

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

JEAN CLEBER BERTONI

**ESTUDO DA CAMADA TRATADA GERADA POR
REFUSÃO SUPERFICIAL A LASER DA LIGA AL-1,5%FE**

**PONTA GROSSA
2015**

JEAN CLEBER BERTONI

**ESTUDO DA CAMADA TRATADA GERADA POR
REFUSÃO SUPERFICIAL A LASER DA LIGA AL-1,5%FE**

Dissertação apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Orientador: Prof. Dr. Moisés Meza Pariona

PONTA GROSSA

2015

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

Bertoni, Jean Cleber

B547 Estudo da camada tratada gerada por
 refusão superficial a laser da liga
 Al-1,5%Fe/ Jean Cleber Bertoni. Ponta
 Grossa, 2015.
 96f.

 Dissertação (Mestrado em Engenharia e
 Ciência de Materiais - Área de
 Concentração: Desenvolvimento e
 Caracterização de Materiais), Universidade
 Estadual de Ponta Grossa.

 Orientador: Prof. Dr. Moisés Meza
 Parioma.

 1.Ligas Al-Fe. 2.Refusão superficial a
 laser. 3.Difração com raio X com ângulo de
 incidência rasante. 4.Caracterização
 microestrutural. 5.MEV. I.Parioma, Moisés
 Meza. II. Universidade Estadual de Ponta
 Grossa. Mestrado em Engenharia e Ciência
 de Materiais. III. T.

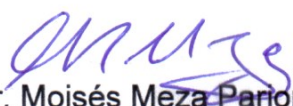
CDD: 669.722

JEAN CLEBER BERTONI

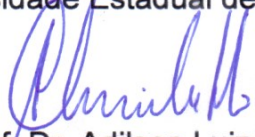
**ESTUDO DA CAMADA TRATADA GERADA POR REFUSÃO SUPERFICIAL A
LASER DA LIGA AL-1,5%FE**

Dissertação apresentada para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciências dos Materiais na Universidade Estadual de Ponta Grossa, Setor de Ciências Agrárias e de Tecnologia, Mestrado em Engenharia e Ciências de Materiais, área de concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Ponta Grossa-PR, 30 de janeiro de 2015.



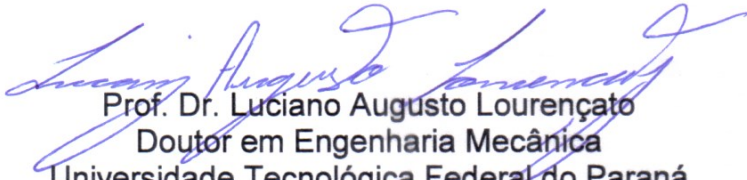
Prof. Dr. Moisés Meza Pariona - Orientador
Doutor em Ciência e Engenharia dos Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Adilson Luiz Chinelatto
Doutor em Ciência e Engenharia dos Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. André Maurício Brinatti
Doutor em Ciências
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Luciano Augusto Lourençato
Doutor em Engenharia Mecânica
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

*Dedico este trabalho a
Deus e a minha família.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pela oportunidade que colocou em minha vida.

Sou grato aos meus pais, a minha esposa Claudia Regina Nunes Bertoni e meus filhos Aline Cristina Bertoni e Gabriel José Bertoni Neto pelo apoio incondicional, pela credibilidade e incentivo que me confiaram durante esta caminhada.

Agradeço ao meu orientador Moisés Meza Pariona pela orientação.

Sou grato aos professores André Luis Moreira de Carvalho e Luís Antônio Pinheiro pela coordenação e a secretária Selma pelos esclarecimentos pontuais no decorrer do curso.

Agradeço a todos os professores que me auxiliaram nesta jornada de construção desta dissertação, ao professor André Mauricio Brinatti pelas valiosas contribuições dadas e paciência as quais foram de vital importância para a conclusão desta pesquisa, aos professores Selaucio Vurobi Junior, Marcio Ferreira Hupalo, André Vitor Chaves de Andrade, Osvaldo Mitsuyuki Cintho e Adilson Luiz Chinelatto, pelas preciosas explicações e sugestões, as quais foram significativas na execução deste trabalho.

