



A Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
- Mestrado - Doutorado

PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA AL-CU-FE-B COM ESTRUTURA ICOSAEDRAL ATRAVÉS DA TÉCNICA DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Por

Bruno Alessandro Silva Guedes de Lima

*Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica da Universidade Federal da
Paraíba como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em
Engenharia Mecânica.*

BRUNO ALESSANDRO SILVA GUEDES DE LIMA

**PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA AL-CU-FE-
B COM ESTRUTURA ICOSAEDRAL ATRAVÉS DA
TÉCNICA DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA**

Dissertação apresentada ao curso de
Pós-Graduação em engenharia
mecânica da Universidade Federal da
Paraíba, em cumprimento às exigências
para obtenção do Grau de Mestre.

Orientador: Professor Rodinei Gomes Medeiros

João Pessoa - Paraíba

julho, 2011

*L732p Lima, Bruno Alessandro Silva Guedes de.
Propriedades mecânicas da liga Al-Cu-Fe-B com
estrutura icosaedral através da técnica de indentação
instrumentada / Bruno Alessandro Silva Guedes de
Lima.- João Pessoa, 2011.
81f. : il.
Orientador: Rodinei Gomes Medeiros
Dissertação (Mestrado) – UFPB/CT
1. Engenharia Mecânica. 2. Quasicristais. 3.
Componentes mecânicos. 4. Materiais compósitos.
5. Plasma spray. 6. Módulo de elasticidade.*

**PROPRIEDADES MICROMECAÑICAS DA LIGA AL-CU-
FE-B COM ESTRUTURA ICOSAEDRAL ATRAVÉS DA
TÉCNICA DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA**

por

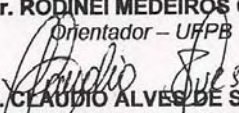
BRUNO ALESSANDRO GUEDES DE LIMA

Dissertação aprovada em 28 de julho de 2011

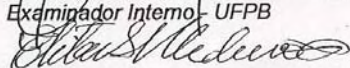
Período letivo 2011.1


Prof. Dr. RODINEI MEDEIROS GOMES

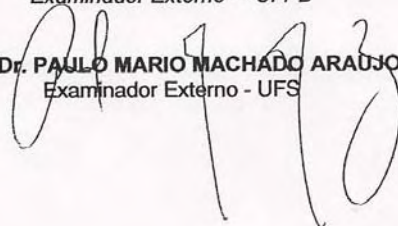
Orientador – UFPB


Prof. Dr. CLAUDIO ALVES DE SIQUEIRA

Examinador Interno – UFPB


Prof. Dr. ELITON SOUTO DE MEDEIROS

Examinador Externo – UFPB


Prof. Dr. PAULO MARIO MACHADO ARAUJO

Examinador Externo – UFS

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho, com muito amor, ao meu pai, Severino Jackson, à minha mãe Zenaide, a minha noiva Ana Paula.

AGRADECIMENTOS

Acima de tudo agradeço a Deus.

À minha mãe Zenaide e ao meu Pai Jackson a quem devo minhas principais conquistas, cujo carinho e apoio foram de fundamental importância nos momentos difíceis e cuja compreensão constituirá sempre minha referência de sublimidade. Gratidão eterna.

Aos meus irmãos, afilhados e sobrinha (Zeta-Jones).

Ao professor Rodinei Medeiros Gomes, principal responsável pela direção dada por este trabalho, a quem expresso meus votos de gratidão por suas críticas e sugestões, pelo estímulo e principalmente por sua amizade.

Ao Professor Severino Jackson pelos valiosos ensinamentos e contribuições no decorrer da pesquisa.

Aos professores Tadeu Antônio de Azevedo Melo, Tibério Andrade dos Passos pelas contribuições valiosas dadas à pesquisa.

Aos alunos de iniciação científica Thaíza Pacheco e Pedro Romio, que sempre me deram apoio.

Aos técnicos do LSR, Itânio, Ieverton, Fábio e André.

Aos meus colegas do LSR, que não citarei um a um pois a família é grande porém, não são menos importantes que as pessoas citadas.

Aos meus amigos Itânio, Elisabeth e Rosângela, Márcia, Élida, Dona Gilca, Rafaela e Karla.

À universidade Federal da Paraíba – LSR e à Capes, órgão financiador de minha pesquisa.

PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA AL-CU-FE-B COM ESTRUTURA ICOSAEDRAL ATRAVÉS DA TÉCNICA DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

RESUMO

Os materiais com estrutura quasicristalina apresentam propriedades singulares tais como: elevada dureza, excelentes propriedades superficiais, boa resistência à oxidação e corrosão e ainda baixas condutividades elétrica e térmica. Estes materiais podem ser obtidos através de métodos convencionais de metalurgia. Entretanto, os quasicristais são bastante frágeis o que dificulta seu uso na forma de tarugos para confecção de componentes mecânicos. Assim sendo, eles são preferencialmente utilizados em forma de pó como reforços em materiais compósitos ou para aplicação em camadas superficiais por plasma *spray*. Uma das técnicas de obtenção dos quasicristais, que é bastante usada, é a técnica de fundição convencional. Esta foi a técnica de obtenção usada para a fabricação das ligas neste trabalho.

A avaliação de propriedades mecânicas dos materiais quasicristalinos através de métodos convencionais, como tração, compressão, fadiga, entre outros, é inviável. Isso ocorre devido à dificuldade, em quasicristais, na elaboração de corpos-de-prova dada alta fragilidade deste material e realização do ensaio. Uma das formas de avaliar as propriedades mecânicas dos quasicristais se dá através da indentação instrumentada, que é uma ferramenta bastante eficiente para o cálculo de propriedades como, o Módulo de Elasticidade, Dureza e Tenacidade à fratura, que é um importante critério de projeto para confecção de ligas quasicristalinas para o seu uso em indústria.

Através de métodos de indentação Vickers, é possível avaliar não só a dureza do material, mas também avaliar, qualitativamente, a evolução de fissuras nos materiais. As

medidas destas fissuras são utilizadas para avaliar alguns parâmetros como módulo de Young (E) e tenacidade à fratura (K_{Ic}).

O objetivo principal deste trabalho foi estudar as propriedades mecânicas da ligas $Al_{59,9}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$ obtidos por fundição convencional, utilizando-se o método de indentação instrumentada. Foi visto que, para as cargas entre de 80mN e 100mN ocorre o surgimento de trincas. A Dureza atinge um patamar quase constante até uma carga de aproximadamente 200mN, com um valor máximo de 10,6GPa e um valor de 9,4GPa para uma carga máxima de 500mN. O módulo de Elasticidade foi determinado como sendo de $E = 183 \pm 6$ GPa para indentador Berkovich e 186 ± 6 GPa para indentador Vickers, na temperatura ambiente. O valor estimado para K_{Ic} foi de 0,78 e 2,37 MPam^{-1/2}.

Palavras Chaves – Quasicristal, Tenacidade à Fratura, Módulo de Elasticidade.

ON MECHANICAL PROPERTIES OF AL-CU-FE-B WITH ICOSAEDRAL STRUCTURE BY INSTRUMENTAL TECHNIQUE INDENTATION

ABSTRACT

Quasicrystalline materials have unique properties, such as: high hardness, excellent surface properties, good resistance to oxidation and corrosion and low electrical and thermal conductivities. These materials can be obtained by conventional methods of metallurgy. However, the quasicrystals are quite fragile which makes its use in the form of billets for the manufacture of mechanical components. Therefore, they are preferably used in powder form as reinforcements in composite materials or for use in surface layers by plasma spray. One technique for obtaining the quasicrystal, which is widely used, is the conventional casting technique. This technique is used to obtain the manufacture of alloys in this work. Evaluation of mechanical properties through conventional methods, such as tension, compression, fatigue, among others, is not feasible. This is due to the difficulty, in quasicrystals, in the development of specimens because of the high fragility of this material and testing. One of the ways to evaluate mechanical properties of quasicrystals is given by evaluating the fracture toughness, which is an important design criterion for making quasicrystalline alloys for use in industry. Through methods of Vickers indentation, it is possible to evaluate not only the hardness of the material, but also to evaluate qualitatively the evolution of cracks in materials. The measures of these cracks are used to evaluate some parameters such as Young's modulus (E) and fracture toughness (KIC).

The main objective was to study the mechanical properties of $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ alloy obtained by conventional casting, using the method of instrumented indentation. It was seen that for loads of between 80mN and 100mN occur the appearance of cracks. The hardness reaches an almost constant level until a load of approximately 200mN, with a maximum value of 10.6 GPa and a value of 9.4 GPa for a maximum load of 500mN. The

modulus of elasticity was calculated as $E = 183 \pm 6 \text{ GPa}$ for Berkovich indent and $186 \pm 6 \text{ GPa}$ for Vickers indent, at room temperature. The estimated value of KIC was 0.78 and $2.37 \text{ Mpa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

Keywords - Quasicristal, Fracture Toughness, Modulus of Elasticity.

Keywords - Quasicristal, Fracture Toughness, Modulus of Elasticity.

SUMÁRIO

CAPÍTULO I.....	1
INTRODUÇÃO.....	1
1. ABORDAGEM GERAL	1
1.1. OBJETIVOS DO TRABALHO	4
1.1.1. OBJETIVO GERAL.....	4
1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
1.2 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO	5
CAPÍTULO II.....	6
2. QUASICRISTAIS E SUAS LIGAS.....	6
2.1 GENERALIDADES.....	6
2.2 MATERIAIS CRISTALINOS	7
2.1.1 MATERIAIS AMORFOS.....	8
2.1.2 MATERIAIS QUASICRISTALINOS	9
2.2 SISTEMA Al-Cu-Fe: EM EQUILÍBRIO.....	15
2.2.1 LIGAS DE AL-CU-FE-B.....	17
2.3 PROPRIEDADES DOS QUASICRISTAIS.....	17
2.4 ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS (ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS).....	19
2.4.2 DUREZA.....	19
2.4.2 MICRODUREZA.....	20
2.4.3 MICROINDENTAÇÕES.....	21
2.4.4 MÓDULO DE ELASTICIDADE.....	22
2.4.5 TENACIDADE À FRATURA.....	23
2.4.5.1 ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA KIC.....	24
2.4.5.2 CORRELAÇÕES DA TENACIDADE À FRATURA.....	27

CAPÍTULO III	32
ETAPAS DE PROCESSAMENTO	32
3.1 INTRODUÇÃO.....	32
3.2 ELABORAÇÃO DA LIGA	33
3.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS	33
3.4 CARACTERIZAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIO-X	34
3.5 CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIAS ELETRÔNICA DE VARREDURA	34
CARACTERIZAÇANÁLISE QUÍMICA POR ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (EFRX).....	35
3.7 ULTRAMICRODUREZA.....	35
3.8 DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE.....	37
3.9 DETERMINAÇÕES DO FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO CRÍTICA KIC.....	39
CAPÍTULO IV	40
RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	40
4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA $Al_{59,2}Cu_{25,2}Fe_{12,3}B_3$	40
4.2 MICRODUREZA VICKERS.....	43
4.3 ASPECTOS MORFOLÓGICOS TRINCA-IMPRESSÃO.....	45
4.4 MÓDULO DE ELASTICIDADE.....	46
4.5 TENACIDADE À FRATURA.....	50
CAPÍTULO V	56
CONCLUSÃO.....	56
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	57
REFERÊNCIAS	58

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - (a) Ordenamento atômico de um cristal de SiO ₂ e (b) Estrutura amorfa de SiO ₂ (CADORE,2007).....	09
Figura 2.2 – Liga icosaedral quasicristalina de Al _{62,2} Cu _{25,5} Fe _{12,3} (PASSOS, 2006).....	10
Figura 2.3 Poliedros - Dodecaedral, octogonal, icosaedral, triacontraedral (PASSOS,2006).....	11
Figura 2.4 - Representação da série de Fibonacci (ROUXEL, PIGEAT, 2006).	12
Figura 2.5 - MET do quasicristal com eixo de simetria de ordem cinco. A simetria pentagonal e uma repetição infinita com razão igual ao número de ouro (SORDELET, DUBOIS, J.M., 1997).....	12
Figura 2.6 – Fotomicrografia de microscópio de tunelamento da liga AlPdMn mostrando os degraus da superfície em escala nanométrica de 400nm x 400nm (CAI <i>et al</i> , 2001).....	13
Figura 2.7 - O triângulo isóceles de lados Φ e 1 criado por Penrose e sua divisão (ALENCAR, 2006).....	14
Figura 2.8 - Mosaicos de Penrose nas formas de seta e arraia (ALENCAR, 2006).....	14
Figura 2.9 - Diagrama de fases Ternário da liga de AlCuFe rica em alumínio. (DUBOIS <i>et al.</i> , 2008).....	15
Figura 2.10 - Identadores para ensaios de dureza Knoop e Vickers (PRASAD <i>et al.</i> , 2001).....	20
Figura 2.11 - Sistemas de trincas Half-Penny.....	25
Figura 2.12 - Sistemas de trincas Palmqvist.....	26
Figura 3.1 -. Fluxograma da metodologia.....	32
Figura 3.2 - Quadrilátero obtido na superfície da amostra após a penetração do identador de base piramidal.....	36
Figura 3.3 – (a) Foto do Ultramicrodurômetro (Shimadzu, modelo DUH-W201S),b) Fotomicrografia de uma Indentação usada para o cálculo de E (carga de 60mN).....	37

Figura 3.4 – Força x Tempo no teste de carga-descarga.....	38
Figura 3.5 – Exemplo de resultado do teste de carga-descarga.....	38
Figura 4.1 - Difratoograma de raios-x da liga $Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$ no estado bruto de fusão mostrando a presença das fases ψ , β e λ	40
Figura 4.2 – Difratoograma de raios-x da liga $Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$ homogeneizada por 12h a 720°C.....	41
Figura 4.3. Difratoogramas de raios-x da liga $Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$, tratadas termicamente por 8h e da AlCuFe por tratadas termicamente por 24h [Passos].....	42
Figura 4.4. Imagem da liga Al-Cu-Fe-B, no estado bruto de fusão. Região clara: fase quasicristalina, região cinza claro fase β , região cinza escuro: fase λ	42
Figura 4.5. Imagem da liga $Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B_3$, homogeneizadas durante 12h a 720°C. Região clara: fase quasicristalina, região cinza claro fase β'	43
Figura.4.6 - Microdureza Vickers em função da carga aplicada.....	44
Figura 4.7. Imagem de microscopia eletrônica de varredura das impressões de indentação. Carga de 80mN (esquerda) e carga de 100mN (direita).....	44
Figura 4.8 - Curvas de Carregamento-descarregamento para cargas de 10mN (esquerda) e 20mN (direita) obtidas com uma taxa de carregamento de 13.4mN/s.....	47
Figura 4.9 - Curvas de Carregamento-descarregamento para cargas de 50mN (esquerda) e 100mN (direita) obtidas com uma taxa de carregamento de 13.4mN/s.....	47
Figura 4.10 - Modulo de elasticidade em função da carga aplicada para ensaios Berkovich.....	48
Figura 4.11 - Modulo de elasticidade em função da carga aplicada para ensaios Vickers, taxa de aplicação de carga de 13,4mN/s.....	49
Figura - 4.12 Imagens de microscopia eletrônica de varredura das impressões de microdureza em função da carga aplicada, mostrando as trincas de indentação.....	52
Fig.4.13 Comprimento da trinca e relação $2l/d$ versus carga de indentação.....	53
Figura 4.14 – Valores da Tenacidade à Fratura.....	54

LISTA DE TABELA

Tabela 2.1 Fases do sistema AlCuFe (PASSOS,2006).....	16
Tabela 3.1 – Parâmetros utilizados para análise no Microscópio Eletrônico de Varredura.....	35
Tabela 4.1. Tabela 4.1 – Valores de Microdureza da Literatura.....	45
Tabela 4.2 - Valores da relação C/a.....	46
Tabela 4.3 – Resultados dos cálculos do módulo de elasticidade.....	50
Tabela 4.4 -. Valores de K_{IC} da literatura.....	55

LISTA DE SÍMBOLOS

at % – porcentagem atômica

β – $\text{Al}_5(\text{Cu},\text{Fe})_5$, $\text{AlFe}(\text{Cu})$ - cúbica (tipo CsCl)

β_2 – fase cristalina AlFe_3

β_1 – $\text{Al}_{50}\text{Cu}_{35}\text{Fe}_{15}$

β_2 – $\text{Al}_{52,5}\text{Cu}_{37,5}\text{Fe}_{10}$

β_3 – $\text{Al}_{50}\text{Cu}_{40}\text{Fe}_{10}$

β_4 – $\text{Al}_{55}\text{Cu}_{35}\text{Fe}_{15}$

B_1 – AlFe_3 - CCC

B_2 – fase nanocristalina

C – curto

DQC – Decagonal Quasicristalina

e/a – concentração de elétrons por átomo

h – hora

i – icosaedral

IQC – icosaedrais quasicristalinos

L – longo

γ_2 – fase cristalina Al_3Fe

Φ – Al Cu Fe tipo Ni_2Al_3

ψ – $\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ - Icosaedral

MAE – Moagem de Alta Energia

μ – Al_5Fe_2 – Monoclínica

η – AlCu – ortorrómbica tipo Ni_2Al_3

QC – quasicristal

RMM – Refinamento por Moagem Mecânica

τ – AlCu(Fe)

θ – Al_2Cu - tetragonal

χ – $\text{Al}_{18}\text{Cu}_{10}\text{Fe}$

λ – Al_7Fe_2 - ortorrómbica

$\lambda_1 \lambda_2$ – Al_3Fe com diferentes quantidades de cobre dissolvido

λ – $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ – Monoclínica

ω – $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ – Tetragonal

E – Módulo de Elasticidade

H_v – Dureza

K_{Ic} – Tenacidade à Fratura

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

1. ABORDAGEM GERAL

O desenvolvimento de novos materiais, para utilização em diversos setores industriais tem despertado enorme interesse por parte dos pesquisadores. A cada dia surgem novos caminhos, que se apresentam como alternativas ao processo de renovação dos métodos existentes. Assim, novas propriedades são descobertas e nesse contexto um grande interesse tem sido gerado na síntese de materiais avançados na engenharia como o estudo de sua estabilidade, cristalinidade, desenvolvimento de ligas quasicristalinas e amorfas, trazendo novas alternativas para uso de materiais (ROY, M., 2006). Dentre os novos materiais, as ligas quasicristalinas (QC) vêm desempenhando um papel importante devido as suas propriedades superficiais e suas características estruturais, incomuns. Apesar de serem constituídas apenas de metais puros, muitas de suas propriedades os aproximam mais dos materiais cerâmicos do que dos materiais metálicos, notadamente: elevada dureza, baixa energia superficial e baixo coeficiente de atrito, boa resistência à oxidação e corrosão, elevada resistência ao desgaste e ainda baixas condutividades elétrica e térmica. Estas ligas metálicas são também extremamente frágeis, sendo por isto, freqüentemente, utilizados em forma de pó como reforços em materiais compósitos, filmes finos, para aplicação em camadas superficiais e ainda em catálise (DUBOIS, 2005).

Para a produção dos materiais quasicristalinos diversas técnicas de processamento podem ser empregadas: fundição convencional, solidificação rápida (melt-spinning e atomização a gás) moagem de alta energia (mecanossíntese), eletrodeposição, evaporação de gás a laser dentre outros.

Desde sua descoberta, uma centena de sistema de ligas quasicristalinas já foram desenvolvidas. As ligas Al-Cu-Fe são as mais estudadas e as que encontram maiores aplicações tecnológicas, pois, além de suas propriedades ímpares, inerentes aos quasicristais, são baratas, atóxicas e os seus elementos constituintes são facilmente encontrados na natureza (BARUA, 2001).

A fabricação de ligas quasicristalina de Al-Cu-Fe, em escala industrial de boa qualidade, representa um desafio para os pesquisadores. Isso se deve ao fato da fase quasicristalina só existir em uma faixa estreita de composição (TURQUIER, 2007). Exatamente por este motivo, deve-se haver um procedimento criterioso na obtenção da liga estudada neste trabalho, principalmente para evitar contaminação.

