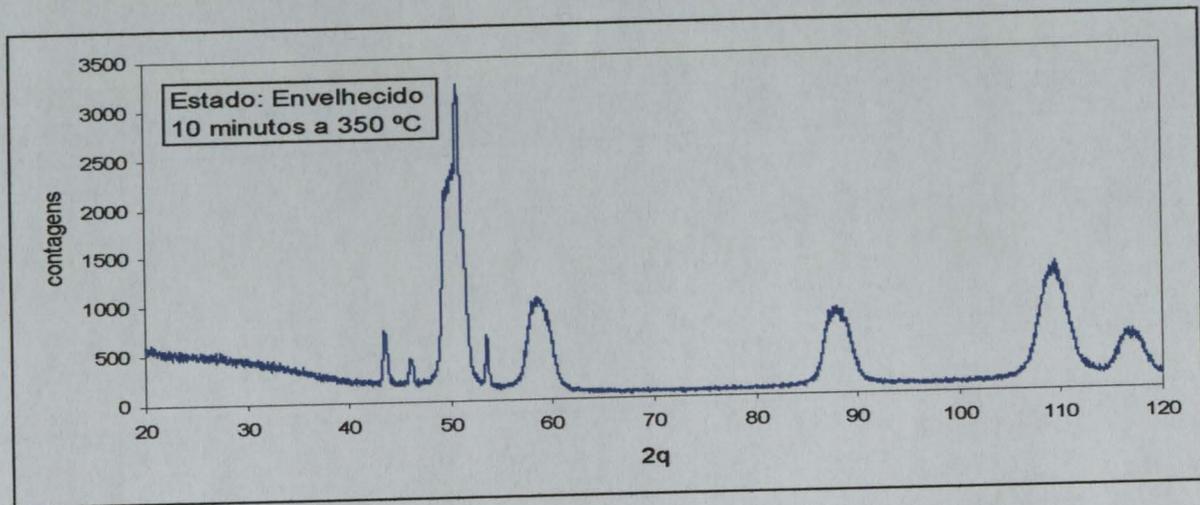


Figura 19 — Diffractograma referentes a um ensaio realizado a limalha de uma amostra envelhecida 10 minutos a 350 °C

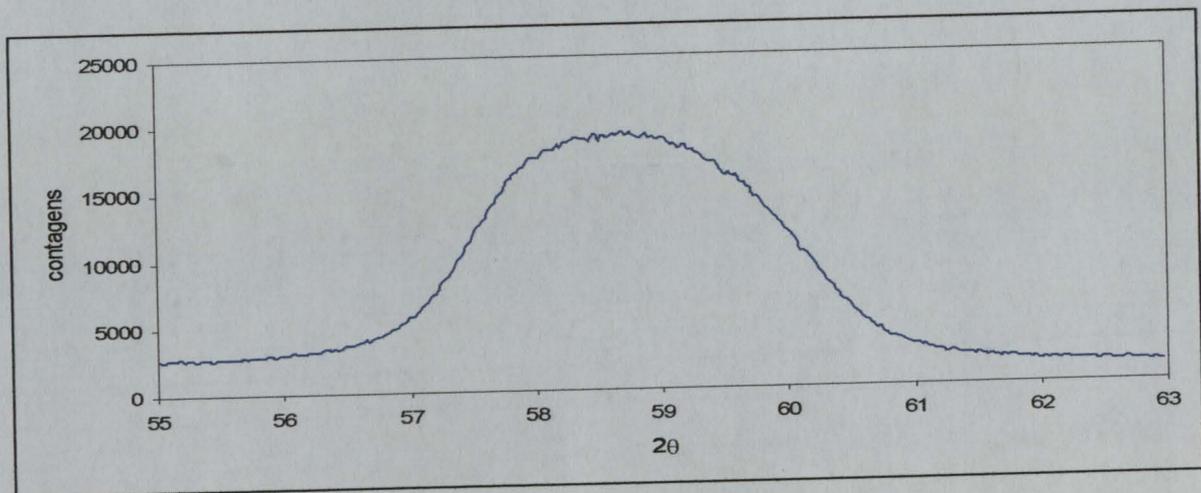


Figura 20 — Diffractograma referente ao pico 200

Analisando estes últimos diffractogramas conclui-se que a única melhoria no espectro de difracção resultante do aumento da quantidade de limalha analisada foi o aumento do número de contagens.