Sou grato também a minha amiga e colega de mestrado Katiele Tives Micene (agora com o título de mestre) pelo valioso auxílio na realização de várias atividades e pelas importantes sugestões e conversas que tivemos no decorrer do curso.

Agradeço também à UEPG, pelo programa de pós-graduação e aos técnicos de laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais e em especial as técnicas do C-LABMU/PROPESP Josiane, Simone, Vanessa e Raquel.

Por fim agradeço a cada pessoa que direta ou indiretamente auxiliaram de alguma forma a construção e a realização desta pesquisa.

*“Penso 99 vezes e nada descubro.
Deixo de pensar, mergulho no silêncio,
e a verdade me é revelada.”*
Albert Einstein

RESUMO

Atualmente há uma ampla investigação sobre ligas de alumínio, principalmente devido a sua larga aplicação na indústria automotiva e aeroespacial, devido as seguintes características, entre elas, a baixa densidade, alta condutividade térmica e elevada resistência à corrosão a temperatura ambiente. Ligas de Al-Fe possuem um alto grau de modificação microestrutural, devido a mudanças em suas propriedades quando técnicas adequadas forem aplicadas. A liga Al-Fe foi estudada na composição de 1,5% de Fe em peso, a qual foi submetida ao tratamento de refusão superficial a laser de modo a aprimorar suas características superficiais. A caracterização dessas ligas com a finalidade de determinar a variação de composição química em diferentes profundidades foi realizado mediante a difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR). Nesta técnica, o ângulo de incidência do feixe de raios X foi fixado e o detector moveu-se em 2θ , sendo possível obter os difratogramas em diferentes profundidades com a variação do ângulo de incidência. Neste trabalho, as caracterizações a nível micro e nano estrutural das amostras da liga Al-1,5%Fe tratadas por refusão superficial a laser (RSL) foram realizadas, tanto na superfície tratada e bem como na parte transversal, este estudo foi realizado nas amostras tratadas em toda a superfície, quanto nas amostras com trilhas isoladas que foram aplicadas as velocidades de feixe laser de 20, 40 e 60 mm/s. Para isso foram utilizados diferentes técnicas de caracterização, tais como, microscópio ótico, microscópio eletrônico de varredura, espectroscopia por energia dispersiva, acompanhada da microscopia de força atômica, bem como da microdureza Vickers. Também neste trabalho a técnica de DRXIR foi utilizada para obtenção de perfis de profundidade da composição química próxima à superfície da liga. A análise foi realizada em escala micrométrica por meio da variação do ângulo de incidência entre $0,5^\circ$ a 6° com passos de $0,5^\circ$, bem como as análises com ângulos incidentes de 3° e 6° com passos de $0,02^\circ$ a cada 10 s. Como resultado mediante o estudo microestrutural foram caracterizados a zona fundida, a zona afetada termicamente e o substrato, sendo encontradas características particulares para cada velocidade do feixe de laser, de modo geral a zona tratada mostrou ter uma característica microestrutural mais homogênea formada por grãos menores, com baixa rugosidade e de alta dureza. A zona afetada termicamente mostrou ser mais notória a morfologia de grãos com característica alongada na interface tratada e não tratada para baixas velocidades de varredura do feixe laser. Por meio da técnica de difração de raios X diferentes fases metaestáveis foram encontradas, tais como, óxido de alumínio, nitretos, etc, com diferentes intensidades de picos como consequência da variação do ângulo de incidência.

Palavras-chave: Ligas Al-Fe, refusão superficial a laser, difração de raios X com ângulo de incidência rasante, caracterização microestrutural, MEV, EDS, microdureza.