Neste trabalho foi adicionado boro nas ligas $Al_{65}Cu_{22,5}Fe_{12,5}$, pois o mesmo possui uma característica amorfizadora nas ligas cristalinas a base ferro (BRUNET, *et al*, 2000). Além disso, foi observado que com o uso do Boro houve uma redução no tempo de tratamento térmico, como foi visto por PASSOS (2006).

Dentre as aplicações potenciais dos quasicristais, citam-se as ligas que permitem a construção de uma nova geração de equipamentos e peças virtualmente livres de fricção. Isto se deve ao baixo coeficiente de atrito inerente ao material. Esta propriedade pode ser usada, com benefício, em peça automobilística e de aviação. Ainda referente às características de baixo atrito, ligas quasicristalinas já têm sido usadas como substitutas do teflon em revestimentos superficiais de utensílios domésticos, por oferecer uma resistência ao risco superior à do material usualmente empregado.

Devido à alta fragilidade característica aos quasicristais, outra importante área de atuação é a de uso de ligas de alumínio reforçadas com nanopartículas de quasicristal, com a finalidade de aumentar a resistência destas ligas. Os quasicristais são bastante utilizados em forma de pó, como reforço em materiais compósitos ou para aplicação em revestimentos.

Nos quasicristais, avaliação de propriedades mecânicas através de métodos convencionais, como tração, compressão, fadiga, entre outros, é inviável. Isso ocorre devido à dificuldade na elaboração de corpos-de-prova, dada alta fragilidade deste material, e dificuldade na realização do ensaio. Uma das formas estudarem as propriedades mecânicas dos quasicristais se dá através de avaliação da tenacidade à fratura, importante critério de projeto para confecção de ligas quasicristalinas para uso em indústria.

Através de métodos de indentação instrumentada, é possível avaliar não só a dureza do material, mas também avaliar, qualitativamente, a evolução de fissuras nos materiais. Neste trabalho foram determinadas algumas propriedades mecânicas da liga Al-Cu-Fe-B como, ultramicrodureza (Vickers e Berkovich), módulo de elasticidade (E) e Tenacidade à Fratura (K_{IC}).

A medição das propriedades mecânicas foram feitas em escala micrométrica, que está se tornando um método cada vez mais usado e mais importante para o desenvolvimento dos estudos de superfícies. Este método foi escolhido por permitir a medição de propriedades mecânicas da região de superfície pequena (Oliver, 1992, De Fazio, 2001).

O ensaio utilizado para determinar a ultramicrodureza do material para esta pesquisa foi o dinâmico. Para o efeito, aplica-se uma carga de grande precisão permitindo simultaneamente a sua medição bem como a medição dos deslocamentos. Deste modo, é possível o traçado contínuo das curvas de carga-descarga. O conhecimento das propriedades do indentador, como a dureza do seu material, por exemplo, é importante para a análise da dureza de um determinado material. Usualmente empregam-se indentadores com ponta de diamante, tais como os ensaios Vickers e o Berkovich.

Com o cálculo de medição dinâmica do valor da carga, da profundidade de indentação e da temperatura do ensaio, torna-se possível a determinação da ultramicrodureza. Deste modo, é viável estudar outros aspectos associados ao comportamento dos materiais, tais como:

- a evolução da carga aplicada em função da profundidade de indentação, que por sua vez elucida acerca da dureza dinâmica (elástica mais plástica) em função da penetração;
- a energia consumida por todo o processo de indentação.
- as características elásticas e plásticas dos materiais ensaiados; nomeadamente o módulo de Young (elasticidade).
- o comportamento à fadiga; no que diz respeito à formação de fendas e ao cálculo de constantes de fadiga.
- o comportamento à fluência; estudando a evolução da profundidade de penetração em função do tempo, a carga constante e a diferentes temperaturas.

Para este trabalho, a microdureza de cargas abaixo de 80mN atinge um patamar quase constante. Para uma carga de 500mN, a microdureza obtida foi em torno de 9,4 GPa.

Este valor está bem próximo ao de alguns materiais cerâmicos. O módulo de elasticidade desta liga, a temperatura ambiente, está em torno de 183GPa, para o indentador Vickers e 186GPa, para indentador Berkovich, e foi superior à faixa de valores para o módulo de elasticidade de algumas ligas cristalinas, entre 40,5 a 92,1GPa. O módulo de elasticidade foi calculado utilizando-se ensaio de ultra microdureza: Vickers e Berkovich.

A tenacidade à Fratura foi calculada para a liga estudada, pois se tem como objetivo usar esta liga na indústria. O método utilizado para avaliação da tenacidade à fratura é o método de indentação. Observa-se que o valor de tenacidade à Fratura calculada através da utilização de dois modelos. Estes cálculos são possíveis através da medida das trincas, e os resultados obtidos estão em conformidade com outros trabalhos já publicados. Sendo assim, foi possível o cálculo de diversos parâmetros mecânicos, ultra-microdureza (Vickers), tenacidade à fratura (K_{IC}) e módulo de elasticidade (E), através do ensaio de Indentação instrumentada.

1.1 OBJETIVOS DO TRABALHO

1.1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho é a determinação das propriedades micro-mecânicas, módulo de elasticidade e tenacidade à fratura de ligas quasicristalinos (QC) $Al_{62,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}$ empregando a técnica de indentação instrumentada usando um ultramicrodurômetro.

1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

✓ Definições das melhores faixas de carga para medição do módulo de elasticidade e tenacidade a fratura pela técnica de indentação instrumentada usando um ultramicrodurômetro, com penetradores Vickers e Berkovich.

✓ Determinação dos valores de tenacidade à fratura e Módulo de elasticidade da liga quasicristalina com estrutura Icosaedral, $Al_{62,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}$.

1.2 ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO

Este trabalho foi dividido em sete capítulos, organizados da seguinte.

O capítulo I, uma introdução onde se pretende colocar o leitor a par do trabalho e de seus objetivos.

No capítulo II, faz-se uma abordagem sobre os quasicristais e suas ligas que incluem os conhecimentos gerais sobre o material, sistema AlCuFe em equilíbrio, principais propriedades e aplicações;

No capítulo III a metodologia experimental da pesquisa é apresentada.

No capítulo VI apresentam-se os resultados alcançados e principais discussões.

No capítulo V capítulo apresenta-se as conclusões alcançadas na pesquisa.

CAPÍTULO II

QUASICRISTAIS E SUAS LIGAS

2. GENERALIDADES

Os quasicristais são um caso particular de ligas metálicas complexas, ou seja, ligas constituídas de pelo menos dois elementos, comumente três, onde a estrutura cristalina é descrita por uma célula unitária gigante, podendo conter várias centenas de átomos. As ligas metálicas complexas (Complex Metallic Alloys - CMA), também chamadas SCAPs (structurally complex alloy phases) (URBAN, 2004) englobavam uma grande família de compostos cristalinos constituídos de metais ligados como metalóides, ou como terras raras ou calcogênios, mas hoje em dia é sabido que a maioria das propriedades físicas, e especialmente o transporte de elétrons e fótons, se afastam significativamente dos observados em metais e ligas convencionais que são caracterizados por células unitária menor, contendo apenas alguns átomos. Vários tipos de CMA existentes dependem da natureza dos elementos que a constitui e de suas respectivas concentração. As ligas mais estudadas, dentre estas, são baseadas no alumínio (DUBOIS, 2005). Os quasicristais constituem o caso de CMA, no qual a rede tem dimensão infinita [DUBOIS *et al.*, 2008].

As primeiras observações, referente a materiais com estruturas quasicristalinas, foram feitas por Schechtman em 1982, através da microscopia de transmissão (CHATTOPADHYAY, 1997), atraindo desde então, o interesse dos pesquisadores. Em 1984 novos estudos foram realizados por Shechtman e colaboradores que descobriam uma estrutura atômica original em uma fase composta de alumínio e de manganês. A partir deste momento, nasciam os Quasicristais.

Os quasicristais possuem uma estrutura surpreendente, incompatível com a periodicidade existente nos cristais e se destacam por suas propriedades físicas únicas. As propriedades destes materiais são um reflexo de sua estrutura cristalina rara,

caracterizada pela presença de simetrias de ordem proibida (da ordem de 5 ou 10). Outra característica das fases quasicristalinas é a sua fragilidade que torna impossível a sua utilização sob a forma de materiais maciços. No entanto, a mistura dessas fases em uma matriz dúctil é uma alternativa para superar a sua fragilidade (KENZARI, 2006).

Atualmente, as pesquisas têm como foco o estudo de suas características, propriedades e a obtenção de novas ligas capazes de formarem fases quasicristalinas. Estes materiais são obtidos por diversas técnicas, amplamente conhecidas na metalurgia, como: fundição, moagem de alta energia (MAE) ou mecanossíntese, filmes finos e técnicas de solidificação rápida.

Existem cerca de 100 sistemas de ligas metálicas capazes de formarem fases quasicristalinas. Ligas a base de alumínio, cobre, gálio, magnésio, níquel, titânio, zinco, zircônio entre outras são exemplos desses sistemas. As ligas contendo Al-Cu-Fe são as mais estudadas devido à facilidade de obtenção dos elementos e custo relativamente baixo de processamento das ligas (YOKOYAMA, et AL 2000). Depois de alguns anos de pesquisa nas ligas quasicristalinas de Al-Cu-Fe, observou-se que seu uso como partículas de reforços de materiais compósitos de matriz metálica (alumínio) parece ser muito promissor. Além de uma baixa densidade, elas conservam propriedades físicas superiores dos intermetálicos.

A utilização desses materiais no estado sólido ou como revestimentos de compósito ainda está em desenvolvimento, mas estudos publicados até agora mostram claramente o potencial destes materiais para solucionar muitos problemas enfrentados pelas indústrias (KENZARI, 2006).

Trabalhos recentes que tiveram como foco o estudo das ligas quasicristalinas de Al-Cu-Fe, demonstram que uma pequena quantidade da adição de boro pode modificar a sua estrutura de forma a melhorar consideravelmente a resistência à fratura dos materiais. Em alta temperatura, as ligas Al-Cu-TM (TM = Fe-B, Cr, Si) mostram uma elevada plasticidade após o teste de compressão (XI-YING *et al.*, 2003).

2.1 MATERIAIS CRISTALINOS

Um cristal é um sólido no qual os constituintes, sejam eles átomos, moléculas ou íons, estão organizados num padrão tridimensional bem definido, que se repete no espaço, formando uma estrutura periódica com geometria específica. Como resultado desse

processo, forma-se uma estrutura tridimensional, mantida de forma mais ou menos rígida pelas ligações entre partículas, que vai progressivamente se propagando no espaço, formado assim um sólido que tenderá, pela expressão macroscópica desta ordenação interna, a apresentar-se com grande simetria. São esses os sólidos a que chamamos cristais.

A estrutura de todos os cristais é descrita como uma rede formada por grupos de átomos chamado base – associado a cada ponto da rede. Para melhor definir as estruturas cristalinas usa-se o modelo de esfera rígida, onde os átomos (ou íons) são considerados esferas sólidas com diâmetros bem definidos.

Em sólidos cristalinos, a formação de um padrão repetitivo de um grupo de átomos, caracteriza as ordenações atômicas, sendo necessário subdividir as estruturas cristalinas em 14 pequenas entidades chamadas células unitárias. Essas células são utilizadas para representar a simetria da estrutura cristalina e são em sua maioria paralelepípedos ou prismas com três conjuntos de faces paralelas (CALLISTER, 2002).

Para redes cristalinas, as translações da rede T podem se transformar nelas mesmas. Uma operação de translação de rede T é dada por:

$$\vec{T} = u\vec{a} + v\vec{b} + w\vec{c} \quad (2.1)$$

onde, $\vec{a}$, $\vec{b}$ e $\vec{c}$ são vetores e u, v e w são números inteiros.

É dessa forma que dois pontos da rede podem ser ligados. O que define essa operação é o deslocamento de um cristal paralelamente a si mesmo através do vetor de translação T do cristal.

As operações de translação de rede fazem parte de operações de simetria de um cristal que transformam a estrutura cristalina nela mesma. Outra operação de simetria é a rotação em torno de um eixo que passa por um ponto da rede. Esses eixos podem ser unitários, binários, ternários, quaternários e cenários, com rotações de 2π , $2\pi/2$, $2\pi/3$, $2\pi/4$ e $2\pi/6$ radianos. Rotações de $2\pi/7$ ou $2\pi/5$ radianos são proibidas (KITTEL, 1978). Entretanto, os quasicristais apresentam simetria com rotações do tipo $2\pi/n$ ($n = 5, 8, 10$ e 12), as quais, com já dito, não são observadas em cristais.

2.1.1 MATERIAIS AMORFOS

Um sólido amorfo significa, literalmente, sem forma. Há uma ausência de um arranjo atômico regular e sistemático em grandes distâncias atômicas. As estruturas atômicas de um amorfo lembram a de um líquido. Na figura 2.1 tem-se esquematizado exemplos das estruturas do dióxido de silício: cristalina (a) e amorfa (b). A formação de um sólido cristalino depende da facilidade com que a estrutura atômica, aleatória, no estado líquido pode se transformar em um estado ordenado durante o processo de solidificação. Os materiais amorfos são caracterizados por estruturas atômicas ou moleculares relativamente complexas e que se tornam ordenadas, com relativa facilidade quando submetidos a tratamento térmico.

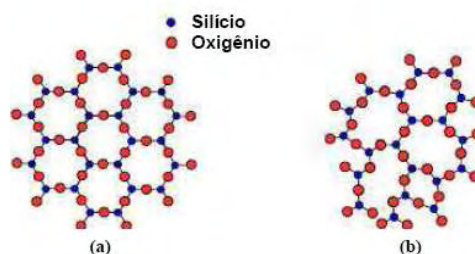


Figura 2.1 - (a) Ordenamento atômico de um cristal de SiO_2 e (b) Estrutura amorfa de SiO_2 (CADORE, 2007, p.16).

Melo e Rivera apresentam uma classificação estrutural dos amorfos: composição por redes tridimensionais não periódicas (vidros), cadeia longa de moléculas (polímeros naturais e plásticos) e ordenações intermediárias entre estes dois casos limites (cristais líquidos) (MELO, RIVERA, 2000).

2.1.2 MATERIAIS QUASICRISTALINOS

Os quase-cristais que fazem parte do grupo de Ligas Metálicas Complexas, que são caracterizadas (i) por sua fórmula química, (ii) o tamanho de sua célula unitária que são grandes e possuem até milhares de átomos em seu interior, e (iii) a variedade de conjuntos atômicos que esta célula unitária possui (DUBOIS et al., 2008), e encontram-se numa posição entre o cristal e o amorfo. Diferentemente dos cristais, os quasicristais têm estrutura complexa. Essa estrutura apresenta uma repetição quase-periódica no seu arranjo dos átomos, quase-periodicidade estas causadas pelas simetrias rotacionais não permitidas

pela cristalografia clássica: eixos de rotações de ordem cinco, oito, dez e até doze (HUTTUNEN, 2004).

A diferença entre cristais e quasicristais pode ser entendida através de uma analogia com um chão coberto de ladrilhos: pode-se recobrir o assoalho com ladrilhos triangulares, quadrados, retangulares ou hexagonais, mas não é possível fazê-lo com pentágonos, pois essas figuras não se encaixam perfeitamente e sobra espaço entre elas.

Da mesma forma, acreditava-se, até 1982, que, nos sólidos, apenas alguns padrões de ordenamento atômico eram possíveis: um padrão icosaédrico, por exemplo, não poderia ocorrer, pois icosaedros (poliedros de 20 faces triangulares iguais) não se encaixam perfeitamente, deixando espaços entre si e desta forma o ordenamento não seria perfeito. O que Shechtman mostrou em 1982 foi que existem, sim, esses materiais com ordenamento imperfeito, são os quasicristais, conforme mostrado na Figura 2.2 em que os átomos da liga Al-Cu-Fe formam uma estrutura Icosaedral (PASSOS, 2006).

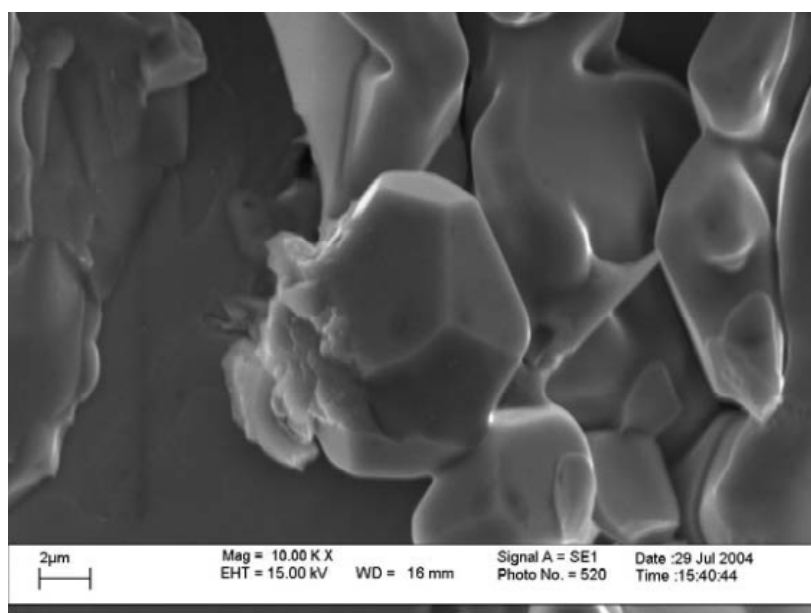


Figura 2.2 – Liga icosaedral quasicristalina de $\text{Al}_{62.2}\text{Cu}_{25.5}\text{Fe}_{12.3}$ (PASSOS, 2006).

Como foi dito acima, os materiais quasicristalinos apresentam eixo de simetria rotacional de ordem 5, 8, 10 e 12. Estas ordens de simetria podem ser denominadas como “falsas simetrias”, visto que, as operações de translação num espaço tridimensional que, são características imprescindíveis em corpos simétricos, não são aplicadas aos materiais quasicristalinos. Os quasicristais são compostos por unidades estruturais icosaedrais,

octogonais, decagonais ou dodecaedrais ao invés de células unitárias comuns aos cristais (HUTTUNEN, 2004). A Figura 2.3 mostra as estruturas dos quasicristais.

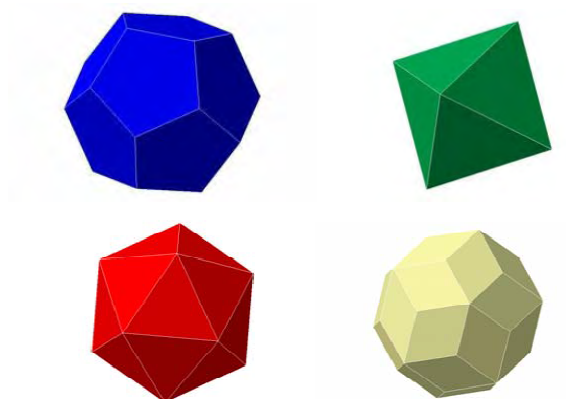


Figura 2.3 - Poliedros - Dodecaedral, octogonal, icosaedral, triacontraedral (PASSOS, 2006).

Embora os cientistas logo explicassem os difratogramas, fazendo uso de eixo de “simetria proibida” (cinco, oito, dez e doze), que tipificam a estrutura quasicristalina, não ficavam evidentes como os átomos se organizavam para preencher este espaço aperiódicamente. Uma construção matemática unidimensional trouxe uma resposta imediata para o problema e ajudou a entender a natureza da ordem aperiódica quasicristalina, a seqüência de Fibonacci. Essa série consiste em uma sucessão de dois objetos, às vezes simbolizada por dois elementos de linha reta, sendo um longo (L) e outro curto (C), que crescem seguindo regras de substituições simples. Uma construção deste tipo encontra-se exemplificada na Figura 2.4 (ROUXEL, PIGEAT, 2006).