4.3 Microscopia electrónica de transmissão.

Não foi possível a observação de microestruturas devido a problemas relacionados com o polimento electrolítico, a solução utilizada atacou as amostras em vez de as polir. A solução para o polimento electrolítico deveria estar a uma temperatura de -30 °C como referido na bibliografia. Não foi possível, com os meios disponíveis, atingir a temperatura desejada.

Não foram obtidos resultados da microscopia electrónica de transmissão.



5. Conclusões

O trabalho de estágio foi dividido em três partes.

i) Inicialmente foram realizados os tratamentos térmicos às amostras e a elaboração das curvas de endurecimento. O traçado das curvas de endurecimento correspondeu ao esperado.

ii) No que diz respeito aos resultados de difracção, cuja finalidade era a de estabelecer uma relação entre o endurecimento da liga e a sua microestrutura, surgiram diversos problemas. Estes resultados, que inicialmente estavam relacionados com a orientação cristalográfica do material, causaram problemas relacionados com as intensidades relativas dos picos de difracção, impedindo assim a sua indexação automática. Posteriormente tentou-se analisar a limalha proveniente do corte das amostras, acabando por se concluir que esta solução não foi a melhor provavelmente devido à deformação originada pelo corte.

iii) Surgiram, também, dificuldades na observação de microestruturas recorrendo à microscopia electrónica de transmissão, não sendo possível observa-las devido a problemas relacionados com o polimento electrolítico, levando a que as amostras fossem atacadas em vez de polidas.

Depois da elaboração deste trabalho, foi possível repensar em algumas das situações menos esperadas e, deste modo, surgiram algumas soluções para situações futuras, por exemplo, a realização dos tratamentos térmicos depois da recolha da limalha, não introduzindo uma deformação plástica nas amostras depois dos tratamentos térmicos.

Sugeria também a utilização de uma temperatura inferior à utilizada (-30 °C em vez de 0 °C) para o polimento electrolítico.



6. Bibliografia

- [1]- <http://www.brushwellman.com/www/Technical/DesignGuide/SectionIVMetallurgy.html>
- [2] - H. Santos, F.Viana e M. F. Vieira : Ligas spinodais CuNiSn, pág. 3 (2002)
- [3] - S. S. Kim, J. C. Rhu, Y. C. Chung, S. Z. Han e C. J. Kim : Scripta Materialia, Vol. 40, No. 1, pág.1-6 (1999)
- [2] - P. Kratochvíl, J. Mencl, J. Pesicka e S. N. Komnik : Acta Metall., Vol. 32, No. 9, pág. 1493-1497 (1984)
- [5] - J. Zhao, M. Notis : Scripta Materialia, Vol. 46, pág. 4203-4218 (1998)
- [6] - J. Zhao, M. Notis : Scripta Materialia, Vol. 39, pág. 1509-1516 (1998)
- [7] - http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/struk/d0_22.html
- [8] - http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/struk/d0_3.html
- [9] - <http://www.dcm.puc-rio.br/Cursos/CEMAT/sld061.htm>
- [10] - <http://www.physics.miami.edu/cohn/research.html>
- [11] - <http://www.icdd.com>
- [12] - B. Ditchek, L. H. Schwartz : Acta Metallurgica, Vol. 28, pág. 807-822 (1980)
- [13] - Ph. Hermann, D. G. Morris : Metallurgical and Materials Transactions A : Vol. 25A, pág. 1403-1410 (1994)
- [14] - <http://www.ii.ua.pt/uimc/>
- [15] - <http://lpfb.jst.go.jp/>