ABSTRACT

There are currently extensive research on aluminum alloys, mainly due to its wide application in the automotive and aerospace industries, due to the following characteristics, among them, low density, high thermal conductivity and high corrosion resistance at room temperature. Al-Fe alloys have a high degree of microstructural change due to changes in their properties when appropriate techniques are applied. The Al-Fe alloy was studied in the composition of 1.5% Fe by weight, which was subjected to the treatment laser surface remelting in order to enhance its surface characteristics. The characterization of these alloys in order to determine the variation of the chemical composition at different depths was performed by Grazing incidence x-ray diffraction (GIXRD). In this technique, the angle of incidence of the X-ray beam was fixed and the detector moved in 2θ , it is possible to obtain the XRD patterns at different depths by varying the angle of incidence. In this work, the characterizations the micro and nano structural sample of alloy Al-1.5wt.%Fe treated by laser surface remelting (LSR) were performed, on the treated surface, as well as the transverse section, this study was performed at treated samples surface and at the isolated weld fillet on samples, where were applied laser beam speeds of 20, 40 and 60 mm / s. In this study we used different characterization techniques, such as, optical microscopy, scanning electron microscopy, energy dispersive spectroscopy, together with atomic force microscopy, and the Vickers hardness. Also in this work the technique of GIXRD was used to obtain depth profiles of near the surface chemical composition of the alloy. The analysis was performed in the micrometer range varying the angle of incidence between 0.5° to 6° in steps of 0.5° and analysis with incident angles 3° and 6° in steps of 0.02° for each 10 sec. As a result by examining the microstructure was characterized melted zone, the heat affected zone and the substrate, a particular features were found for each velocity of the laser beam, generally the treated area showed a more homogenous microstructure consisting of grains smaller feature, with low roughness and high hardness. The heat affected zone was more notorious the morphology of grains elongated feature in the treated and untreated interface for low laser beam scanning velocities. By means of the technique of X-ray diffraction various metastable phases were found, such as aluminum oxide, nitrides, etc., with different intensities of peaks as a consequence of the variation of angle of incidence.

Keywords: Al-Fe alloys, laser surface remelting, GIXRD, microstructural characterization, SEM, FEG, EDS, microhardness.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Diagrama de fases do sistema binário Al-Fe.....	19
Figura 2 – Diagrama de fases do sistema binário Al-Fe ampliado para a região próxima ao ponto eutético.	21
Figura 3 – Esquematização do tratamento por refusão a laser sobre a superfície de uma amostra.....	26
Figura 4 – Representação esquemática da relação entre as velocidades de solidificação e de feixe laser.....	28
Figura 5 - Difração de raios X por planos atômicos.....	32
Figura 6 – Difração de raios X por um cristal em configuração convencional θ - 2θ , geometria Bragg-Brentano.	33
Figura 7 – Geometria de Seeman-Bohlin aplicadas à difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR).	34
Figura 8 - O índice de refração para os raios X é ligeiramente inferior a um, o que implica em reflexão externa total quando o ângulo incidente (α) for inferior ao ângulo crítico, (α_c).....	36
Figura 9 – Equipamento laser utilizado no tratamento superficial.	41
Figura 10 - Regiões afetadas, não afetadas e as trilhas de fusão.....	42
Figura 11 – Panorama da amostra e das trilhas de poças de fusão formadas por RSL com velocidades de varredura do feixe de laser de 20, 40 e 60 mm/s.....	43
Figura 12 – Microscópio ótico usado nas análises de amostras tratadas por RSL ...	44
Figura 13 – Microscópio eletrônico de varredura utilizado nas análises das amostras tratadas por RSL	45
Figura 14 - Microdurômetro utilizado para as medidas microdurezas Vickers das amostras.....	46
Figura 15 – Microscópio de força atômica utilizado para análise da rugosidade superficial	47
Figura 16 - Equipamento utilizado para análise de difração de raios X.....	49
Figura 17 - Modo de operação utilizado para a configuração de difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR).....	50
Figura 18 - Microscopia óptica do material tratado a laser indicando a região entre as trilhas de fusão (setas vermelhas) e a região sobre a trilha de fusão (setas verdes).	52
Figura 19 - Micrografia da superfície tratada por RSL indicando as regiões formadas, (A) entre as trilhas de fusão e (B) sobre a trilha de fusão.	53
Figura 20 - Imagem de microscopia óptica da amostra tratada por RSL na superfície da amostra nas velocidades de varredura do feixe laser de (a) 20 mm/s, (b) 40 mm/s e (c) 60 mm/s.	54
Figura 21 - Imagem realizada através MEV da superfície da amostra tratada por RSL nas velocidades de varredura do feixe laser de (a) 20, (b) 40 e (c) 60 mm/s e suas respectivas ampliações (d), (e) e (f).	55