- 1 - L
- 2 - LC
- 3 - LCL
- 5 - LCLLC
- 8 - LCLLCLCL
- 9 - LCLLCLCLLCLLC, etc.

Ou ainda:

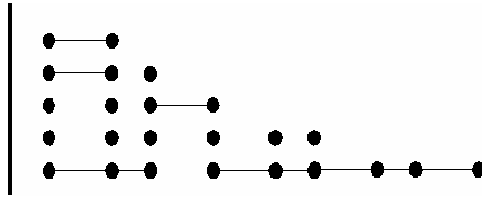


Figura 2.4 - Representação da série de Fibonacci (ROUXEL, PIGEAT, 2006).

O número de L ou C de cada etapa é a soma de L (ou C) das duas etapas precedentes. O n° de L/ n° de C, toma os valores sucessivos (1/1, 2/1, 3/2, 5/3, 8/5, 13/8,...), esta razão tende, curiosamente, ao n° de ouro (JANOT, DUBOIS, 1998). Através do número de ouro (número irracional τ – eq. 3.1) podemos definir a distância entre os planos. A Figura 2.5 mostra a variação do espaçamento interplanar de uma amostra quasicristalina sendo influenciada pelo número de ouro.

$$\tau = \frac{1+\sqrt{5}}{2} = 1.618 \dots \quad (2.2)$$

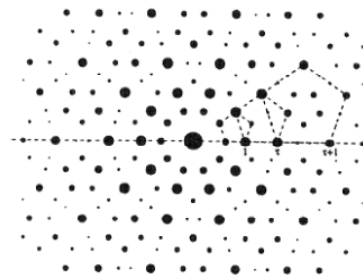


Figura 2.5 - MET do quasicristal com eixo de simetria de ordem cinco. A simetria pentagonal e uma repetição infinita com razão igual ao número de ouro (SORDELET, DUBOIS, J.M., 1997)

A sequência apresentada na Figura 2.4, embora infinita, nunca se torna periódica, mas é ordenada, visto que cada etapa de formação depende de duas etapas precedentes. A construção da estrutura quasicristalina se dá por substituição, utilizando a série de Fibonacci como regra de crescimento. Pode-se, dessa forma, concluir que a estrutura quasicristalina é instável, quando comparada aos cristais num espaço unidimensional. Em

contrapartida, para um espaço bi ou tridimensional o crescimento por substituição, utilizando esta série, é a explicação plausível para estruturas, por exemplo, icosaedrais (pentagonais), onde a simetria de ordem 5 não poderia se acomodar numa sequência periódica (ROUXEL, PIGEAT, 2006).

Alguns estudos feitos com microscopia de tunelamento mostram que as camadas atômicas na superfície de uma liga quasicristalina Al-Cu-Fe e Al-Pd-Mn apresentam degraus (gaps), Figura 2.6, que em alguns trechos eles mostram uma variação de dimensão que se reflete na série de Fibonacci (CAI *et al*, 2001).

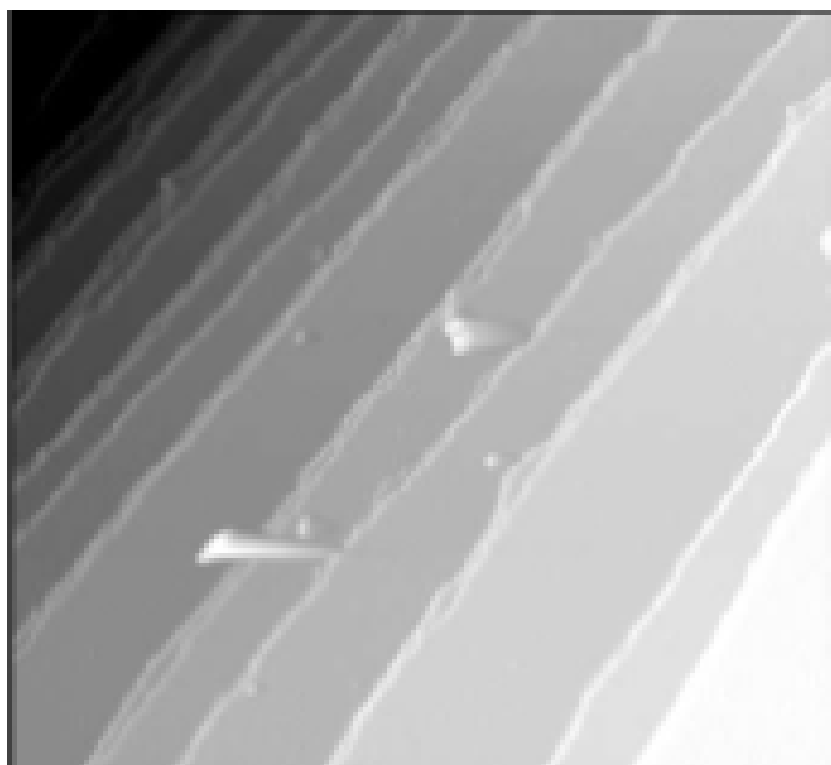


Figura 2.6 – Fotomicrografia de microscópio de tunelamento da liga AlPdMn mostrando os degraus da superfície em escala nanométrica de 400nm x 400nm (CAI *et al*, 2001).

Hoje em dia, o modelo mais usado e aceito para descrever a estrutura quasicristalina é o Modelo de Penrose, que é discutido por Jean-Marie Dubois (DUBOIS, 2005).

O físico inglês Roger Penrose inventou um tipo de mosaico de duas formas com simetria de ordem cinco, que preenche o plano e não é periódico (ALENCAR, 2006). Os

mosaicos de Penrose são formados a partir de um triângulo isósceles de lados iguais a Φ como mostra a Fig. (2.7). Esse triângulo converte-se em dois, dividindo-se um dos lados em uma parte que mede 1 e outra que mede $(\Phi - 1)$. Combinando esses novos triângulos, Penrose criou dois tipos de mosaico, uma seta e uma arraia, Figura 2.7 e 2.8.

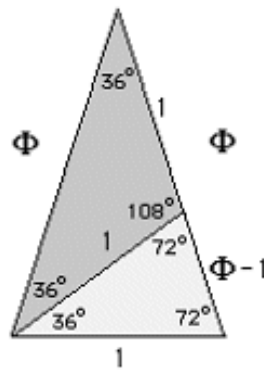


Figura 2.7 - O triângulo isósceles de lados Φ e 1 criado por Penrose e sua divisão (ALENCAR, 2006).

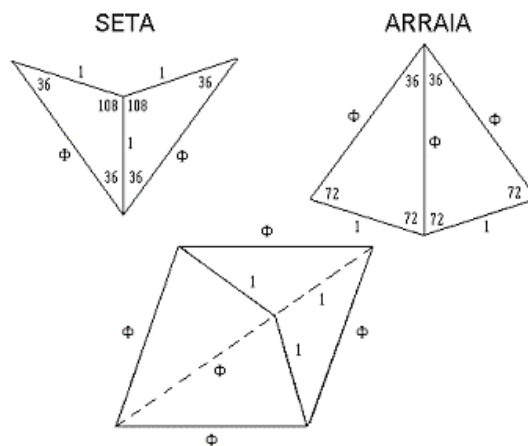


Figura 2.8 - Mosaicos de Penrose nas formas de seta e arraia (ALENCAR, 2006).

Formalmente, as noções da lei de Bragg e as definições de espaço recíproco aplicam-se, de uma maneira similar, na determinação das estruturas no sistema quasiperiódico. Pode-se prever, qualitativamente, que os diagramas de difração dos quasicristais são constituídos de picos estreitos, definidos num espaço recíproco, com as simetrias da estrutura. É evidente que não existe uma rede recíproca periódica. Desta

forma, fez-se necessário “criar uma rota” da “quasicristalografia” para precisar, onde estão dispostos os átomos nos quasicristais, no espaço real (JANOT, DUBOIS, 1998).

A indexação das fases quasicristalinas é detalhada e bem discutida por Jean-Marie Dubois (DUBOIS, 2005).

Nos dias atuais, uma centena de ligas quasicristalinas é conhecida, sendo a maioria a base alumínio. Entre essas, as mais estudadas são as Al-Cu-Fe.

2.2 SISTEMA Al-Cu-Fe: EM EQUILÍBRIO

O diagrama de Al-Cu-Fe foi inicialmente estudado por Bradley. Em seus trabalhos, eles discutiram a então desconhecida fase ψ , como sendo AlCu_2Fe , e na média da região $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{22,5}\text{Fe}_{12,5}$. Para eles estas fases eram formadas pela reação peritética das fases β_2 - AlFe_3 com o líquido remanescente. A Figura 2.9 mostra o diagrama de fases Ternário da liga de AlCuFe rica em alumínio.

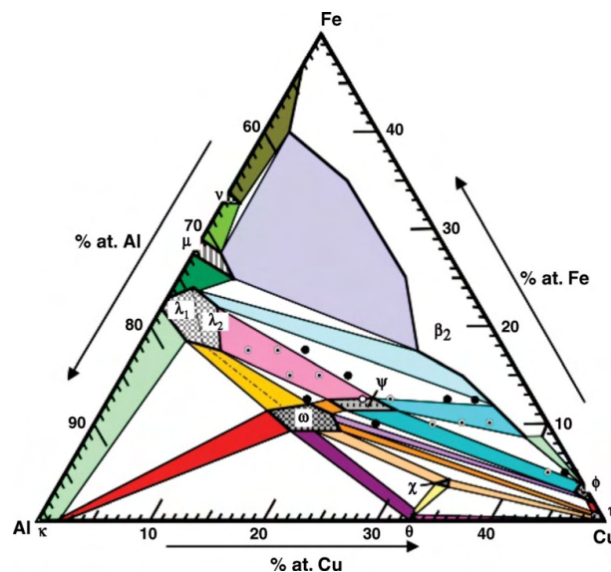


Figura 2.9 - Diagrama de fases Ternário da liga de AlCuFe rica em alumínio.

(DUBOIS *et al.*, 2008)

FAUDOT *et al.* (1991), esquematizaram outro diagrama pseudo-binário. Neste, observou-se uma faixa estreita de composição para a fase quasicristalina sendo esta de $\text{Al}_{(61,75-64)}\text{Cu}_{(24-24)}\text{Fe}_{(12-12,75)}$. Neste caso a fase quasicristalina é obtida pela reação

peritética da fase $\beta\text{Al}(\text{Cu},\text{Fe})$, a fase $\gamma_2\text{-Al}_3\text{Fe}$ e o líquido remanescente a uma temperatura de 860°C (PASSOS, 2006).

No caso da liga de composição de $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{22.5}\text{Fe}_{12.5}$, a faixa de temperatura de recozimento para promover a reação peritética, está em torno de 600°C a 800°C. A fase quasicristalina, na temperatura ambiente, ocorre com a presença da fase $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, também em equilíbrio com a fase $\beta\text{-Al}_5(\text{Cu},\text{Fe})_5$. Isto foi observado pela primeira vez por BUUREN *et al.* (1991).

As fases que constituem o sistema ternário AlCuFe estão resumidas na Tabela 2.1, onde esta indica, igualmente, a estrutura das fases (HUTTUNEN, SAARIVIRTA, 2004).

Tabela 2.1 – Fases do sistema AlCuFe (PASSOS, 2006).

Fase	Estrutura
η	AlCu – Ortorrômbica tipo Ni_2Al_3
τ	AlCu(Fe)
θ	Al_2Cu - Tetragonal
λ	Al_7Fe_2 - Ortorrômbica
$\lambda_1\lambda_2$	Al_3Fe com diferentes quantidades de cobre dissolvido.
λ	$\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ - Monoclínica
μ	Al_5Fe_2 - Monoclínica
B_1	AlFe_3 - CCC
β	$\text{Al}_5(\text{Cu},\text{Fe})_5$, $\text{AlFe}(\text{Cu})$ - Cubica (tipo CsCl)
Φ	Al Cu Fe tipo Ni_2Al_3
χ	$\text{Al}_{18}\text{Cu}_{10}\text{Fe}$
ψ	$\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ - Icosaedral
ω	$\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ - Tetragonal.

2.2.1 LIGAS DE AL-CU-FE-B

Muitos estudos (Janot, Dubois, 1998, Stebut, Bessen, 1996, Sordelet *et al.*, 1998) indicam que a maioria das CQs é muito frágil em temperatura ambiente e muito fácil de ser fraturada, mesmo tendo sido submetido a uma deformação muito pequena. Em

alta temperatura, Al-Cu-TM CQs (TM = Fe-B, Cr, Si) mostram uma elevada plasticidade após a compressão. Para as ligas quasicristalinas de Al-Cu-Fe, uma pequena quantidade da adição de boro pode modificar a sua estrutura e melhorar significativamente a resistência à fratura dos materiais. Geralmente, como os quasicristais (QC's) carecem de deformação plástica à temperatura ambiente, é mais difícil interpretação da tenacidade à fratura de QCs do que o de outras ligas comum.

XI-YING *et al.* (2003), por meio da técnica de indentação Vickers encontraram, o Módulo de elasticidade, a microdureza e a tenacidade à fratura da liga quasicristalina $\text{Al}_{59}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,5}\text{B}_3$, com valores de 134GPa, 6.5GPa e $1.36\text{MPa}\sqrt{m}$, respectivamente. Observou-se que o tamanho radial da sua trinca é de cerca de 250 - 500nm. Eles chegaram a conclusão, com isso, que a iniciação da trinca e sua propagação depende de sua microestrutura, na qual existe microtrincas pré-existente e um pequeno número de poros. A falha da fratura deste QCs induzido pela indentação pode ter ocorrido pela existência das falhas intergranular e as falhas transgranular.

2.3 PROPRIEDADES DOS QUASICRISTAIS

Toda aplicação tecnológica de qualquer material depende de suas propriedades. No caso dos quasicristais o interesse advém, principalmente, de suas propriedades físico-químicas paradoxais, para sistemas metálicos, e de suas propriedades eletrônicas, além, evidentemente, de suas características macroestruturais ímpares. As principais são as seguintes: os quasicristais são materiais metálicos, mas agem quase como isolantes para eletricidade e condução de calor. Esses materiais são muito duros e resistem à fricção e ao desgaste. Também não desgruda da superfície a que está aderida facilmente, como o teflon, de forma que as pessoas usam-nos para recobrir frigideiras e painéis – mas, ao contrário do teflon, se você os raspa com uma faca, eles não se soltam não se desgastam. Em outra aplicação, importante e muito útil é, criar um material e, no seu interior, faz precipitar partículas muito pequenas de quasicristais. Desta forma melhoram-se substancialmente as propriedades mecânicas daquele material. Um exemplo é o aço comercial produzido na Suécia sob patente por uma companhia chamada Sandvik. Eles produzem comercialmente um aço inoxidável extremamente forte e duro, que é usado em hospitais e barbeadores elétricos. Outros usos para os quasicristais estão em adicionar pequenas esferas desse material em plásticos, desta forma, consegue-se fazer com que o

plástico não se desgasta tão facilmente. Por exemplo, muitos aparelhos têm engrenagens de plástico, como, ventiladores e bate-deiras e, se for adicionado quasicristais em pó nestes materiais, eles não se desgastaram e duraram por muito mais tempo.

Os Quasicristais ricos em alumínio, por exemplo, tem condutividade elétrica muito baixa, quando comparada com ligas de base alumínio cristalinas ou amorfas a baixas temperaturas. Além do mais, essa condutividade diminui com o aumento da temperatura, contrariando o comportamento dos metais comuns. Sua condutividade térmica é muito baixa (ROUXEL, PIGEAT, 2006). Em baixas temperaturas, as ligas quasicristalinas i-AlCuFe e i-AlPdMn têm propriedade térmica semelhante à de alguns óxidos, tais como os de Zircônia, que são considerados excelentes isolantes. Possuem boa resistência à corrosão e à oxidação.

Curiosamente, os quasicristais detêm elevada fragilidade e são quebradiços. Todavia, de temperaturas até cem graus, abaixo do ponto de fusão, tornam-se super plástico (KANG, DUBOIS, 1992). Uma interpretação desta fragilidade é que suas estruturas não apresentam os planos de escorregamento tradicionais, o que os torna de difícil deformação e, o movimento das linhas de discordância levaria à destruição da rede quasiperiódica. Finalmente, alguns dos QC ricos em alumínio apresentam dureza muito elevada, comparáveis a de ligas metálicas cristalinas das mais duras (ROUXEL, PIGEAT, 2006).

Uma das grandes vantagens dos materiais quasicristalinos é a união de propriedades superficiais excepcionais, o que chamou muito a atenção dos pesquisadores. O estudo das propriedades superficiais é relativamente recente, sendo bem explorada desde 1993 particularmente por Dubois em Nancy (ROUXEL, PIGEAT, 2006). Das propriedades dos materiais quasicristalinos, talvez a mais notável seja a baixa energia superficial (molhabilidade de líquidos) e baixo coeficiente de atrito. Estas duas propriedades estão diretamente relacionadas com a estrutura eletrônica dos quasicristais. As ligas icosaedrais Al-Cu-Fe são de grande interesse comercial por apresentarem baixo coeficiente de atrito, elevada dureza e boa resistência a (KIM *et al.*, 2001). Estas ligas apresentam, ainda, baixo coeficiente de expansão térmica e elasticidade, caracterizada pelo Módulo de Young, próxima dos metais comuns (PASSOS, 2006).

2.4 ESTUDOS DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS (ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS)

As avaliações das propriedades mecânicas de um material têm, sem dúvidas, maior credibilidade, quando sua resistência à deformação é analisada, o que pode ser feito através de ensaios não destrutivo. Dentre os ensaios não destrutivos mais utilizados, destaca-se o teste de dureza, que é uma técnica simples e rápida para se obter uma grande variedade de dados experimentais, acerca das propriedades mecânicas dos materiais ensaiados.

A importância dos ensaios de microdureza cresce quando se trata do estudo das propriedades mecânicas de revestimentos, onde se podem ter informações de finas camadas depositas sem a intervenção das propriedades do substrato. A popularidade desta técnica reside no fato que as propriedades mecânicas do revestimento podem ser compreendidas sem a remoção do substrato, bem como na possibilidade de analisar a sua superfície em diversos pontos e efetuar um levantamento espacial das propriedades mecânicas.

2.4.1 DUREZA

A dureza pode ser definida como a resistência que um corpo impõe para impedir a penetração de outro corpo. Basicamente, para os testes de dureza, é avaliada a resistência de um material à penetração de outro material mais duro (Rodon, P, 2009). O indentador tem tamanhos e formas específicas, e a dureza pode ser medida com base nas características das marcas de impressão ou indentação, e da carga aplicada.

O material que compõe o penetrador deve ser mais duro do que o material está sendo testado. Portanto, para a cerâmica, é comum o uso de penetradores de diamante. A indentação é medida e, em seguida, montados uma relação específica para o indentador usado. Por exemplo, um penetrador Rockwell está relacionado com a dureza Rockwell, e o valor é a dureza Rockwell (YOUNT, 2006)

Métodos de análise de macro-dureza requerem amostra de tamanhos grandes e que os testes nas amostras sejam muitas repetidas, exigindo uma grande quantidade de amostras. Portanto, a dureza macro não pode ser realizada em amostras pequenas. Em vez disso, para amostras menores são feitas testes de medidas de microdureza.

2.4.2 MICRODUREZA

O termo ‘teste da microdureza’ usualmente se refere à identações estáticas provocadas por cargas menores que 1kgf. O indentador pode ser a pirâmide de diamante Vickers ou a pirâmide alongada de Knoop, figura 2.10. O procedimento de teste de micro-dureza é muito semelhante ao do teste padrão Vickers, exceto que é feito numa escala microscópica e com instrumentos de maior precisão. A microdureza é um parâmetro mecânico relacionado à estrutura e composição do material. Ela também é, pode ser influenciados pelos efeitos de solução sólida relacionada com a natureza química dos átomos, agregados de defeitos e regiões amorfas, ou por qualquer defeito, pontuais ou não, que dificultem o movimento de discordâncias (BAMZAI *et al.*, 2000). Este teste dá uma visão sobre as propriedades mecânicas, tais como constantes elásticas, elasticidade, plasticidade, anisotropia dureza, comportamento à fluência, e comportamento à fratura (BHAT *et al.*, 2005).