7. Anexos

Cu	d(A)	Int	h	k	l
Copper	2.0871	999*	1	1	1
	1.8075	427	2	0	0
	1.2781	171	2	2	0
Copper	1.0899	156	3	1	1

Rad.: CuK α 1 λ : 1.54060 Filter: d-sp: Calculated

Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/cor.: 8.86

Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)

Ref: Swanson, H.E., Tatge, E., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, 359, 1 (1953)

Sys.: Cubic S.G.: Fm $\bar{3}$ m (225)
 a: 3.615 b: c: A: C:
 α : β : γ : Z: 4 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 8.935 Dm: 8.960 ICSD #: 064699

Peak height intensity. Cu type. PSC: cF4. See PDF 4-836.
 No R value given. At least one TF missing. Mwt: 63.55.
 Volume[CD]: 47.24.

Ni3Sn

Structur Pearson Space No.
BIF3 cF16 Fm-3m

225

Standardized Data

Published Data

Pearson symbol cF16
Space group Fm-3m
Space group No. 225
Z 4

Space group Fm-3m
Space group No. 225

Cell Parameters

Cell Parameters

a 5,98 Å
b 5,98 Å
c 5,98 Å
α 90 °
β 90 °
γ 90 °
a/b 1.000
b/c 1.000
c/a 1.000
Cell volume 0.21385 nm³
Density 9.16 Mg m⁻³
Cell Determination
Sample form powder
Experiment method high-

a 5,98(1) Å
b 5,98(1) Å
c 5,98(1) Å
α 90 °
β 90 °
γ 90 °
a/b 1.
b/c 1.
c/a 1.
Cell volume 7 nm³

Calculation(I= Cu Ka)
d-spacing
(A)

2θ (°)

Miller Indices

Intensity sort
Intensit

Miller Indices
(Published Cell)

		h	k	l		h	k	l
3,4526	25.80	1	1	1	122.4	1	1	1
2,99	29.88	2	0	0	64.1	2	0	0
2,1142	42.77	2	2	0	1000.0	2	2	0
1,803	50.63	3	1	1	63.9	3	1	1
1,7263	53.05	2	2	2	18.7	2	2	2
1,495	62.08	4	0	0	150.9	4	0	0
1,3719	68.38	3	3	1	28.1	3	3	1
1,3372	70.41	4	2	0	26.0	4	2	0
1,2207	78.33	4	2	2	285.3	4	2	2
1,1509	84.11	5	1	1	17.5	5	1	1
1,1509	84.11	3	3	3	5.8	3	3	3
1,0571	93.65	4	4	0	92.0	4	4	0
1,0108	99.40	5	3	1	29.0	5	3	1
0,9967	101.33	4	4	2	14.4	4	4	2
0,9967	101.33	6	0	0	3.6	6	0	0
0,9455	109.24	6	2	0	156.4	6	2	0
0,9119	115.42	5	3	3	15.4	5	3	3
0,9015	117.54	6	2	2	15.8	6	2	2
0,8631	126.54	4	4	4	57.3	4	4	4
0,8374	134.03	5	5	1	21.1	5	5	1
0,8374	134.03	7	1	1	21.1	7	1	1
0,8293	136.75	6	4	0	22.5	6	4	0
0,7991	149.46	6	4	2	555.4	6	4	2
0,7785	163.94	5	5	3	63.3	5	5	3
0,7785	163.94	7	3	1	126.6	7	3	1

Fe

d (Å)	Int (%)	h	k	l	
2,0268	100		1	1	0
1,433	20		2	0	0
1,17	30		2	1	1
1,01	10		2	2	0
0,9	12		3	1	0



FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

BIBLIOTECA



0000091230