Figura 22 - Micrografia da superfície tratada por RSL indicando as trilhas de fusão formadas pelo tratamento onde (a) $V_b = 20$ mm/s, (b) $V_b = 40$ mm/s e (c) $V_b = 60$ mm/s.	56
Figura 23 - Análise de EDS da superfície da amostra tratada por RSL das trilhas geradas pelo feixe laser nas velocidades de 20, 40 e 60 mm/s e da superfície tratada com sobreposição de trilhas.	58
Figura 24 - Imagem de microscopia óptica da amostra tratada por RSL na seção transversal da amostra, sendo (a) a camada tratada e a região não tratada, (b) a ampliação da camada tratada e (c) não tratada.	60
Figura 25 - Imagem de microscopia óptica da amostra tratada por RSL da poça de fusão gerada em $V_b = 20$ mm/s (a, b, g), $V_b = 40$ mm/s (c, d) e $V_b = 60$ mm/s (e, f).	61
Figura 26 - Imagem de microscopia óptica da amostra tratada por RSL da poça de fusão gerada em $V_b = 20$ mm/s.	62
Figura 27 - Imagem realizada através do MEV na seção transversal da amostra tratada por RSL ($V_b = 20$ mm/s): (a) poça de fusão, (b) e (c) ampliações da zona de transição entre a poça de fusão e o substrato; e (d) o centro da poça de fusão.	63
Figura 28 - Imagem realizada através do MEV na seção transversal da amostra tratada por RSL (40 mm/s): (a) poça de fusão, (b) centro da poça, (c) e (d) ampliação da zona de transição entre a poça de fusão e o substrato.	64
Figura 29 - Imagem realizada através do MEV na seção transversal da amostra da tratada por RSL (60 mm/s): (a) poça de fusão, (b) e (c) ampliações da zona de transição esquerda entre a poça de fusão e o substrato; (d) o centro da poça.	65
Figura 30 - Imagem realizada através do MEV do substrato na seção transversal da amostra.	66
Figura 31 - Micrografia da seção transversal tratada por RSL indicando as poças de fusão formadas pelo tratamento onde (a) $V_b = 20$ mm/s, (b) $V_b = 40$ mm/s e (c) $V_b = 60$ mm/s.	67
Figura 32 – Gráfico da análise de EDS dos dados quantitativos da Tabela 9.	68
Figura 33 – Gráfico da análise da dureza Vickers (HV 0,1kg 15s), indicando os respectivos valores de HV da superfície e da seção transversal da região tratada por RSL; bem como os valores de HV (HV 0,05kg 15s) para o substrato não tratado.	71
Figura 34 - Análise topográfica do material base (substrato) por meio de microscopia de força atômica mostrando (a) uma visão bidimensional e (b) uma visão tridimensional.	72
Figura 35 - Análise topográfica do material tratado por RSL na velocidade de 20 mm/s das regiões: (a) trilha de fusão, (b) parte não tratada, na lateral esquerda da trilha de 20 mm/s e (c) a poça de fusão gerada pelo tratamento.	73
Figura 36 - Análise topográfica do material tratado por RSL na velocidade de 40 mm/s das regiões: (a) trilha de fusão, (b) entre as trilhas de 20 e 40 mm/s (parte não tratada) e (c) poça de fusão.	74