Como foi dito anteriormente, os penetradores para o ensaio de dureza são o Knoop ou Vickers e os ensaios podem ser feitos em conformidade com as normas ASTM Standards (ASTM. 2005 (ASTM E 384-99, ASTM 1327-03; ASTM C 1326-03)). O procedimento para ambos os testes são os mesmos, mas como a geometria do penetrador varia as correlações e as estimativas de erros também irão variar. (PRASAD *et al.*, 2001).

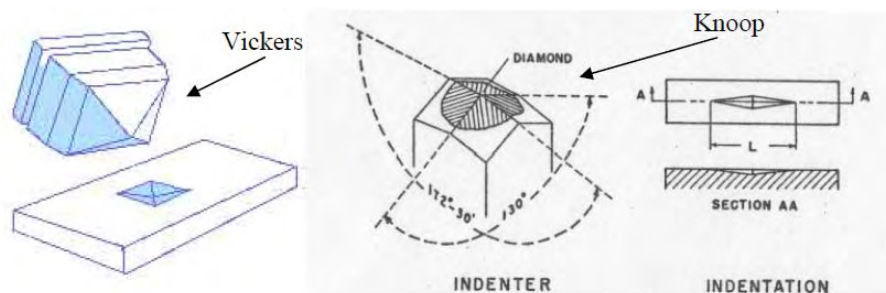


Figura 2.10 - Indentadores para ensaios de dureza Knoop e Vickers (PRASAD *et al.*, 2001).

A dureza é geralmente expressa em GPa e pode ser calculada usando a equação

$$HV = 0,0018544 \frac{P}{d^2} \quad (2.3)$$

onde P é a carga de indentação em N e d é o comprimento da diagonal em μm . As normas ASTM também fornecem métodos para a realização de análise estatística (ASTM, 2005. ASTM 1327-03), de dados de ensaios de dureza, incluindo a dureza média e o desvio-padrão. A dureza média pode ser calculada usando a equação.

$$\overline{HV} = \sum \frac{HV_n}{n} \quad (2.4)$$

onde o número médio Vickers é calculado somando-se todos os números de dureza Vickers medidos e dividindo pelo número de medições. O desvio padrão pode ser calculado usando a equação

$$S = \frac{\sqrt{(\overline{HV} - HV_n)^2}}{n-1} \quad (2.5)$$

onde s é o desvio-padrão, $\overline{HV}$ é o número médio da dureza Vickers, HV_n é o número da dureza Vickers da enésima medição, e n é o número de medições.

2.4.3 MICROINDENTAÇÕES

Com o passar do tempo, as escalas de medida foram se tornando cada vez menores e outros métodos para aplicar e medir forças mais sensíveis surgiu, permitindo aplicação de pequenas forças, resultando assim, em deformações no material em escala nanométrica. Estes são chamados de testes de nanoindentação. Este ensaio de penetração pode ser feitos em amostras com volume muito pequenos. Em escala micrométrica, esta técnica de penetração instrumentada, permite que as propriedades dos filmes sejam medidas sem a interferência do substrato, isto porque, filmes finos e revestimentos, em particular, têm dimensões pequenas, cujas propriedades podem ser diferentes daqueles de um material com uma escala maior e com a mesma composição. Desta forma, como podemos ver no caso dos revestimentos e superfícies, são necessárias profundidades muito pequenas de indentação para que as propriedades mecânicas sejam obtidas sem que ocorra alguma influência do substrato e, conseqüentemente, a leitura errada dos resultados da medida de dureza efetuada.

A partir dos dados da curva força versus deslocamento, que a técnica de nanoindentação fornece, é possível determinar propriedades, tais como, dureza e módulo de elasticidade. A técnica de penetração instrumentada também pode ser utilizada para estimar a tenacidade à fratura de filmes ultrafinos e realizar testes de risco e de desgaste em escala nanométrica.

Nanoindentação é, portanto, um excelente método para medir propriedades mecânicas superficiais (OLIVER *et al*, 1992, FAZIO, 2001), e vem ganhando cada vez mais força com o uso crescente de nanocompósitos e filmes finos.

2.4.4 MÓDULO DE ELASTICIDADE

Para um material o grau de deformação e da sua reação depende da magnitude da tensão imposta (CALLISTER, 2002). Para a maioria dos metais, que são submetidos a uma tensão de tração em níveis relativamente baixos, a tensão e a deformação são proporcionais entre si, de acordo com a relação:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (2.6)$$

Onde:

σ = tensão (força por unidade de área)

ε = deformação (percentual do comprimento original que foi deformado)

Essa relação é conhecida como a Lei de Hooke, e a constante de proporcionalidade E (em GPa ou psi) é o módulo de elasticidade, ou módulo de Young. Para a maioria dos metais típicos, a magnitude desse módulo varia entre 45GPa, para o magnésio, e 407 GPa, para o tungstênio. O valor do módulo de elasticidade é primordialmente determinado pela composição do material e é apenas indiretamente relacionado com as demais propriedades mecânicas (VAN VLACK, 1970).

O processo de deformação, no qual a tensão e a deformação são proporcionais, é chamado de deformação elástica, o gráfico da tensão em função da deformação é uma linha reta. A inclinação (coeficiente angular) deste segmento linear corresponde ao módulo de elasticidade, E . Esse módulo pode ser considerado a rigidez, ou a resistência do material a deformação elástica.

Em escala atômica, a deformação elástica macroscópica é manifestada como pequenas alterações no espaçamento interatômico e na extensão de ligações interatômicas. Como consequência, a magnitude do módulo de elasticidade representa uma medida da resistência à separação de átomos adjacentes, isto é, as forças de ligações interatômicas [SOUSA, 2009].

Para o cálculo do módulo de elasticidade, em ensaios de nanoindentação com penetradores Berkovich e Vickers, pode ser utilizada a equação abaixo:

$$E = \frac{1-\nu^2}{E_r} = \frac{1}{E_r} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (2.7)$$

onde E_r é o Módulo de Elasticidade Biaxial, ν é o coeficiente de Poisson, E_i é o Módulo de Elasticidade do Penetrador e ν_i é o coeficiente de Poisson do penetrador. Para o Módulo de Elasticidade temos:

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (2.8)$$

Onde, S é a Rigidez de Contato e é a relação entre a força e o deslocamento, quando o penetrador é retirado da amostra, ou seja, quando a resposta do material for inteiramente elástica. Já β , é uma constante geométrica e está relacionado com o penetrador. Para penetradores Vickers, β é igual a 1,034 e para penetradores Berkovich seu valor é igual a 1,012.

2.4.5 TENACIDADE À FRATURA

Tenacidade é uma medida da energia máxima que um material pode absorver antes de ocorrer à fratura. Já a Tenacidade à fratura é o máximo fator de intensidade de tensões que causaria falha no material sob um carregamento axial simples. Ela é considerada uma propriedade do material e, portanto deve ser independente de tamanho, geometria e níveis de carregamento para um material com uma determinada microestrutura. Uma medição confiável de tenacidade à fratura é um pré-requisito para o projeto de componentes estruturais com base nos princípios da Mecânica da Fratura.

A Tenacidade à fratura do material pode ser estimada através de trincas produzidas em ensaios de penetração. Tenacidade à fratura é representada por K_{IC} que pode ser determinado através da seguinte fórmula:

$$K_{IC} = Y \sigma_f \sqrt{\pi b} \quad (2.9)$$

onde Y é o fator de geometria adimensional, σ_f é o esforço aplicado na falha, e b é o comprimento de uma trinca no material. As unidades de K_{IC} é $\text{MPa}\sqrt{m}$. Desta forma, o K_{IC} não pode ser determinado com precisão nos testes convencionais. Portanto, a metodologia utilizada para calcular a tenacidade à fratura baseada na propagação de trincas produzidas é a microindentação (YOUNT, 2001).

2.4.5.1 ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA (k_{IC})

A premissa básica da Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) é que a propagação instável de uma descontinuidade existente ocorrerá somente quando o valor de K atingir um valor crítico denominado K_{IC} . O K_{IC} , geralmente chamado de tenacidade à fratura do material, é uma propriedade do material, que depende da temperatura e da taxa de carregamento.

Trincas produzidas através de indentação Vickers foi proposta, pela primeira vez, como uma técnica de avaliação de tenacidade a fratura com PALMQVIST, 1962. Desde então, muitos trabalhos tem estudado o relativo crescimento de trincas produzidas por indentação Vickers em materiais frágeis. Neste trabalho, utilizou-se a microindentação Vickers porque neste tipo de ensaio o indentador, que é uma pirâmide de diamante, produz fissuras bem definidas, e em alguns trabalhos anteriores observou-se que valores de tenacidade à fratura, obtida com um penetrador Vickers, são independentes da carga de indentação (GONG, 2002).

Os modelos de tenacidade à fratura baseados no desenvolvimento de trincas, que são governadas pelo campo de tensão elástico-plástico são usualmente classificados de acordo com a forma geométrica da trinca abaixo da indentação, e tem dois sistemas principais, (SONG, VARIN, 1997), figuras 11 e 12:

➤ Sistema radial mediano ou sistema mediano ("half-penny"): Trincas que se formam como resultados de indentação Vickers e chegam à superfície como radial

mediana. Neste sistema, a força motriz, para o campo de tensão da trinca, é formada por uma componente elástica, responsável pelo crescimento da trinca durante o carregamento, e uma componente plástica, responsável pela extensão da trinca superficial durante o descarregamento. Para uma dada carga crítica de indentação, uma trinca inicia-se abaixo do ponto de contato devido à geração de uma componente de tensão trativa. A trinca que se forma abaixo da superfície é comumente referida como trinca mediana. Para o indentador piramidal Vickers, a trinca mediana aparece na forma de duas trincas circulares mutuamente perpendiculares e na direção paralela às diagonais da indentação. Quando a carga é retirada e o indentador é removido, as trincas medianas de subsuperfície tornam-se instáveis e propagam-se na direção da superfície indentada dando assim origem às trincas radiais.

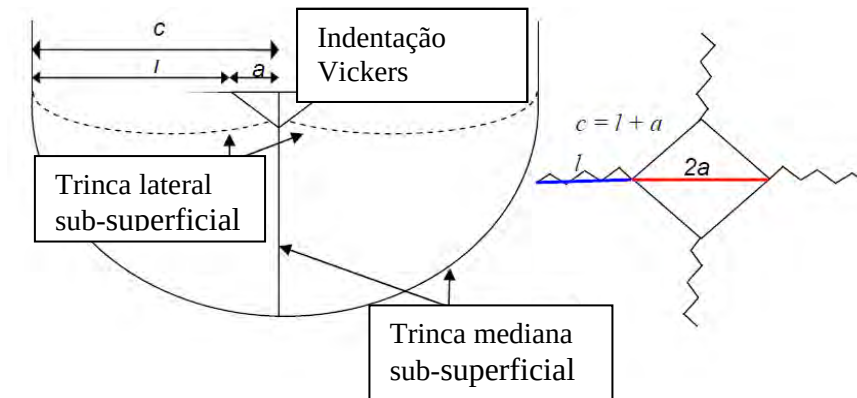


Figura 2.11 - Sistemas de trincas Half-Penny

➤ Sistema Palmqvist: trincas radiais, que se formam durante o carregamento localizado, causadas por deformação plástica associada ao contato. Em alguns materiais frágeis, em corpos de prova com superfície polida e com tenacidade relativamente alta, trincas de superfície radiais rasas, conhecidas como trincas de Palmqvist podem se formar a cargas de indentação relativamente baixas antes da trinca mediana de subsuperfície, figuras 2.12.

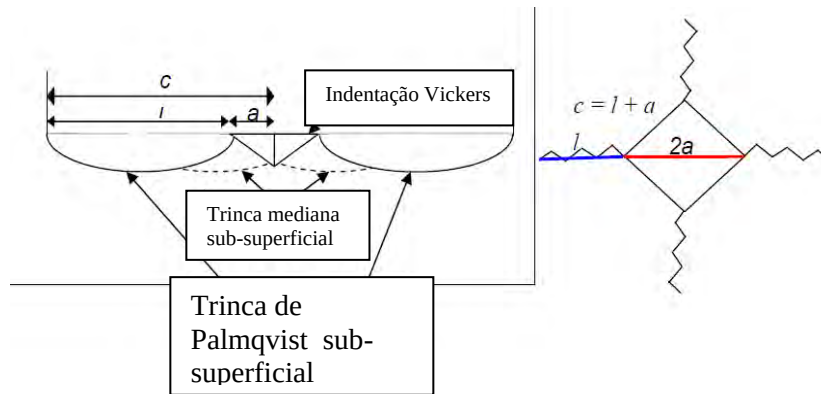


Figura 2.12 - Sistemas de trincas Palmqvist

Tem havido muita discussão sobre os métodos utilizados para diferenciar Sistema radial mediano e o Palmqvist com base na superfície do sistema de trinca. O tipo de trinca pode ser distinguido com base na razão entre o comprimento da trinca mais a diagonal da indentação (c / a).

Uma sugestão, geralmente, aceita é: se $\frac{c}{a} \geq 2$, então a trinca é do sistema Mediano, e se $\frac{c}{a} < 2$, então a trinca é do sistema Palmqvist (PONTON, RAWLINGS, 1989, ANSTIS *et al*, 1981). Além disso, pode haver uma transição de trincas Palmqvist para as trincas do sistema Radial Mediano em cargas elevadas, (BAMZAI, 2000). Existem alguns debates na literatura sobre a relação $\frac{c}{a}$ que define a transição entre Palmqvist e Radial Mediano. Bhat sugeriu que $\frac{c}{a} \geq 3$ indica o sistema Radial Mediano e $\frac{c}{a} < 3$ indica o sistema Palmqvist (BHAT, 1981). Em trabalhos posteriores, Bamzai e Bhat propuseram que se $\frac{c}{a} \geq 2,5$ indica um sistema de trincas Radial Mediano $\frac{c}{a} < 2,5$ indica sistemas de trincas Palmqvist (BHAT, 2005; BAMZAI, 2001). Dub propôs os critérios para ser $\frac{c}{a} > 2,1$ (DUB, 1992). Geralmente os materiais com baixa tenacidade irão apresentar trincas Radial-Mediano, enquanto os materiais com alta resistência apresentam o sistema de trincas Palmqvist, embora isso nem sempre seja verdade. Além disso, alguns materiais podem demonstrar ambos os regimes, em que eles exibem o sistema Palmqvist em baixas cargas de indentação e o Radial mediano em cargas grandes de indentação (GLANDUS *et al*, 1991). O valor adotado $\frac{c}{a}$ pode, portanto, variar de acordo com os materiais, e é importante que estes dois tipos de trincas não sejam confundidos, porque fornecem valores muito diferentes da tenacidade à fratura (GLANDUS *et al*, 1991).

Uma maneira mais precisa para determinar o tipo de trinca é avaliar o relacionamento das trincas com as indentações. Trinca Radial Mediano permanecerá sempre ligado à pirâmide invertida da indentação, e Palmqvist sempre se destacará quando a superfície for removida (GLANDUS *et al*, 1991).

A principal diferença entre os sistemas de trincas Radial Mediano e o Palmqvist existe na sub-superfície da trinca no material. No sistema Radial Mediano, fissuras emanadas da ponta se propagam lateral e radialmente e no Sistema Palmqvist as fissuras viajam apenas lateralmente.

2.4.5.2 CORRELAÇÕES DA TENACIDADE À FRATURA

Não existe apenas uma fórmula para determinar a tenacidade à fratura a partir da indentação, porque as condições de ensaio e a resposta que o material desempenha têm um grande papel na determinação da resistência (GLANDUS *et al*, 1991). Existem também algumas discrepâncias entre os valores de K_{IC} , determinados pelas técnicas de indentação e aqueles obtidos através de métodos mais convencionais. Razões propostas para estas diferenças incluem a dependência da geometria da trinca em relação à carga de indentação aplicada, a dependência da geometria das trincas com relação às propriedades macroestruturais do material em estudo, e, finalmente, os efeitos de alguma deformação não ideal no comportamento da fratura (lateral rachaduras, crescimento subcrítico de rachaduras, ou transformação de fase, devido à penetração) (GONG, 1999). Equações para calcular a tenacidade à fratura foram desenvolvidas e aperfeiçoadas e mais de 20 relações semi-empíricas têm sido propostas. Abaixo estão listadas as mais utilizadas na literatura. Essas relações podem ser classificadas em quatro grupos gerais (DUB, 1992).

No primeiro grupo, a tenacidade à fratura é determinada pelo o tamanho da trinca radial e pela carga do penetrador.

Equações de equilíbrio para trincas Radial Mediano foram descritos por Lawn e Fuller (LAWN, MARSHALL, 1989) sendo:

$$K_{IC}\beta_0 = \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2.10)$$

onde P é a carga aplicada, c é comprimento da trinca a partir do centro da indentação até o fim da trinca e β_0 é um valor empírico para explicar a geometria e, comumente adota-se $\beta_0=7$ para o penetrador Vickers. Esta equação é independente da carga, pois para qualquer carga aplicada, o tamanho da trinca correspondente trará o valor correto da tenacidade à fratura.

No segundo grupo de equações, a dureza e a diagonal da impressão são levadas em consideração para explicar a plasticidade necessária para remover as tensões singulares na ponta indentador (Dub, 1992). Para os materiais de carga dependente testada com um penetrador Vickers, Evans e Charles (EVANS, CHARLES, 1976), determinaram que esta equação será

$$K_{IC} = 0,016H_v \frac{a^2}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2.11)$$

onde H_v é a dureza Vickers.

No terceiro grupo, o módulo de elasticidade é levado em consideração, inserindo a relação $(E / H)^{0,5}$. Para os materiais dependente da carga a equação 3 deve ser adotada:

$$K_{IC} = 0,028H_v \frac{a^2}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2.12)$$

Nesta equação, desenvolvida por ANSTIS et. Al, 1981, E é o módulo de elasticidade do material da amostra e H é a pressão de contato média (P/a^2) exercida pelo penetrador Vickers. A equação abaixo

$$K_{IC} = 0,028 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2.13)$$

também pode ser usada (DUB, 1992).

O quarto grupo de equações se aplica a materiais com trincas radiais curtas (valores baixos de c/a), também referenciados como trincas Palmqvist. O desenvolvimento destas equações deu-se paralelamente ao desenvolvimento das equações de trincas radial mediano, mas difere porque as trincas Palmqvist não estão totalmente desenvolvidas. Portanto, os parâmetros, tais como a resistência da trinca, foram considerados no

desenvolvimento da mecânica da fratura aplicável. Estas fissuras foram pela primeira vez vistas como um meio para determinar a tenacidade à fratura por Palmqvist (PALMQVIST, 1962). A equação básica para fissuras Palmqvist é similar à equação (2.10):

$$K_{IC}\beta_0 = \left(\frac{P}{l}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.14)$$

onde P é a carga aplicada, l é o comprimento da trinca a partir da extremidade da indentação até o fim da trinca, e β_0 é um parâmetro empírico. Geralmente $\beta_0=7$ para o penetrador Vickers (BHAT, 2005).

Uma equação que incorpora dureza e a equação (2.11) em paralelo é

$$K_{IC} = \beta \left(H_v \frac{P}{4l} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.15)$$

onde, β é um parâmetro empírico dependente do material (NIIHARA *et al*, 1982). O termo $P/4l$ foi introduzido como um parâmetro que descreve a resistência da fissura e distingue o desenvolvimento do sistema de trincas de Palmqvist do desenvolvimento do sistema de trincas Radial Mediano. Uma equação para trincas Palmqvist, que incorpora o módulo de elasticidade e dureza, é a seguinte (NIIHARA *et al.*, 1982; SHETTY *et al*, 1985; LANKFORD, 1982).

$$K_{IC} = 0,0264H_v a \left(\frac{E}{H_v} \right)^{\frac{2}{5}} \frac{l}{l^{\frac{1}{2}}} \quad (2.16)$$

É importante notar que a Tenacidade à Fratura associada com as trincas de Palmqvist pode variar drasticamente com carga do indentador (Dub, 1992).