Figura 37 - Análise topográfica do material tratado por RSL na velocidade de 60 mm/s das regiões: (a) trilha de fusão, (b) entre a trilha de 40 e 60 mm/s (na parte não tratada), (c) a poça de fusão. (d) região vizinhança da trilha de 60 mm/s da parte não tratada (extremidade direita da amostra).	75
Figura 38 – Gráfico da análise de rugosidade, conforme os dados da Tabela 11.....	76
Figura 39 - Os difratogramas da liga Al-1,5%Fe tratada a laser por meio da radiação Cu K α com ângulo de incidência, α = 0,5°, 1°, 2°, 3°, 4°, 5° e 6°.....	78
Figura 40 - Difratograma da amostra da liga Al-1,5%Fe tratada por RSL gerado por meio da técnica de DRXIR, com α = 3° e radiação Cu K α	79
Figura 41 - Difratograma da amostra da liga Al-1,5%Fe tratada por RSL gerado por meio da técnica de DRXIR, com α = 6° e radiação Cu K α	80
Figura 42 - Gráfico do coeficiente de absorção de massa (em cm ² /g) versus fóton-energia (MeV) da liga Al-1,5%Fe construído no programa XCOM (NIST, 2014).	83
Figura 43 – Mostra o gráfico as profundidades de penetração (em μ m) da radiação Cu K α incidente no material tratado por RSL em função do ângulo rasante para as principais fases identificadas e não identificadas no diagrama. Dados coletados por meio da Tabela 13, Tabela 14 e Tabela 15.	86

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Dados cristalográficos do sistema binário Al-Fe.....	20
Tabela 2 – Dados utilizados para o cálculo do ângulo crítico da liga Al-1,5%Fe.....	36
Tabela 3 – Composição química das matérias-primas utilizadas na produção da liga Al-1,5%Fe.....	39
Tabela 4 - Parâmetros do laser utilizado na refusão superficial.	40
Tabela 5 – Parâmetros que caracterizam a morfologia da superfície e suas respectivas fórmulas.....	48
Tabela 6 – Parâmetros utilizados nas duas configurações de análise de DRXIR.	49
Tabela 7 – Análise de EDS da superfície da amostra tratada por RSL em modo de sobreposição de trilhas.....	53
Tabela 8 – Análise de EDS da superfície da amostra tratada por RSL das trilhas geradas pelo feixe laser nas velocidades de 20, 40 e 60 mm/s e da superfície tratada com sobreposição de trilhas.	57
Tabela 9 – Análise de EDS da seção transversal da amostra tratada a laser nas poças de velocidades de varredura do feixe laser ($V_b = 20, 40$ e 60 mm/s).	67
Tabela 10 – Análise da dureza Vickers do material tratado por RSL nas regiões sobre as trilhas de fusão, entre as trilhas de fusão e sobre a poça de fusão, bem como do substrato.	70
Tabela 11 - Parâmetros e resultados da análise de rugosidade das amostras analisadas por MFA. Baseada na Figura 11.	76
Tabela 12 – Propriedades para algumas fases da liga Al-1,5%Fe com radiação Cu K_α com fóton-energia na ordem de $8,0$ KeV.....	83
Tabela 13 – As profundidades de penetração total (em μm) da radiação Cu K_α no material tratado por RSL em relação aos ângulos de incidência, considerando que a liga Al-1,5%Fe seja uniformemente homogênea na camada tratada.....	84
Tabela 14 – Cálculos das profundidades de penetração τ_{63} (em μm) da radiação Cu K_α incidente no material tratado por RSL para as principais fases identificadas.	85
Tabela 15 – Cálculos das profundidades de penetração τ_{63} (em μm) da radiação Cu K_α incidente no material tratado por RSL para as fases não identificadas no difratograma, mas previstas para o sistema Al-Fe (KATTNER; BURTON, 1992; ALLEN et al., 1998).	85

LISTA DE SIGLAS E ACRÔNIMOS

DRX	Difração de raios X
DRXID	Difração de raios X com ângulo de incidência rasante (do inglês: <i>Grazzing incidence x-ray diffraction</i> - GIXRD)
IACS	Padrão Internacional de Cobre Recozido (do inglês: <i>International Annealed Copper Standard</i> - IACS)
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
HV	Microdureza Vickers
LASER	Light amplification by stimulated emission of radiation
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MFA	Microscopia de força atômica
MO	Microscopia ótica
RSL	Refusão superficial a laser
YAG	<i>Yttrium Aluminum Garne</i>