As equações das trincas Medianas têm sido usadas por muitos grupos. Uma amostra do que pode ser encontrado está nas referências (ANSTIS *et al*, 1981; BHAT, 1981; DUB, 1992; GONG, 1999). Muitos grupos têm também utilizadas as relações de trincas de Palmqvist, cujos exemplos são encontrados nas referências (GLANDUS *et al.*, 1991; NIIHARA *et al*, 1982, LANKFORD, 1982). Diversos grupos têm comparado as correlações das trincas dos dois sistemas, trincas Radial Mediano e Palmqvist.

Como mencionado anteriormente, existem muitas correlações deduzidas empiricamente para o cálculo da tenacidade à fratura e destinadas a uma ampla variedade de materiais. No entanto, estas equações variam de acordo com o material e o estudo realizado. Por esse motivo, este método não é suficiente para fornecer os valores quantitativos da tenacidade à fratura apenas com a microindentação. Em vez disso, a indentação da tenacidade à fratura pode dar valores relativos que indicam uma mudança na tenacidade à fratura (CLINARD, 1984). A forma geral para a trinca radial Mediana é

$$K_{IC} = \frac{KP}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (2.17)$$

E a forma geral da trinca Palmqvist é

$$K_{IC} = K \left(\frac{P}{l} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.18)$$

onde k é um parâmetro empírico dependente do material. Para efetivamente usar esses parâmetros com o objetivo de determinar tenacidade à fratura relativa, de um dado material a razão entre os comprimentos das trincas é usada para determinar as mudanças relativas de amostras brutas para amostras tratadas termicamente. A relação das trincas Radial Mediano a partir da equação (2.17) é

$$\frac{K_{IC}}{K_{IC_0}} = \frac{c_0^{\frac{3}{2}}}{c^{\frac{3}{2}}} = \frac{(a_0 + l_0)^{\frac{3}{2}}}{(a + l)^{\frac{3}{2}}} \quad (2.19)$$

onde K_{IC_0} é a tenacidade à fratura das amostras como recebidas, K_{IC} é a tenacidade à fratura da amostra tratada, c_0 é a soma do comprimento da fenda e l_0 o comprimento da diagonal da indentação das amostras como recebidas, a_0 é a metade do comprimento da diagonal da indentação das amostras como recebidas, l_0 é o comprimento da trinca das amostras como recebidas, e c , a , e l são os valores correspondentes para as amostras tratadas termicamente.

Pode-se também, calcular a Tenacidade à Fratura utilizando a equação (2.20a e 2.20b) abaixo proposta por LAWN *et al*, 1980.

$$K_{IC} = 0,014 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}}, se \Psi = 68^{\circ} \quad (2.20a)$$

$$K_{IC} = 0,0157 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}}, se \Psi = 64^{\circ} \quad (2.20b)$$

Nesta equação é usado o valor do módulo de elasticidade. A mesma pode ser usada para testes que tenham sido feitos com penetradores piramidais com meio-ângulo de $\psi = 68^{\circ}$ e $\psi = 64^{\circ}$. Esta equação foi desenvolvida para materiais cerâmicos, mas podem perfeitamente ser utilizadas para materiais quasicristalinos, uma vez que maioria das propriedades das ligas quasicristalina se aproximarem das propriedades dos materiais cerâmicos, e entre estas propriedades podemos citar, por exemplo, a dureza superficial. Os quasicristais, assim como os materiais cerâmicos, são materiais frágeis, onde a maioria das trincas ocorre de forma catastrófica.

Na equação (2.21), é usado o comprimento da trinca, c , e foi desenvolvido através na mecânica da Fratura para trincas do tipo Palmqvist. E é o módulo de Elasticidade.

$$K_{IC} = \alpha (EH_0)^{0,5} \left(\frac{a^2}{c^2} \right) \quad (2.21)$$

Outra equação que representa um trinca de Palmqvist é a equação (2.22).

$$K_{IC} = 0.014 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{l^{3/2}} \quad (2.22)$$

Onde, E é o Módulo de Elasticidade, H é a dureza do material, P é a carga utilizada no teste e l é o comprimento da trinca.

CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 INTRODUÇÃO

A Figura - 3.1 mostram o fluxograma indicando a metodologia empregada na realização do trabalho. Nos sub-capítulos seguintes, mostra-se a descrição detalhada dos materiais utilizados e da metodologia empregada.

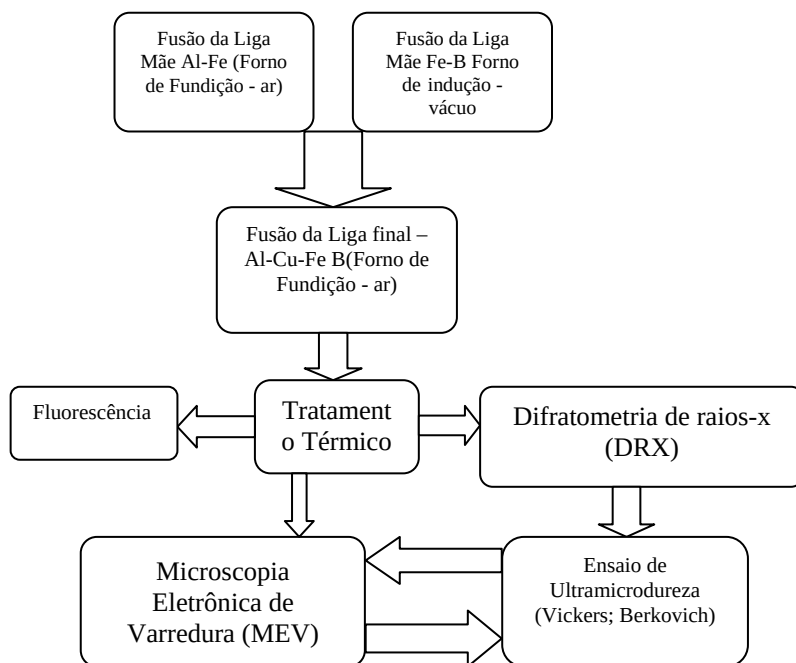


Figura 3.1 -. Fluxograma da metodologia

3.2 ELABORAÇÃO DA LIGA

A primeira etapa do trabalho foi a elaboração da liga. O primeiro passo para a confecção da liga foi a fabricação da liga “mãe” Fe-B. Esta liga foi obtida por fusão. Para isso foi utilizado um forno de indução equipado com um cadinho de Cobre de soleira fria. Este equipamento foi usado com o objetivo de se obter a liga o mais próximo possível da composição nominal e com alto grau de pureza, já que este forno trabalha sob atmosfera praticamente isenta de elementos que contaminam o banho do metal fundido, como Oxigênio e o Nitrogênio. A descrição do equipamento foi feito por Passos, 2006.

Na segunda etapa foi utilizado um forno de indução, que realiza fusões empregando o mesmo princípio do indutor com espiras em atmosfera ambiente. Este forno foi utilizado para a fabricação da liga “mãe” Al-Fe. Neste mesmo forno, foram elaboradas as ligas quasicristalinas com as seguintes composições, em porcentagem atômica, $\text{Al}_{62,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}$. Utilizando-se alumínio (barra) com 99,97% de pureza, cobre eletrolítico (barra) com 99,98% de pureza, ferro (pedaços) com 99,98% de pureza e boro (pedaços) com 99,99% pureza, os dois últimos, comprados a empresa Sigma Aldrich Corporation. Esses componentes foram pesados nas respectivas composições, totalizando 500g.

3.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS

O processo de solidificação no forno de soleira fria gera uma liga heterogênea de fases cristalinas e quasicristalina. Para aumentar a quantidade da fase quasicristalina na liga, foram feitos tratamentos térmicos, a fim de fornecer energia para a transformação peritética das fases.

Para isso, utilizou-se um forno de resistência do tipo Nabertherm mantendo a amostra por 12h a uma temperatura de 720°C com uma taxa de aquecimento de 30°C/min, até o patamar, a fim de verificar o efeito do tempo sobre a formação da fase quasicristalina. Para diminuir a oxidação da liga realizaram-se, lavagens do forno, que consistiu em introduzir gás inerte (hélio), até uma pressão de -0,08MPa, seguido-se do bombeamento até a pressão de, aproximadamente $1,33 \times 10^{-7}$ MPa. Esta operação repetiu-se por três vezes, tendo por objetivo minimizar oxigênio residual no forno. Finalmente, as fusões foram realizadas mantendo-se a pressão de -0,08MPa de hélio.

3.4 CARACTERIZAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIO-X

As amostras das ligas brutas sem tratamento térmico e com tratamento térmico foram analisadas em um equipamento de difração de raios-x do modelo SIEMENS. Nesse ensaio utilizou-se um tubo de Cu com comprimento de onda de $1,5406\text{\AA}$ com tensão de 40kV, corrente de 30mA, passo de $0,01^\circ$, tempo por passo de 3s e o ângulo 2θ (2-theta) variando de 20 a 120 graus.

3.5 CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A microestrutura das ligas e as medições dos tamanhos das trincas nas superfícies das amostras, após ensaio de indentação, foram analisadas utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura do tipo LEO 1430. Utilizou-se nas imagens o detector de elétrons secundários.

Um detector de elétrons secundários (SE) captura a reflexão dos elétrons, transformando em imagem. As imagens foram obtidas utilizando-se uma distância focal (WD) entre 12 e 16mm, uma tensão entre 5 e 20kV e o Tamanho do ponto (spot size) que variou entre 100 e $350\mu\text{m}$. Para isso, as amostras foram lixadas e polidas com pasta de diamante, em seguida, limpas com álcool isopropílico no aparelho de ultra-som tipo 3L fabricado pela DABI ATLANTE.

Outro dispositivo importante é o back-scattered (QBSD), Com ele conseguiu-se detectar os elétrons retro-espalhados que foram arrancados das camadas de átomos da amostra. Nesse processo, utilizou-se uma tensão entre 15 e 20kV, distância focal (WD) entre 10 e 16mm, spot size entre 200 e 350.

O microscópio eletrônico é equipado, também, com um espectrômetro de energia dispersiva (EDS) que faz análise da composição química das fases. Utilizou-se uma tensão de 20kV, distância focal de 20mm e o tamanho do ponto (spot size) de 500 nas amostras. Usou-se o Cobalto como padrão de análise. A Tabela 3.1 resume os dados utilizados para as análises.

Tabela 3.1 – Parâmetros utilizados para análise no Microscópio Eletrônico de Varredura

Detector	Tensão (KV)	Tamanho do ponto (Spot-size)	WD(mm)
SE	5-20	100-350	12-16
QSDB	15-20	200-350	10-16
EDS	20	500	20

3.6 CARACTERIZAÇÃO POR ANÁLISE QUÍMICA POR ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (EFRX)

A análise química foi realizada, no Laboratório de Solidificações Rápida da UFPB, através de um espectrômetro sequencial de fluorescência de raios-x (EFRX) Shimadzu Modelo XRF-1800 .

3.7 ULTRAMICRODUREZA

Foram realizados ensaios de Ultra Microdureza, Módulo de Elasticidade e testes para a determinação da Tenacidade à Fratura, para a caracterização das propriedades mecânicas da liga quasicristalina AlCuFeB.

As amostras sofreram lixamento, como tratamento de superfície, utilizando-se de lixas de 180, 220, 360, 400, 500, 600, 800, 1000, 1200, seguido de um polimento com lixas com pasta de diamante de, 3 μ m, 1 μ m e 1/4 μ m. Posteriormente, foram limpas utilizando-se álcool isopropílico a 99,5% e o ultrassom Spencer do Laboratório de Solidificação Rápida.

Com o objetivo de evitar defeitos de superfície que pudessem interferir nos valores obtidos dos ensaios, a qualidade do tratamento da superfície e da limpeza das amostras era sempre confirmada no microscópio ótico, antes de serem submetidas aos ensaios de Ultra microdureza.

Para a caracterização da Ultramicrodureza das ligas quasicristalinas brutas de fusão e tratadas termicamente AlCuFeB, foram utilizadas amostras das ligas embutidas em um cilindro de resina, utilizado como suporte, havendo a preocupação que a resina não revestisse por completo a parte inferior da amostra a fim de que a deformação da resina não interferisse nos resultados dos ensaios.

Foram realizados ensaios do tipo Vickers, com um diamante piramidal de base quadrada utilizado como penetrador e ensaios do tipo Berkovich. Ambos os métodos foram feitos com cargas de 10mN, 20mN, 50mN, 100mN, 150mN e 200mN. Para os ensaios com indentador Vickers foram feitos ainda, ensaios com cargas de 300, 400, 500, 600, 700mN, para ser acompanhado o desenvolvimento das trincas e o cálculo da Tenacidade à Fratura. O Ultramicrodurômetro utilizado foi o de marca Shimadzu, modelo DUH-W201S instalado no LSR.

A Ultra microdureza foi calculada a partir da força de teste e da área de superfície penetrada obtida a partir dos comprimentos das diagonais do quadrilátero formado. Para os ensaios com penetradores Vickers, foram obtidos os valores da microdureza fornecido pelo software do equipamento e pela equação:

$$HV = 0,0018544 \frac{P}{d^2} \quad (3.1)$$

onde HV é a dureza Vickers, P é força de teste (mN) e L é o valor médio do comprimento das diagonais obtidas (μm), ou seja, $L = \frac{(L_1 + L_2)}{2}$. Abaixo (Figura 3.2) temos um desenho esquemático da forma obtido por indentador de base piramidal.

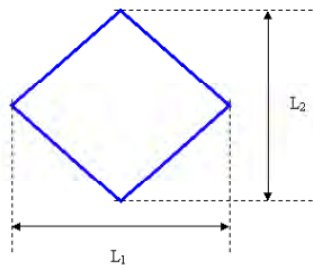


Figura 3.2 - Quadrilátero obtido na superfície da amostra após a penetração do indentador de base piramidal.

Os cálculos para a microdureza, utilizando-se indentadores do tipo Berkovich, foram feitos pelo software do próprio equipamento.

Além da dureza, os testes de nanoindentação nas amostras foram realizados para medir Módulo de Elasticidade e a tenacidade à Fratura da amostras quasicristalinas, como descrito anteriormente. O equipamento foi calibrado usando amostras de vidro e sílica

fundida para uma gama de condições operacionais. Em cada amostra foram feitas 5 indentações para cada carga utilizada. A fim de evitar desvio térmico, um tempo de pausa 5-s foi usado entre os ciclos de carga e descarga.

3.8 DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE

O Módulo de Elasticidade da liga quasicristalina AlCuFe foi medido utilizando um ultramicrodurômetro da marca Shimadzu, modelo DUH-W201S, instalado no LSR/UFPB.

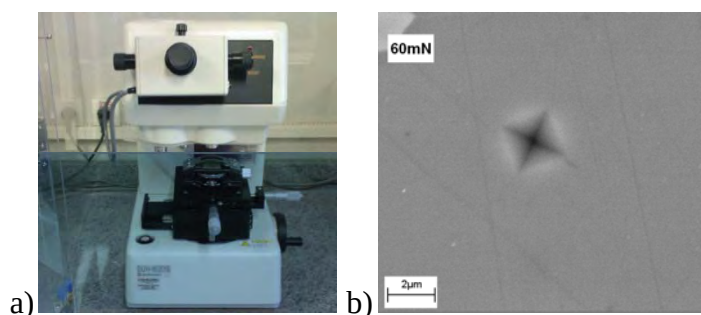


Figura 3.3 – (a) Foto do Ultramicrodurômetro (Shimadzu, modelo DUH-W201S),
b) Fotomicrografia de uma Indentação usada para o cálculo de E (carga de 60mN)

No ensaio com o ultramicrodurômetro, foram utilizadas amostras embutidas da mesma forma que foram embutidas para os testes de Ultra Microdureza. O módulo de elasticidade da liga quasicristalina e cristalina AlCuFeB é calculado após um teste de carregamento e descarregamento, representado na Figura 3.5, mostrado abaixo, no qual uma determinada força é aplicada na amostra durante um intervalo de tempo, sendo retirada após esse tempo. Para o cálculo do Módulo de Elasticidade foram usados os indentadores Vickers e Berkovich as cargas usadas foram de 10mN, 20mN, 50mN, 100mN, 150mN e 200mN. Foram usadas três velocidades de penetração, com o objetivo de analisar o efeito do aumento dessa velocidade na superfície da amostra. As velocidades usadas foi de 8.8, 13,324mNsec.

Esse teste permite calcular a deformação elástica e plástica da amostra, como pode ser observado na Figura 3.5.

Nos ensaios para a obtenção do módulo de elasticidade foram utilizados os seguintes parâmetros:

Força de teste = 10, 20, 50, 100, 150, 200 mN;
 Velocidade de carregamento = 8,88, 13,234 mN/s;
 Tempo de manutenção do carregamento = 5s ;
 Penetrador = Vickers (piramidal) e Berkovich;
 Lente objetiva = 50;
 Cargas = 10, 20, 50, 100, 150 e 200, 300, 400, 500, 600 e 700mN;
 Escala de profundidade = 3,000um;
 Tempo de espera = 5s;
 Modo de teste = Carga e descarga (*Load-unload*);

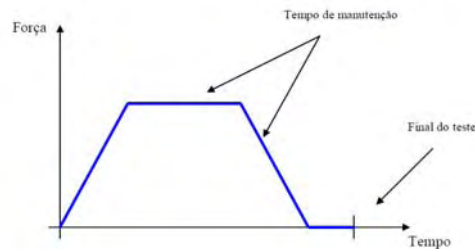


Figura 3.4 – Força x Tempo no teste de carga-descarga.

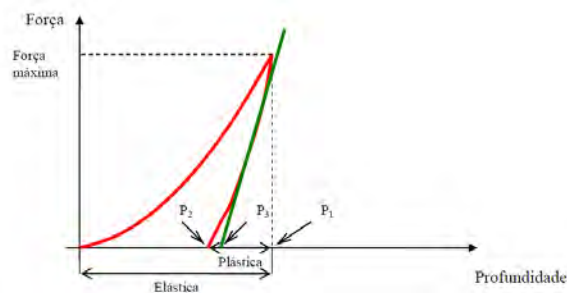


Figura 3.5 – Exemplo de resultado do teste de carga-descarga.

Para o cálculo do Módulo de Elasticidade foi usada a seguinte equação:

$$\frac{1-\nu^2}{E} = \frac{1}{E_r} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (3.2)$$

Onde, E_r é o módulo de Elasticidade reduzido, ν é o Coeficiente de Poisson da amostra, ν_i e E_i são o Coeficiente de Poisson e o Módulo de Elasticidade do indentador.

3.9 DETERMINAÇÃO DO FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO CRÍTICA – K_{IC}

A Tenacidade à Fratura foi calculada através das trincas obtidas pelo método de indentação instrumentada. Foi utilizado um Ultramicrodurômetro da Shimadzu, DUH – 211S.

Conforme descrito no item anterior, foram realizadas 5 impressões para cada carga usada nas superfícies de cada uma das amostras as quais já estavam embutidas e polidas. Foi usado o indentador Vickers e as cargas foram de 10, 20, 50, 100, 150, 200, 300, 400, 500, 600, 700mN.

Cada impressão apresentava trincas radiais e o número dessas trincas dependeu das cargas utilizadas.

Nos cálculos, foram utilizadas para cada amostra as trincas consideradas perfeitas, ou seja, aquelas que não apresentavam interações com imperfeições de polimento e desvios da trajetória da trinca nucleada.

A medida do comprimento das trincas e a observação de sua geometria foram realizadas logo após o ensaio de dureza, buscando evitar o crescimento lento de trinca após a impressão, iniciado pelo campo de tensão que atua após o carregamento (Marchi, J., 1999). As trincas foram medidas e sua geometria observada com o auxílio do Microscópio Eletrônico de varredura do LSR.