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	CONSIDERAÇÕES INICIAIS	15
2	OBJETIVOS	18
2.1	OBJETIVOS GERAIS.....	18
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	18
3	REVISÃO DE LITERATURA	19
3.1	LIGAS DE ALUMÍNIO-FERRO.....	19
3.2	LASER	23
3.3	REFUSÃO SUPERFICIAL A LASER (RSL).....	24
3.4	DUREZA VICKERS (HV).....	28
3.5	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	29
3.5.1	PRINCÍPIOS BÁSICOS	29
3.5.2	CÁLCULO DA ABSORÇÃO DE RAIOS X	29
3.5.3	LEI DE BRAGG	31
3.5.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS X COM ÂNGULO DE INCIDÊNCIA RASANTE (DRXIR)	32
3.5.1	CÁLCULO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO, REFLEXÃO DE RAIOS X E ÂNGULO CRÍTICO ...	35
3.5.2	CÁLCULO DA PROFUNDIDADE DE PENETRAÇÃO DOS RAIOS X.....	36
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	39
4.1	PREPARAÇÃO DO MATERIAL.....	39
4.2	O TRATAMENTO SUPERFICIAL A LASER	40
4.3	TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL.....	43
4.3.1	MICROSCOPIA ÓTICA	44
4.3.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) ACOPLADO AO MAPEAMENTO POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS).....	45
4.3.3	MICRODUREZA VICKERS (HV).....	45
4.3.4	MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA	46
4.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	48
4.4.1	DIFRAÇÃO DE RAIOS X COM ÂNGULO DE INCIDÊNCIA RASANTE.....	49
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	51
5.1	CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL	51
5.1.1	ANÁLISE QUANDO TODA A SUPERFÍCIE DA AMOSTRA FOI TRATADA A LASER.....	51

5.1.2	ANÁLISE DE TRILHAS ISOLADAS TRATADAS A LASER.....	54
5.2	CARACTERIZAÇÃO DA CAMADA TRATADA NA SECÇÃO TRANSVERSAL.....	59
5.2.1	ANÁLISE QUANDO TODA A SUPERFÍCIE DA AMOSTRA FOI TRATADA A LASER.....	59
5.2.2	ANÁLISE DE TRILHAS ISOLADAS TRATADAS A LASER.....	61
5.3	ANÁLISE DA DUREZA VICKERS (HV)	69
5.4	ESTUDO DE RUGOSIDADE POR MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA	72
5.5	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	78
5.5.1	PERFIL DAS FASES IDENTIFICADAS NOS DIFRATOGRAMAS	78
5.5.2	ÂNGULO CRÍTICO, COEFICIENTE DE ABSORÇÃO LINEAR E A PROFUNDIDADE DE PENETRAÇÃO.....	82
6	CONCLUSÃO	88
	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	90
	REFERÊNCIAS.....	91

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O alumínio, em virtude de suas significativas propriedades físico-químicas, pode ser utilizado de diversas formas. As propriedades físico-químicas que possui regem a sua qualidade, as quais se destacam o baixo peso específico de $2,7 \text{ g.cm}^{-3}$, a boa resistência à corrosão, a alta condutividade térmica de $0,53 \text{ cal.s}^{-1}.\text{cm}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ e elétrica de 61% IACS¹, bem como a infinita possibilidade de reciclagem o transforma no metal não ferroso mais consumido do mundo. É o terceiro elemento mais abundante da crosta terrestre e é encontrado normalmente na forma de óxido de alumínio (Al_2O_3), entretanto é o mais jovem dos metais a ser usado em escala industrial (ABAL, 2007; SILVA; BOARI; TABELINI, 2010).

O alumínio apresenta uma alta ductilidade, característica da estrutura cúbica de face centrada (CFC), que possibilita realizar conformação de componentes em altas taxas de deformação. Esse metal, junto as suas ligas, pode ser utilizado em várias aplicações, destacando-se em estruturas de automóveis, navios, aviões, trocadores de calor, construção civil, indústria alimentícia, utensílios de cozinha, e também na produção de tintas à base de alumínio (LEE, 2009).

Algumas ligas de alumínio são produzidas com o objetivo de aumentar a resistência mecânica, no entanto, sem prejudicar as outras características de forma a criar novas ligas cada uma com a combinação desejada de propriedades específicas em aplicações de interesse. As ligas de alumínio também são muito importantes como materiais de construção mecânica, pois podem se combinar, como elemento de liga, a grande maioria dos metais conhecidos, formando ligas com as características que se desejam (ABAL, 2007). Mesmo dispondo de tais qualidades, as ligas de alumínio necessitam de boa resistência mecânica, além de algumas propriedades superficiais, como a resistência ao desgaste que atenda as necessidades, as quais limitam a sua aplicabilidade, haja vista que várias ligas de alumínio podem ser sujeitas à esfoliação e a corrosão localizada (MICENE, 2014).

¹ *International Annealed Copper Standard* – IACS: é uma norma utilizada para representação da condutividade e resistividade de materiais, baseada no cobre recozido 100% puro. (ABAL, 2007).

Existe uma grande parcela de materiais que não apresentam progresso significativo quando levados a tratamentos térmicos no estado sólido. Para esses materiais, em particular, a refusão superficial a laser (RSL) consiste em uma técnica muito eficiente na melhoria localizada da peça tratada sem a necessidade de envolver a peça como um todo (GARCIA, 2007).

A região afetada por este tratamento (RSL) apresenta características importantes, tais como: aumento na resistência mecânica, plasticidade, maior resistência à fadiga, à corrosão, dentre outras. Essas mudanças são atribuídas à ocorrência de alguns fenômenos elencados por Garcia (2007), tais como o refino da microestrutura, formação de fases fora do equilíbrio, crescimento de fases cooperativas, como os eutéticos fora de sua composição nominal, extensão da faixa de solubilidade no sólido, redistribuição de produtos segregados, recolocação de precipitados em solução, volatilização de inclusões e etc.

Este trabalho é uma continuação do trabalho de pesquisa realizado por Telegiski (2012), pois a autora pertence ao mesmo grupo de pesquisa no qual foi realizada esta pesquisa. A autora (Teleginski) trabalhou com a liga Al-1,5%Fe, hipoeutética da liga Al-Fe em amostra tratadas em modo de sobreposição de trilhas. Neste trabalho, utilizou-se também a mesma liga Al-1,5%Fe, entretanto a técnica de RSL foi aplicada de forma diferente, ou seja, em diferentes velocidades de varredura do feixe laser, como por exemplo, 20, 40 e 60 mm/s, resultando em trilhas isoladas nas três velocidades de varredura. As micrografias para as amostras em estudo apresentaram diferenças significativas em relação às amostras tratadas em modo de sobreposição de trilhas, pois esta apresenta, na seção transversal, uma camada tratada, diferente da amostra com trilhas isoladas, onde são formadas três poças distintas de fusão para cada velocidade de varredura com dimensões e características diferentes. Neste trabalho também foi possível observar a zona afetada termicamente em todas as poças de fusão estudadas na seção transversal. Os dois trabalhos mostraram a semelhança de homogeneidade da camada tratada (zona fundida), entretanto o trabalho de Teleginski (2012) não foi claramente identificado a zona afetada termicamente.

As caracterizações foram realizadas buscando compreender como a RSL influencia nas propriedades da liga. A microestrutura foi analisada através de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e mapeamento por espectroscopia de energia dispersiva. As fases estáveis e metaestáveis formadas

foram identificadas através da técnica de raios X de baixo ângulo. A qualidade superficial foi analisada através de medições de microdureza Vickers e utilizou-se a microscopia de força atômica para estudar a topografia da amostra em escala manométrica.

A presente investigação analisou as modificações produzidas pela RSL em amostras da liga Al-1,5%Fe nas velocidades de varredura do feixe de laser (V_b) de 20, 40 e 60 mm/s, bem como em amostras que receberam o tratamento em toda a superfície, sendo que a microestrutura obtida foi analisada através de Microscopia Ótica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS). As fases estáveis e metaestáveis formadas foram identificadas por meio da técnica de difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR). Além disso, comparou-se a qualidade superficial das amostras tratadas por (RSL) e sem o tratamento por meio de medições de microdureza Vickers (HV) e Microscopia de Força Atômica (MFA) a fim de estudar a topografia das amostras em escala nanométrica. Nesta pesquisa também se estudou o perfil de fases formadas pela técnica de RSL em função da profundidade por meio da técnica DRXIR e suas respectivas profundidades na amostra.