As equações propostas na literatura e utilizadas para o cálculo dos valores de tenacidade são as seguintes:

$$K_{IC} = 0,014 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{l^{3/2}} \quad (3.3)$$

$$K_{IC} = 0,035 \left(\frac{a}{\sqrt{l}} \right) \left(\frac{H}{E} \right)^{-0.4} \Phi^{-0.6} H \quad (3.4)$$

onde, para a equação (3.3) Φ é o fator de restrição, definido por $\frac{H}{\sigma_y}$, l é o comprimento da trinca, a é a metade do comprimento da diagonal da indentação e E é o Módulo de Elasticidade.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURA DA LIGA $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$

A figura 4.1 mostra o difratograma de raios-x da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ no estado bruto de fusão. Como pode ser observado, a microestrutura é formada pela presença de três fases (i) fase monoclina $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ -(λ), (ii) fase cúbica $\text{Al}(\text{Fe,Cu})$ -(β) e (iii) fase quasicristalina-(ψ).

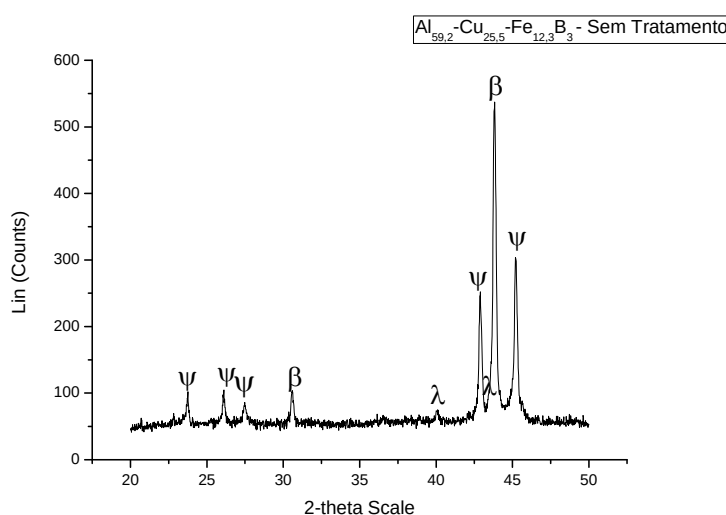


Figura 4.1 – Difratograma de raios-x da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ no estado bruto de fusão mostrando a presença das fases ψ , β e λ .

Após tratamento térmico de homogeneização, a 720°C por 12h, as fases Al(Fe,Cu)-(β), Al₁₃Fe₄-(λ) não são mais detectadas, via difratometria de raios-x, sendo assim a microestrutura é composta quase predominantemente (mais de 99%) pela fase quasicristalina-(ψ), como pode ser visto na figura 4.2.

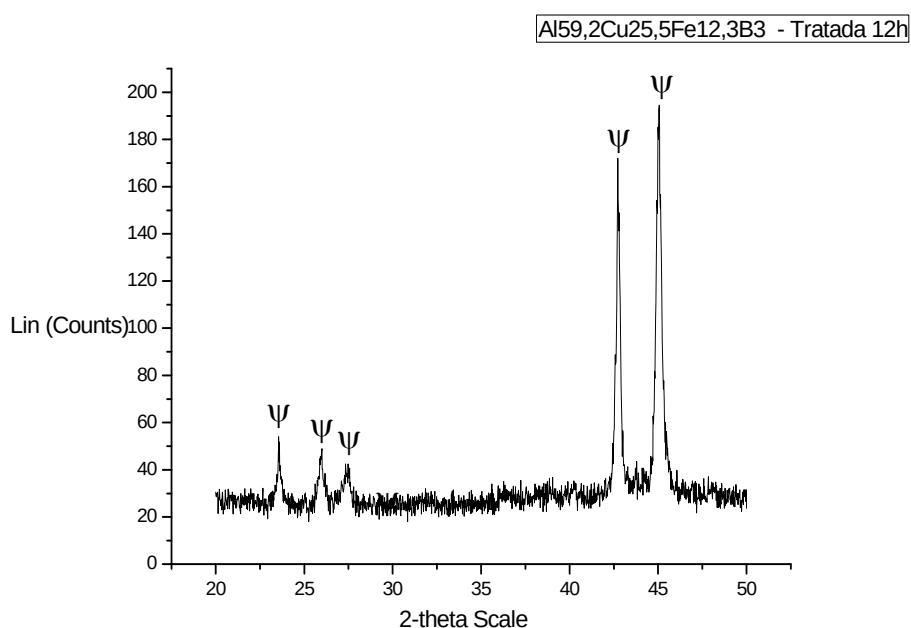


Figura 4.2 – Difratoograma de raios-x da liga Al_{59,2}Cu_{25,5}Fe_{12,3}B₃ homogeneizada por 12h a 720°C.

Passos, 2006, mostrou que a adição de Boro tem um efeito significativo na redução do tempo de tratamento térmico para obtenção de uma microestrutura composta, predominantemente, pela fase quasicristalina. A adição de 3,0at% de Boro reduz o tempo de tratamento térmico de 24h (caso liga de AlCuFe sem Boro) para 8 horas, como vemos na figura 4.3. Os resultados obtidos estão em concordância com os resultados do difratograma da figura 4.2, já que, mesmo com um tempo de tratamento um pouco maior, isto é, de 12h, a microestrutura final é predominantemente quasicristalina.

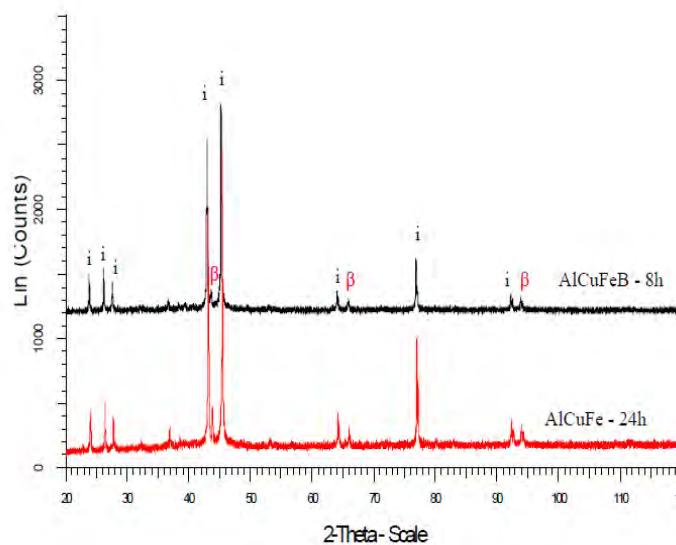


Figura 4.3. Difratomogramas de raios-x da liga $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$, tratadas termicamente por 8h e da AlCuFe por tratadas termicamente por 24h (PASSOS, 2006).

As figuras 4.4 e 4.5 mostram a microestrutura da liga bruta de fusão e homogeneizada obtida via microscopia eletrônica de varredura.

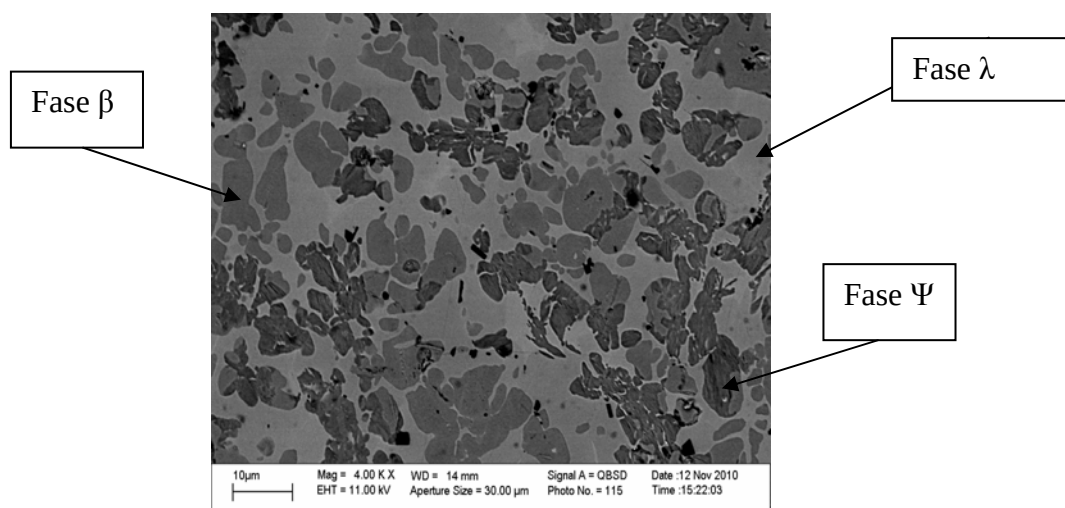


Figura 4.4. Imagem da liga Al-Cu-Fe-B, no estado bruto de fusão. Região clara: fase quasicristalina, região cinza claro fase β, região cinza escuro: fase λ.

Após o tratamento térmico de homogeneização a microestrutura apresenta ainda uma pequena fração da fase β' (fase cristalina estável), como pode ser observado na figura

4.4, correspondente as regiões de coloração cinza claro. A presença de poros também é observada, e pode estar associado ao processo de fabricação.

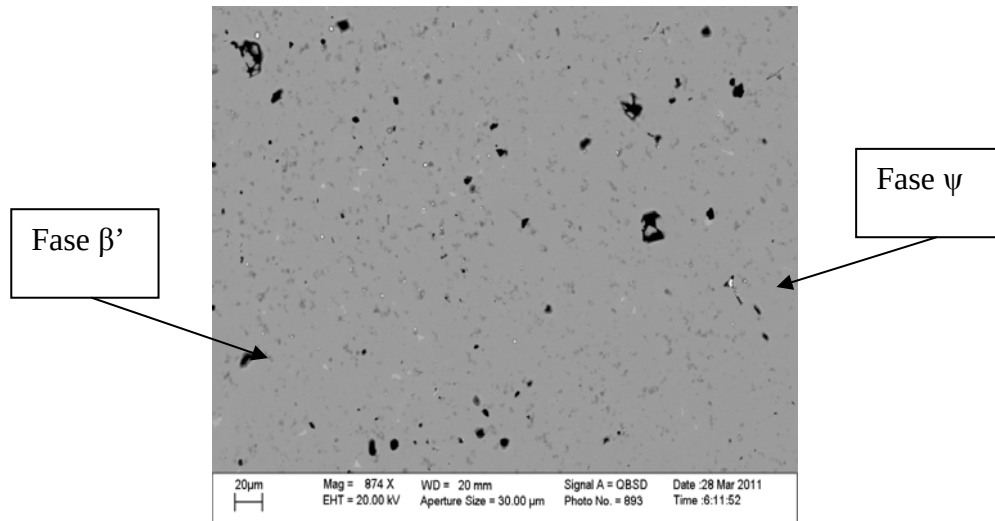


Figura 4.5. Imagem da liga $\text{Al}_{59,2}\text{-Cu}_{25,5}\text{-Fe}_{12,3}\text{-B}_3$, homogeneizadas durante 12h a 720°C .

Região clara: fase quasicristalina, região cinza claro fase β' .

4.2 MICRODUREZA VICKERS

Os valores de microdureza Vickers foram determinados em GPa. A medição das diagonais D1 e D2 foi realizada no microscópio eletrônico de varredura. A fórmula abaixo foi usada para cálculo do valor de microdureza:

$$Hv = \frac{0,0018544 \times P}{d^2} \quad (4.1)$$

onde P é o valor da carga aplicada em (g) e d o valor médio da diagonal em (μm).

O gráfico 4.6 mostra que o valor da microdureza é, aproximadamente, constante até uma carga em torno de 80mN, onde atinge o valor de 10,2Gpa. A partir de 100 mN, H_v diminui, quando a carga aumenta e, finalmente, atinge um valor constante de 9.4 GPa para carga de 500mN. Esta variação do valor da dureza com a carga é conhecida como efeito do tamanho da indentação (ETI), que é encontrado em várias ligas metálicas, intermetálicos, cerâmicas e quasicristais. Este efeito foi atribuído ao alto valor de H/E ($\sim 0,06$) (SRIVASTAVA, 2008), que indica alta recuperação elástica exibido pelos materiais quasicristalinos.

Para cargas pequenas, inferior a 80mN, os valores da diagonal da indentação são menores e não foi observada a presença de trincas.

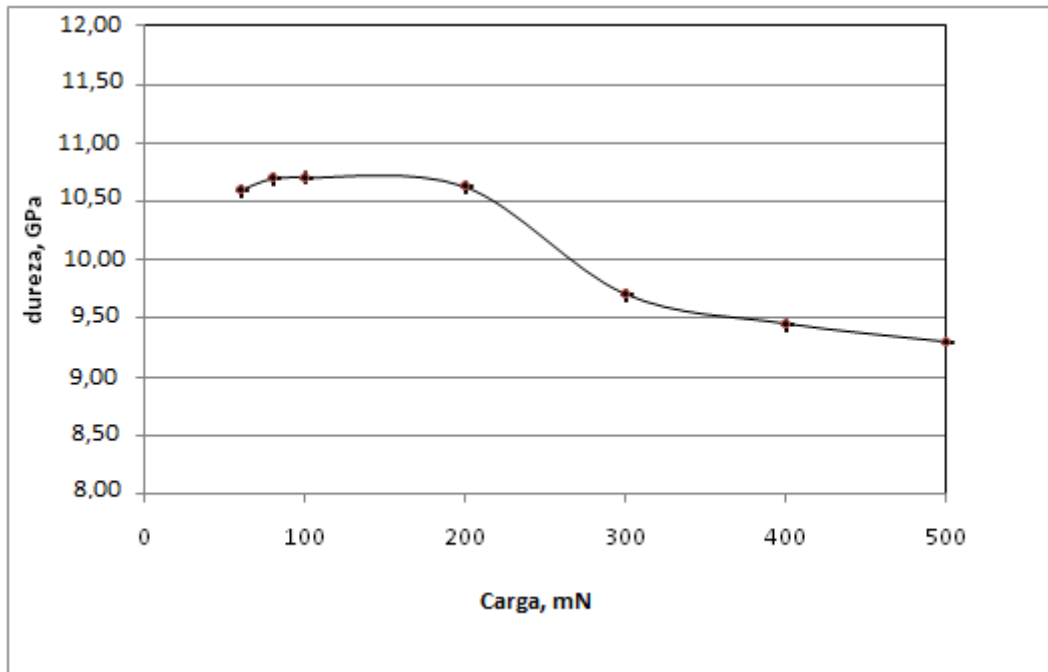


Figura.4.6 - Microdureza Vickers em função da carga aplicada.

Com o aumento da carga aplicada ocorre o surgimento de trincas nos vértices da indentação, conforme mostra a figura 4.7.

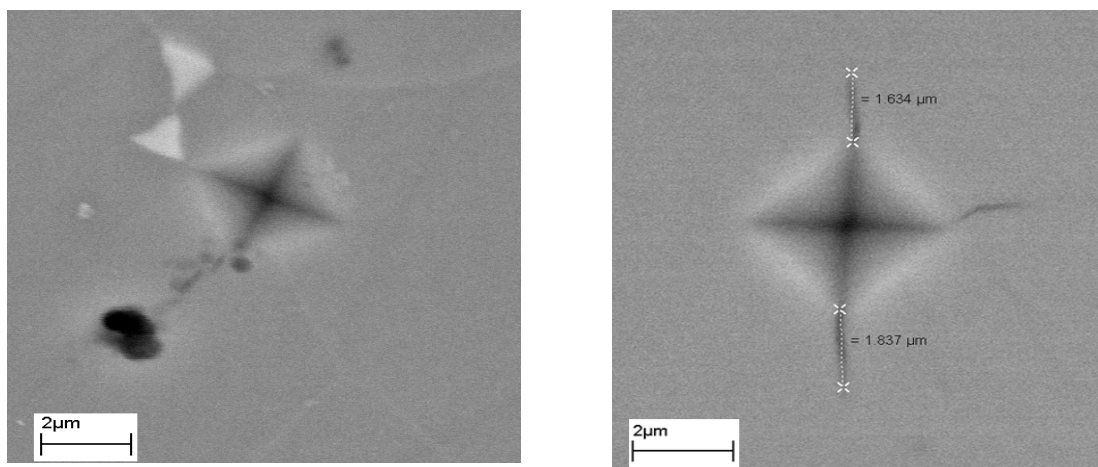


Figura 4.7. Imagem de microscopia eletrônica de varredura das impressões de indentação.
Carga de 80mN (esquerda) e carga de 100mN (direita).

Existe uma carga critica acima da qual começa o surgimento de trincas na impressão. Neste caso, para a liga estudada, este valor é 80mN. Resultados semelhantes também foram observados pela literatura. MUKHOPADHYAY, 2001, investigou as propriedades de uma liga $\text{AlCu}_{20}\text{Co}_{15}$, também através de indentação instrumentada; neste caso o valor de microdureza encontrado foi 9.86GPa para uma carga de 400g. A tabela I apresenta os valores de microdureza obtidos da literatura para algumas ligas com estrutura quasicristalinas. Podemos observar que os valores medidos neste trabalho estão de acordo com os encontrados na literatura.

Tabela 4.1 – Valores de Microdureza da Literatura

Ligas	Microdureza, GPa	Método teste
Al62Cu25.5Fe12.5B3 (neste trabalho)	9.4 (500mN)	Ultramicrodurômetro
Al62Cu25.5Fe12.5	10.4 (500mN) e 8.7 (2000mN)	Microdurometro Vickers (cargas 50g até 500g) [VIKAS, C. <i>et al.</i> , 2008.]
Al62.5Cu24.0Fe12.5	7.85 mN (500mN)	Ultramicrodurometro [GIACOMETTI, E. <i>et al.</i> , 1999.]

4.3 ASPECTOS MORFOLÓGICOS TRINCA-IMPRESSÃO

Os resultados mostraram que existe o aparecimento de trincas na indentação, acima de certo valor de carga aplicada. A tenacidade à fratura do material pode ser estimada a partir destas trincas. Mas, inicialmente, como discutido na revisão bibliográfica, devemos definir qual o sistema de trincamento da liga, a qual é do tipo HALF-PENNY ou PALMQVIST dependendo da relação entre o comprimento da trinca e da diagonal. Na tabela 4.2 temos os valores da relação do comprimento da trinca l com a diagonal da indentação a , para cada carga usada.

Tabela 4.2 - Valores da relação C/a

Carga mN	$C/a = (1+a)/a$
100	1.87
200	2.08
300	2.21
400	2.45
500	2.53
600	2.71
700	2.84

Existem ainda bastante discussão na literatura sobre o sistema de trincas. BHAT, 1981, defende que se a relação $c/a < 3$ a trinca é do tipo Palmqvist e se a mesma relação for maior que 3 a trinca é do tipo Half-Penny. Neste trabalho, vamos assumir que a trinca é do tipo Palmqvist, visto a relação c/a é inferior a 3. Uma maneira alternativa para definir o sistema de trincas é remover, através de polimento a camada superficial, e avaliar a relação trinca-impressão de indentação. Trincas tipo Half-Penny sempre permanecerão conectadas ao vértice da pirâmide. Enquanto que a do tipo Palmqvist se destacam da superfície com o polimento.

4.4 MÓDULO DE ELASTICIDADE

O módulo de elasticidade foi estimado através das curvas de carregamento - descarregamento realizado com indentador BERCOVICH de 110° , figuras 4.8 e 4.9. As curvas estão mostradas nas figuras abaixo (4.8 e 4.9) para diferentes valores de carga aplicada.

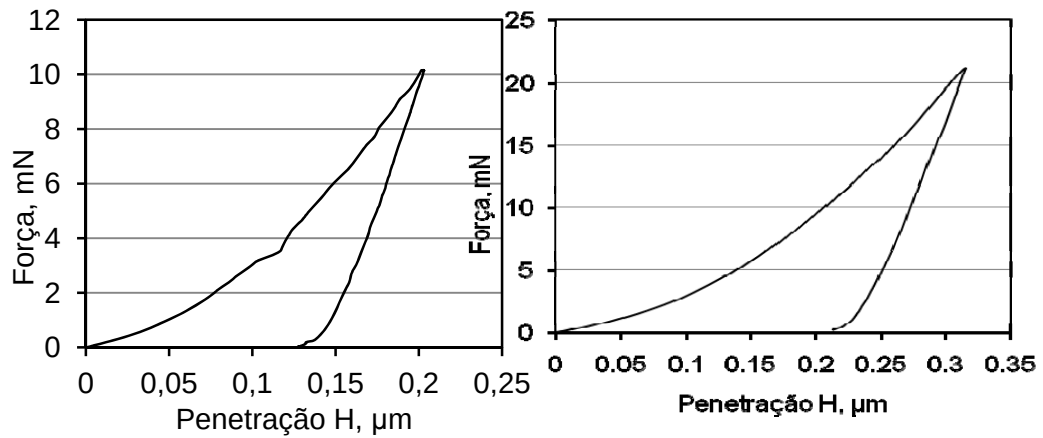


Figura 4.8 - Curvas de Carregamento-descarregamento para cargas de 10mN (esquerda) e 20mN (direita) obtidas com uma taxa de carregamento de 13.4mN/s.

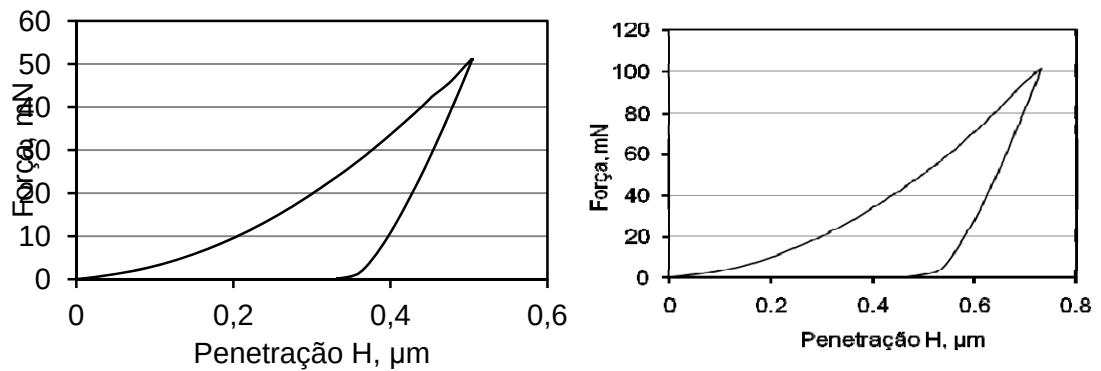


Figura 4.9 - Curvas de Carregamento-descarregamento para cargas de 50mN (esquerda) e 100mN (direita) obtidas com uma taxa de carregamento de 13.4mN/s.

O módulo foi determinado fazendo-se um ajuste com polinômio de 2º grau na parte de descarregamento da curva. Foi usado um trecho de até 50% de descarregamento, considerando a força total aplicada. O coeficiente angular da reta resultante da derivação da equação de polinomial de 2º grau é o valor do termo S (S = Rigidez de Contato) da equação abaixo

$$S = \frac{dP}{dH_{p=\max}} \quad (4.2)$$

O calculo do módulo de elasticidade foi feito usando as seguintes relações:

$$h_c = h_{m\acute{a}x} - \varepsilon \frac{P_{m\acute{a}x}}{S} \quad (4.3)$$

$$\frac{1-\nu^2}{E} = \frac{1}{E_r} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (4.4)$$

$$A = 24,56h_c^2 \quad (4.5)$$

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (4.6)$$

Para a equação (4.3), $\varepsilon=0,75$ e na equação (4.6), $\beta=1,034$ para indentador Berkovich e 1,012 para penetrador Vickers.

O gráfico da figura 10 mostra a valor do módulo de elasticidade em função da carga aplicada para duas taxas de carregamento diferentes, 8,88 e 13,4mN/s. Podemos observar que o valor do módulo de elasticidade sensivelmente depende da velocidade de aplicação da carga, sendo este efeito mais pronunciado em cargas mais baixas (20-50mN). Entretanto, quando a velocidade de aplicação da carga aumenta, o módulo de elasticidade sofre uma variação bem menor com a carga aplicada. Foram feitos 5 indentações para cada carga.

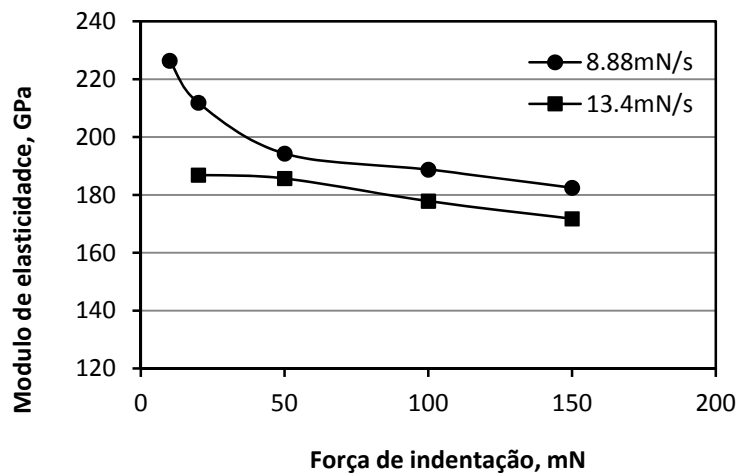


Figura 4.10. Módulo de elasticidade em função da carga aplicada para ensaios Berkovich.

Visto que para cargas superiores a 100mN ocorre o surgimento de trinas, e desta forma, parece bastante razoável estimar o módulo de elasticidade para níveis de cargas inferior a 100mN e com taxas de aplicação de carga em torno de 13.4 onde ocorre um surgimento de um patamar na curva E versus Carga. Assim sendo, neste trabalho estimamos que o valor médio do módulo é de 183.5 ± 5.5 GPa. O valor do módulo com uso de indentador Vickers, também foi estimado, como mostra gráfico da figura 4.11.

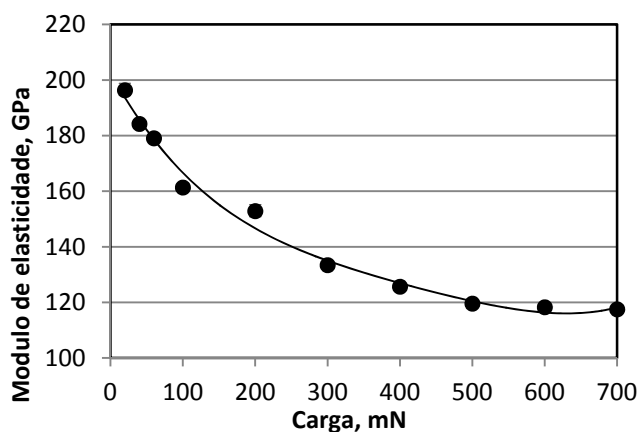


Figura 4.11 - Módulo de elasticidade em função da carga aplicada para ensaios Vickers, taxa de aplicação de carga de 13,4mN/s.

Neste caso para cargas inferiores a 100mN o valor médio do módulo é de $186. \pm 8$ GPa. Valor este semelhante ao obtido usando o indentador Berkovich. Para cargas superiores a 100mN o valor do módulo é bem inferior, atingindo um valor de 118GPa.

A tabela abaixo mostra os valores obtidos por outros pesquisadores com as respectivas técnicas de medição. Podemos observar que os resultados obtidos no presente trabalhos estão em conformidade com a literatura. Cabe salientar que a liga estudada tem uma pequena adição de Boro e é esperado que o Boro altere levemente os valores do módulo de elasticidade.

Tabela 4.3 – Resultados dos cálculos do módulo de elasticidade.

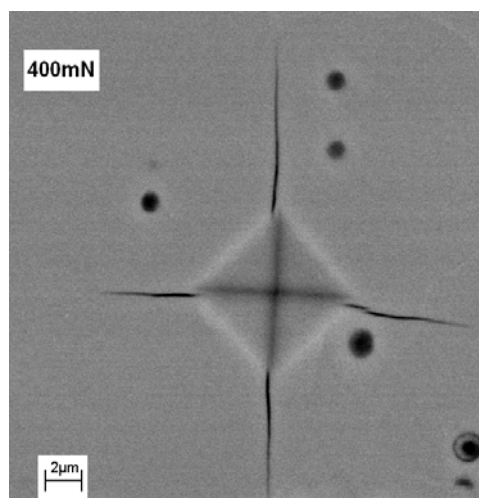
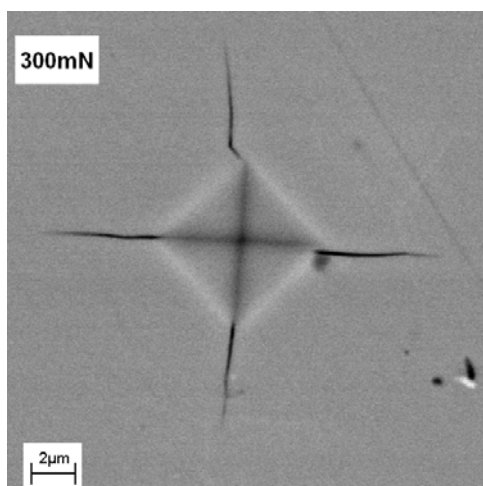
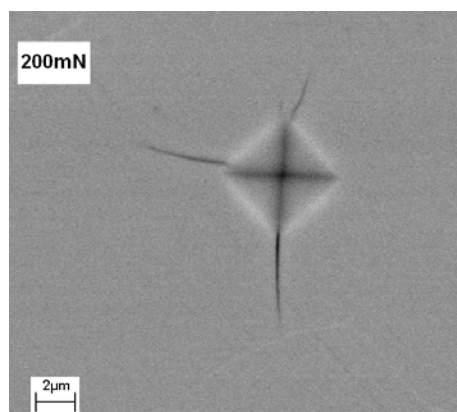
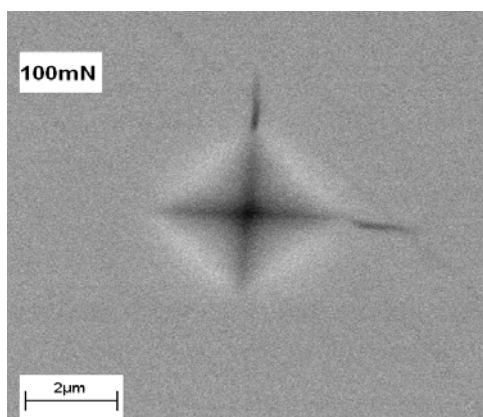
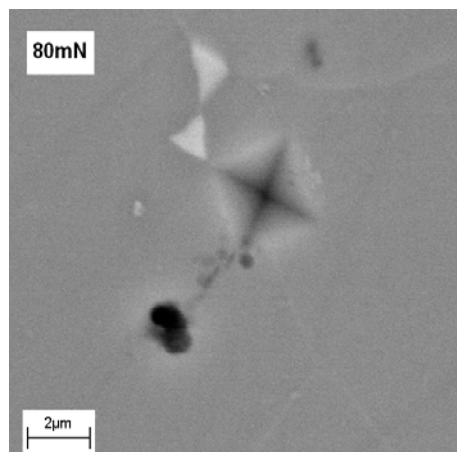
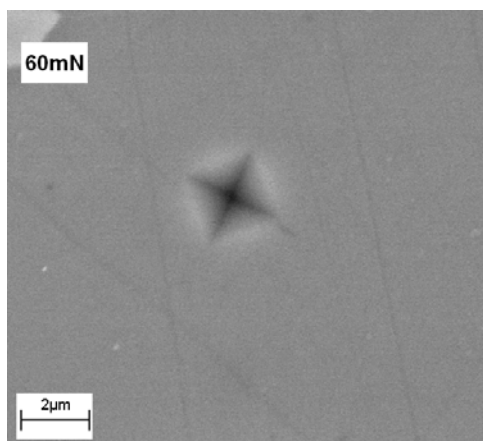
Composição das Ligas	Módulo de elasticidade, GPa
$\text{Al}_{63}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}$	113 [TREFILOV, <i>et al.</i>] Indentador Vickers, Carga (500mN)
$\text{Al}_{59}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,5}\text{B}_3$	134 [XI-ING, 2003] Indentador Vickers, [1000mN]
Presente trabalho	186GPa Indentador Vickers e 183,5GPa para indentador Berkovich (80mN)

O valor do módulo de elasticidade diminui com aumento do valor carga de indentação. Os testes de microdureza devem ser com valores baixos de carga de penetração, no caso de materiais quicristalinos. Para cargas muito altas, ocorre o aparecimento de trincas nos vértices das indentações. As fotos obtidas através de microscopia eletrônica de varredura mostram claramente que existe um valor crítico de carga, acima do qual ocorre o surgimento de trincas.

Estes resultados mostram que para medição de módulo de elasticidade deve-se optar por cargas onde não ocorra o surgimento de trincas. A formação de trincas reduz o módulo de elasticidade. Isto pode ser explicado baseado no fato que parte da energia externa é consumida para formação de novas superfícies (formação de trinca). Por outro lado, podemos já concluir que para medição da tenacidade à fratura há necessidade do uso de cargas acima de 100mN.

4.5 TENACIDADE À FRATURA

As fotos de microscopia eletrônica (figura 4.12) mostram que as impressões Vickers apresentam a forma perfeita de uma pirâmide com a presença de trincas ao longo de seus vértices.



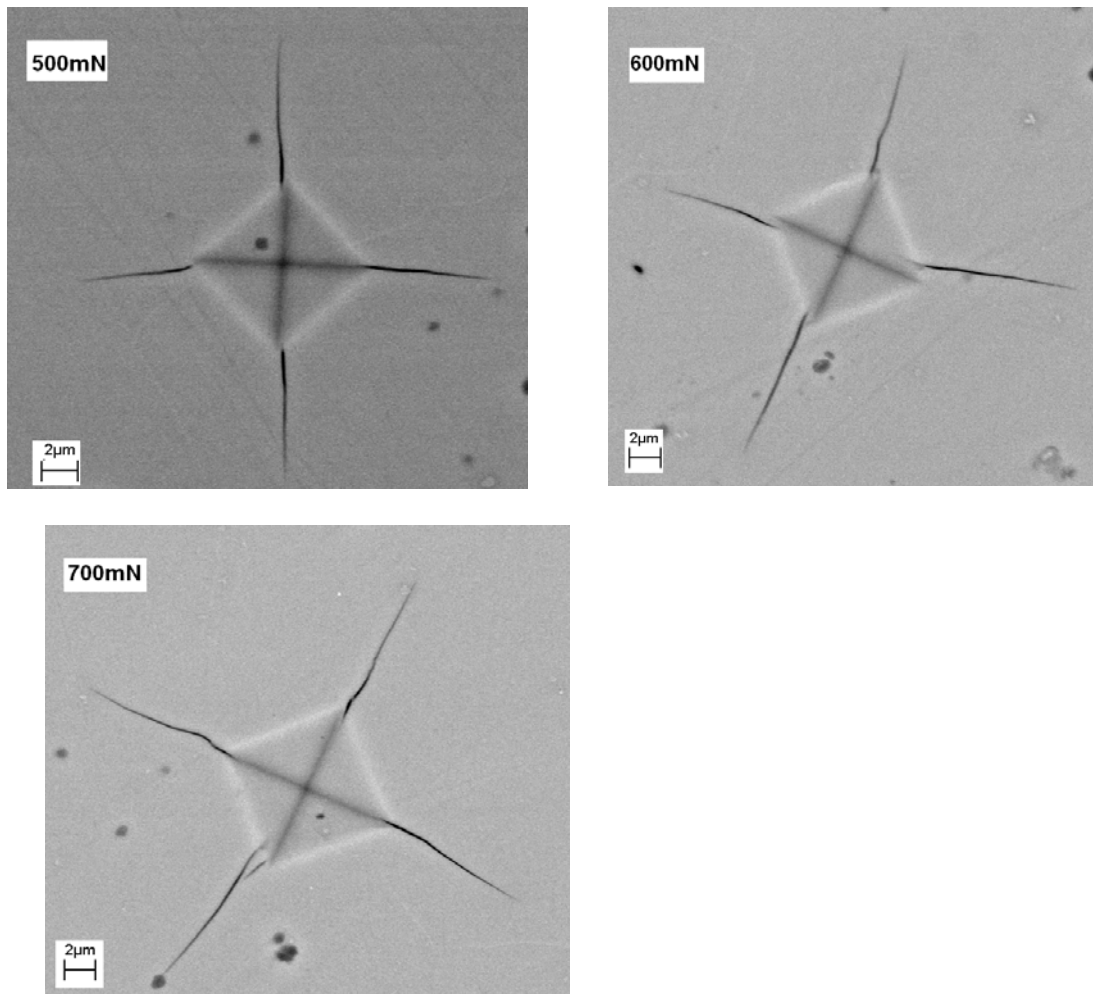


Figura - 4.12 Imagens de microscopia eletrônica de varredura das impressões de microdureza em função da carga aplicada, mostrando as trincas de indentação.

As trincas aparecem de modo bem claro. Iniciam-se nos vértices das impressões de indentação e propagam-se ao longo destas diagonais. O comprimento da trinca cresce de modo linear à medida que aumenta a carga de indentação, como mostra a figura 4.13.

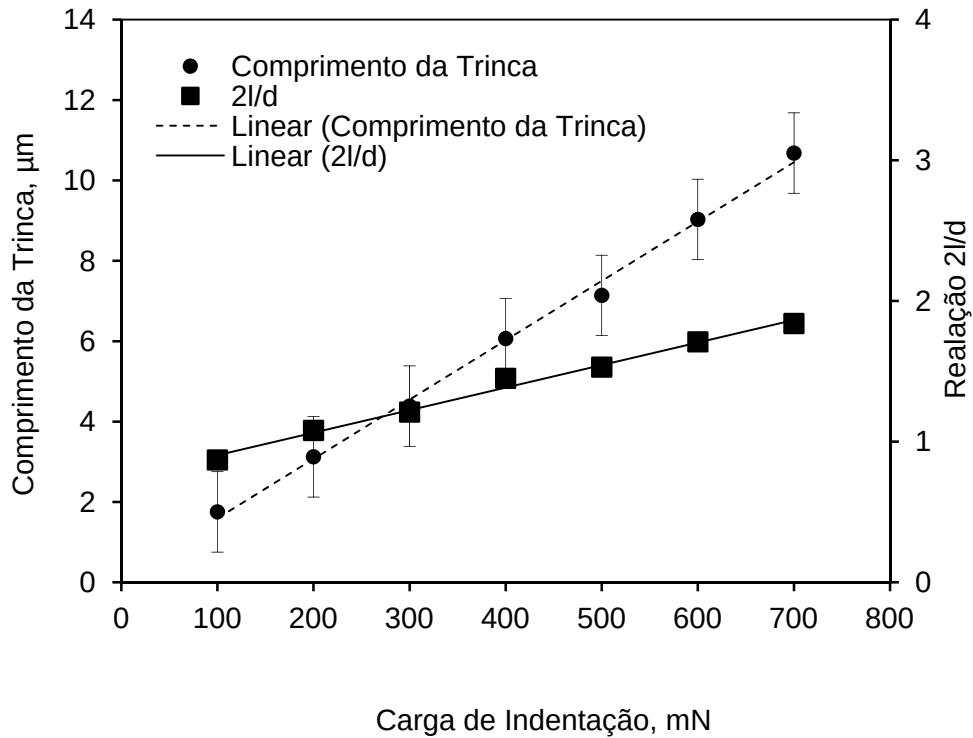


Fig.4.13 Comprimento da trinca e relação 2l/d versus carga de indentação.

Este gráfico mostra que o comprimento da trinca aumenta com a carga, comportamentos este característicos de sistemas de trinca tipo Palmqvist, conforme literatura [GIACOMETTI *et. al.*]. Além disso, a relação entre o comprimento da trinca e da diagonal também confirma trincas tipo Palmqvist, isto é, $c/a < 3$, como mostrado à tabela I, e também no gráfico acima.

A tenacidade a fratura foi estimada baseada no comprimento da trinca tipo Palmqvyst ao redor da indentação, usando as seguintes equações:

$$K_{IC} = 0,014 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{l^{3/2}} \quad (4.7)$$

$$K_{IC} = 0,035 \left(\frac{a}{\sqrt{l}} \right) \left(\frac{H}{E} \right)^{-0.4} \Phi^{-0.6} H \quad (4.8)$$

Onde:

E= módulo de elasticidade

H= Dureza

P = carga de indentação

l = comprimento da trinca

a= Metade da diagonal de indentação

$\Phi = 3.0$ fator de constrição

Os valores de KIC obtidos pelas equações (4.7) e (4.8) estão mostrados em função da carga aplicada no gráfico da figura 4.14.

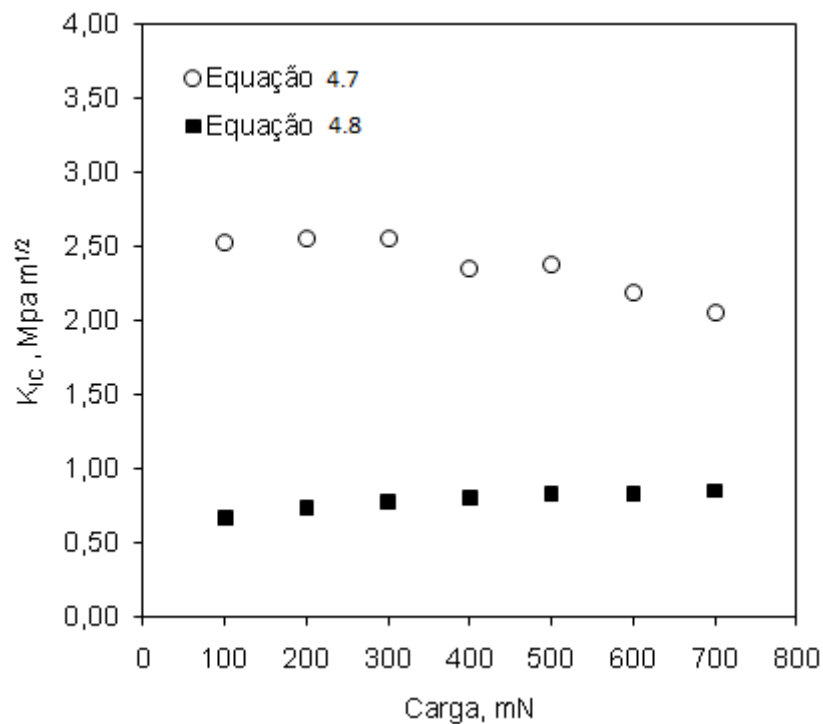


Figura 4.14 – Valores da Tenacidade à Fratura

Através destes modelos o valor médio de tenacidade a fratura é de $2,37 \pm 0,2 \text{ MPa m}^{1/2}$ usando a equação 1 e $0,78 \pm 0,1 \text{ MPa m}^{1/2}$. Os valores encontrados na literatura estão listados na tabela 4.4. Podemos afirmar que nossos resultados são bastante consistentes com os da literatura.

Tabela 4.4 -. Valores de K_{IC} da literatura

Ligas	K_{IC} MPam ^{1/2}	Fontes
$Al_{64}Cu_{22}Fe_{14}$	1,64 (Eq.1)	1. KOSTER <i>et al.</i> , 1993.
$Al_{63,5}Cu_{24}Fe_{12,5}$	0,89 (Eq. 2)	GIACOMETTI, <i>et al.</i> , 1999.
$Al_{59}Cu_{25,5}Fe_{12,5}B_3$	1,36 (Eq.1) Carga 1000g	XI-ING <i>et al.</i> , 2003.
AlCuCo	1,0	MURTH <i>et al.</i> , 1999.
$Al_{74,6}Co_{16,9}Ni_{8,4}$	$0.81 \pm 0,05$ (Eq. 1)	Xiaodong Li <i>et al.</i> , 2004.
$Al_{59,2}Cu_{25,3}Fe_{12,3}B_3$	0,78 Eq. 4,8) 2,37 (Eq. 4,7)	Presente trabalho

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

A liga quasicristalina de composição $\text{Al}_{52,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ de estrutura icosaedral com adição de 3% Boro foi obtida em forno a indução, submetida a tratamento térmico sob atmosfera de argônio durante 12h horas até obter-se uma microestrutura predominantemente formada pela fase icosaedral. Suas propriedades micromecânicas de tenacidade à fratura, microdureza e módulo de elasticidade foram determinadas através de indentação instrumentada usando ultramicrodurômetro. As principais conclusões são as seguintes:

- i) Os ensaios de indentação em função da carga de penetração mostraram claramente que existe uma carga crítica a partir da qual ocorre o surgimento de trincas que nucleiam nos vértices da impressão e se propagam ao longo das diagonais. Para liga $\text{Al}_{62,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ esta carga está entre 80mN e 100mN.
- ii) O valor da dureza para liga $\text{Al}_{62,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}$ encontrado no presente trabalho, teve um valor máximo de 10,2GPa, para uma carga de 80mN, ou seja, antes do aparecimento de trincas, a partir de uma carga de teste de 100mN, as trincas começaram a aparecer e a partir de 200mN a dureza cai abruptamente com o aumento da carga, atingindo um valor de 9.4 ± 2 GPa, para uma carga máxima de 500mN.
- iii) O módulo de elasticidade foi estimado sob cargas inferiores a 80mN, isto é, onde não há o surgimento de trincas. O valor encontrado foi de 183.5 ± 5.5 GPa com uso de indentador Bercovich e de 186.0 ± 8 GPa com indentador Vickers.

- iv) A geometria de trinca foi investigada estudada via microscopia eletrônica de varredura. Através da relação C/a , foi visto que as trincas são do tipo Palmqvist.
- v) A tenacidade a fratura foi estimada através de dois modelos. Os valores encontrados foram de $2.37 \text{ MPam}^{1/2}$ (equação 4.7) e $0.78 \text{ MPam}^{1/2}$ (equação 4.8). Valores estas bastante consistentes com aqueles encontrados na literatura.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros temos:

- i) Fabricar a liga quasicristalina de Al-Cu-Fe, nas mesmas condições que a liga estudada neste trabalho ($\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$) e repetir todos os testes que foram feitos. Desta forma podemos estudar de forma mais precisa a real influência do Boro nas propriedades na liga.
- ii) Repetir os testes de Dureza, Módulo de elasticidade e tenacidade à fratura, usando várias taxas de carregamento e desta forma estudar o comportamento destas propriedades com a variação da taxa de carregamento, além de acompanhar se o comportamento da propagação com o aumento da carga vai ter o mesmo comportamento para várias taxas de carregamento.
- iii) Estudar outras propriedades para a liga de $\text{Al}_{59,2}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,3}\text{B}_3$ e para a liga de Al-Cu-Fe, como por exemplo:
 - ✓ Tensão Escoamento;
 - ✓ Tensão de Ruptura;
 - ✓ Coeficiente de Fricção;
 - ✓ Coeficiente de dilatação Térmica

REFERÊNCIAS

ALENCAR, M. E. G., 2006, O número de Φ e a Série de Fibonacci, www.searadaciencia.ufc.br, visitada em 05/2006.

ANSTIS, G.R., CHANTIKUL, P., LAWN, B.R., AND MARSHALL, D.B., 1981, A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness. I. Direct crack measurements. *J Am Ceram Soc* 64: 533-8.

ASTM. 2005. ASTM E 384-99. Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.

ASTM. 2005. ASTM 1327-03 Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics.

ASTM. 2005. ASTM C 1326-03. Standard Test Method for Knoop Indentation Hardness of Advanced Ceramics.

BARUA, P., MURTY, B.S., SRINIVAS V., 2001, “Mechanical alloying of Al–Cu–Fe elemental powders”, *Mater. Sci. Eng. A*, 304-306: 863-866,

BHAT, D.G., 1981. Comment on ‘Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system’. *J Am Ceram Soc* 64: 165-6.

BHAT, M., KAUR, B., KUMAR, R., BAMZAI, K.K., KOTRU, P.N., AND WANKLYN, B.M. 2005. “Effect of ion irradiation on dielectric and mechanical characteristics of ErFeO₃ single crystals”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research, Section B (Beam Interactions with Materials and Atoms)*, 234: 494-508.

BAMZAI, K.K., KOTRU, P.N., AND WANKLYN, B.M., 2000, “Fracture mechanics, crack propagation and microhardness studies on flux grown ErAlO₃ single crystals”, *Journal of Materials Science & Technology*, 16: 405-10.

BELISÁRIO, R., 2003, “Quase-cristais: do descrédito à tecnologia”, *Ciência Cultura*, vol. 55 no. 1, São Paulo.

BRUNET, P., ZHANG, L.-M., SORDELET, D. J., BESSER, M., DUBOIS, J.M., 2000, “Comparative study of microstructural and tribological properties of sintered, bulk icosahedral samples”, *Materials Science and Engineering*, 294–296, 74–78.

CADORE, Scheyla. *Síntese, hidrogenação e caracterização estrutural de quase-cristais do tipo Al-Cu-Fe*, 2007, Dissertação (mestrado em Física), Universidade Estadual de Maringá, Maringá.

CAI, T., SHI, F., SHEN, Z., GIERER, M., GOLDMAN, A. I., KRAMER, M. J., JENKS, C. J., LOGRASSO, T. A., DELANEY, D. W., THIEL, P. A., VAN HOVE, M. A., 2001, “Structural aspects of the fivefold quasicrystalline Al–Cu–Fe surface from STM and dynamical LEED studies”, *Surface Science*, 495, Issues 1-2, Pages 19-34.

CALLISTER JÚNIOR, William D., 2002, *Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução*, Tradução: Sérgio Murilo Stamile Soares. 5.ed. Rio de Janeiro: LTC, .

CHATTOPADHYAY, K., RAVISHANKAR, N., GOSWAMI, R., 1997, “Shapes of quasicrystals”, *Prog. Crystal Growth and Characterization*, vol.34, 237-249.

CLINARD, F.W., HURLEY, G.F., YOUNGMAN, R.A., and HOBBS, L.W., 1984, “Effect of elevated temperature neutron irradiation on fracture toughness of ceramics”, *J. Nucl. Mater.* 133-134: 701-704.

DUB, S.N. AND MAISTRENKO, A.L., 1992, “Reliability of ceramics fracture toughness measurements by indentation”. 109-18.

DUBOIS, J. M., 2005, “Useful Quasicrystals I”, *World Scientific*.

DUBOIS, J. M., FERRÉ, E., B., FEUERBACHER, M., 2008, “Introduction to the Science of Complex Metallic Alloys”. Basic of Thermodynamics and Phase Transition in Complex Intermetallics – cap. 1, vol.1, França, *World Scientific*,.

EVANS, A.G. AND CHARLES, E.A., 1976, "Fracture toughness determinations by indentation", *J Am Ceram Soc*, 59: 371-2.

F. TURQUIER, V. D. COCARU, M. STIR, R. NICULA, E. BURKEL, 2007, "Synthesis of single-phase A0000l-Cu-Fe quasicrystals using high-energy ball milling", *Journal of Non-crystalline Solids*, 353: 3417-3420.

FAZIO L., SYNGELLAKIS, S., WOOD, R.J.K., FUGIUELE, F.M., SCIUME G., 2001, Diamond Relat, *Mater*, 10, 765.

FAUDOT, F., QUIVY, A. CALVAYRAC, Y., GRATIAS, D., HARMELIN, M., 1991, *Mater. Sci. Eng.*, A133, 383–387.

GIACOMETTI, E., BALUC, N., BONNEVILLE, J., RABIER, J., 1999, *Scr. Mater*, 989–994, 41.

GLANDUS, J.C., ROUXEL, T., AND QIU TAI., 1991, "Study of the Y-TZP toughness by an indentation method", *Ceram. Int*, 17: 129-35.

GONG, J. 1999. "Determining indentation toughness by incorporating true hardness into fracture mechanics Equations", *Journal of the European Ceramic Society*, 19: 1585-1592.

GONG, J., WANG, J., AND GUAN, Z. 2002, "A comparison between Knoop and Vickershardness of silicon nitride ceramics", *Mater Lett*, 56: 941-944.

HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E., 2004, "Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al–Cu–Fe alloys: a review", *Journal of Alloys and Compounds*, 363, Issues 1-2, 28, 154-178.

IRIKUCHI, E.E., Obtenção de Fases Quase-cristalinas no Al-Cu-Fe-Cr, *Dissertação de Mestrado*, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, PR, Brasil.

JANOT, C., DUBOIS, J., M., *Les Quasicristaux Matière a Paradoxes*, 1998, 1 Ed, France, EDP Sciences.

KANG, S.S., DUBOIS, J. M., “Compression testing of quasicrystalline materials”, 1992 *Philosophical Magazine A*, v. 66, p; 151 – 163.

KENZARI, S., 2006, Élaboration et Caractérisation de Nano-composites Métal-intermétalliques Complexes, *Tese de Doutorado*, INPL, Lorraine, França.

KIM, K.B., KIM, S.H., KIM, W.T., KIM, D.H., HONG, K.T., 2001, *Mater. Sci.Eng*, A304–306. 822–829.

KITTEL, Charles. *Introdução à física do estado sólido*. 5.ed. Rio de Janeiro: Guanabara dois. 1978.

Koster, U., W. Liu, Liebertz, H., and Michel, M., J., Non-Cryst, *Solids*, 153&154, 446 (1993).

LANKFORD, J. 1982., “Indentation microfracture in the Palmqvist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by the indentation method”, *J. Mater. Sci. Lett.* 1: 493-5.

LAWN, B.R. AND MARSHALL, D.B., 1979, “Hardness, toughness, and brittleness: An indentation analysis”, *J Am Ceram Soc*, 62: 347-51.

LAWN, B. R., EVANS, A. G. and MARSHALL, D. B., 1980, “Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system”, *J. Am. Ceram. Soc*, 63, 574-581.

MELO, Martín E.R.; RIVERA, Moisés H., “Estructura de sólidos amorfos”, *Ingeniería*, [S.l.], v.III, n.9, 2000.

WEATHERLY, N.K., , G.C., EMBURY, J.D., 2001, “An analysis of microhardness of single-quasicrystals in the Al–Cu–Co–Si system”, *Materials Science and Engineering*, 2002-210.

MURTHY, G. V. S., RAY, A. K., MINZ, R. K., MUKHOPADHYAY, N. K., 1999, *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS*, 255 – 258.

NIIHARA, K., MORENA, R., AND HASSELMAN, D.P.H. 1982, “Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios”, *J. Mater. Sci. Lett.* 1: 13-16.

OLIVER, W.C., PHARR, G.M., 1992, *J. Res.*, 7 1562.

PASSOS, T. A., 2006, Estudo da viabilidade Tecnológica de Fabricação de Compósitos Alumínio-Quasicristal por Extrusão a Quente, *Tese de doutorado*, UFPB, João Pessoa, PB, Brasil.

PALMQVIST, S, 1962, “Energy causing cracks at corners of Vickers indentations as measure of toughness of hard metals; Rissbildungsarbeit bei Vickers-Eindruecken als Mass fuer die Zaehigkeit von Hartmetallen”, *Archiv fuer das Eisenhuettenwesen* 33: 629-634.

PONTON, C.B. AND RAWLINGS, R.D, 1989, “Vickers indentation fracture toughness test Part I: Review of literature and formulation of standardized indentation toughness Equations”, *Mat. Sci. Tec.*, 5: 865.

PONTON, C.B. AND RAWLINGS, R.D, 1989, “Vickers indentation fracture toughness test part II: application and critical evaluation of standardised indentation toughness Equations”, *Materials Science and Technology*, 5: 961-976.

PRASAD, K. V. R., SHEEN, D.B., AND SHERWOOD, J.N., 2001, “Fracture Property Studies of Paracetamol Single Crystals Using Microindentation Techniques”, *Pharmaceutical Research*, 18: 867.

ROY, M., 2006, “Formation and magnetic properties of mechanically alloyed Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ quasicrystal”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 302: 52-55.

RONDON, P. P. S. 2010, Estudo das propriedades mecânicas da interface Adesiva criada por sistemas adesivos convencional e Autocondicionante, associados ou não ao laser nd:yag utilizando a técnica da nanoindentação, *Dissertação de Mestrado*, Universidade Estadual de São Paulo, São José dos Campos, SP, Brasil.

ROUXEL, D., PIGEAT, P., 2006, "Surface oxidation and thin film preparation of AlCuFe quasicrystals", *Progress in Surface Science*, v. 81, pp. 488-514.

SCHECHTMAN, D., BLENCH, I., GRATIAS, D., CAHN, J. W, 1984, "Metallic Phase with Long-Range Orientational Order and No Translational Symmetry", *Physical Review Letters*, v.53, pp. 1851.

Shetty, D.K., Wright, I.G., Mincer, P.N., and Clauer, A.H., 1985, "Indentation fracture of WC-Co cermets", *J. Mater. Sci.*, 20: 1873-82.

SORDELET, D. J., DUBOIS, J. M., 1997 "Quasicrystal - Perspeptive and potencial applications", *Materials Resseaerch Soc.Bulletin*, v. 22, pp. 34-37.

SORDELET, D J., BESSER, M F., KOGSDON, J L., 1998, "Abrasive Wear Behaviour of A1-Cu-Fe Quasicrystalline Composite Coatings", *Mater. Sci. Eng.*, A255 : 154.

SOUSA, A. M., 2009, Estudo para caracterização de Quasicristal (alcufe) visando aplicação na indústria do petróleo, *Dissertação de Mestrado*, UNIT, Aracajú, Brasil.

SRIVASTAVA, V.S.C., UHLENWINKEL, V., SCHULZ, A., ZOCH, H., MUKHOPADHYAY, N.K., 2008, "Synthesis of single phase i-AlCuFe bulk quasicrystal by spray forming", *Zeitschrift für kristallographie*, 711-715.

STEBUT, J. V., BESSER, J., 1996, "New Horizons in Quasicrystals Ames", *Singapore: New World*.

TREFILOV, V.I, MIL'MAN, Yu. V, LOTSKOV, D.V., DELOUS, A.N., CHUGUNOVA, S.I., TIMOFEEVA, I.I., AND, BYKOV, A.I., 2000, "Studies of Mechanical Properties of Quasicrystalline Al-Cu-Fe Phase by the Indentation Technique", *Doklady Physics*, V. 373, N° 4, 470-473.

URBAN, K. AND FEUERBACHER, M., 2004, *J. Non Cryst. Solids*, 334–335, 143.

VAN BUUREN, R ., SIETSMA, J., van den BEUKEL, A., 1991, *Mater. Sci. Eng.*, A134, 951–954.

VAN VLACK, L. H, 1970, *Princípios de Ciência dos Materiais*. São Paulo: Edgard Blücher.

Xiaodong Li^{1,3}, Liming Zhang and Hongsheng Gao^{1J.}, *Phys. D: Appl. Phys.* 37 , 2004, 753–757

XI-YING, Z., PEI-YAO, L., SHI-QIANG Q., 2003, "Evaluation of Fracture Toughness of Al-Cu-Fe-B Quasicrystal". *Journal of Wuhan University of Technology*, v. 8, No. 4,.

XI-ING, Z, 2003, *Journal of Wuhan University of Technology, Mater.sci*, Ed. Vol.18 N.04.

YOKOYAMA, Y., FUKAURA, K., SUNADA, H., NOTE, R., HIRAGA, K., INOUE, A., 2000, "Production of single Al₆₄Cu₂₃Fe₁₃ icosahedral quasicrystal with the Czochralski method", *Materials Science and Engineering*, 294–296 ,68–73.

YOUNT, H. J., 2006, Hardness and fracture toughness of heat treated advanced ceramic materials for use as fuel coating and inert matrix materials in advanced reactors, *Dissertação de Mestrado*, University of Wisconsin-madison, Wisconsin, USA.