A seguir serão apresentados os objetivos do presente trabalho e na sequência a revisão de literatura sobre ligas de alumínio-ferro e tratamento por refusão superficial a laser, com a finalidade de compreender os diversos fenômenos que ocorrem na zona tratada.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS GERAIS

O presente trabalho tem como objetivo avaliar o efeito da técnica de fusão superficial a laser (RSL) na microestrutura e no perfil de composição de fases em uma liga hipoeutética Al-1,5%Fe.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Visando alcançar o objetivo geral, foram estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

- Caracterizar a liga hipoeutética Al-1,5%Fe submetidas ao tratamento de RSL:
 - nas trilhas de fusão isoladas formadas nas diferentes velocidades de varredura do feixe laser ($V_b = 20, 40$ e 60 mm/s);
 - na camada tratada em toda a superfície em modo de varredura contínua.
- Comparar a microestrutura resultante das amostras tratadas com as amostras não tratadas por medição de dureza e por microscopia de força atômica;
- Estudar o perfil de fases das amostras tratadas por RSL, por meio da difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR);

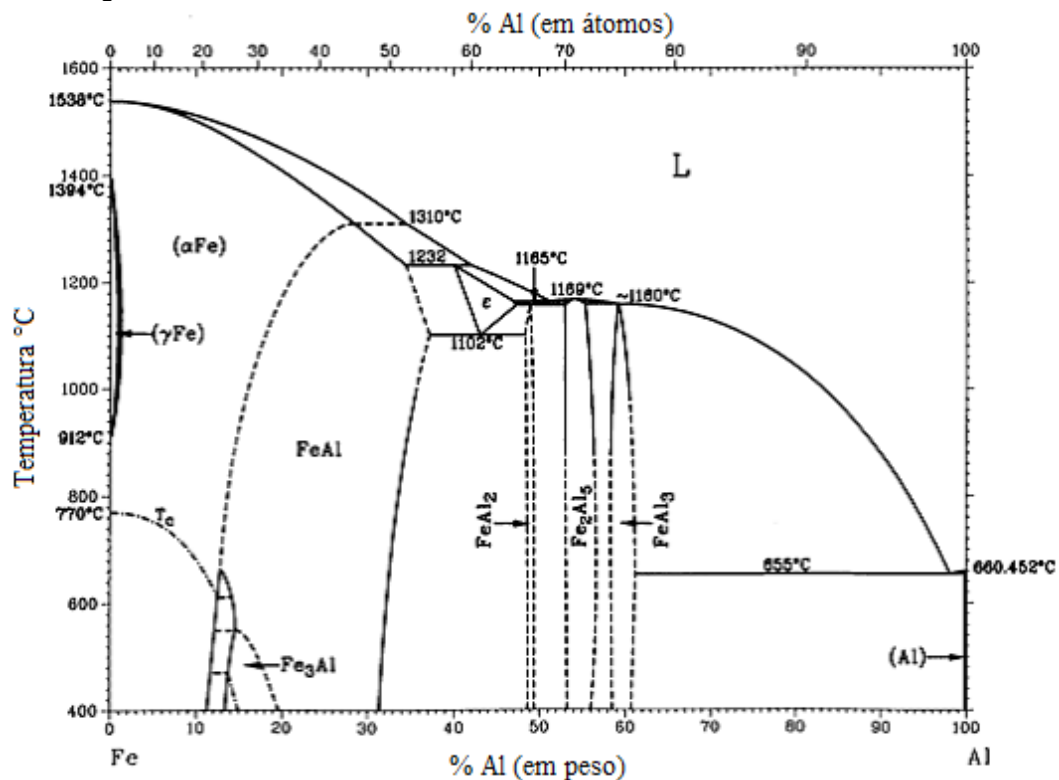
3 REVISÃO DE LITERATURA

Neste capítulo será apresentada uma revisão de literatura com relação às ligas de alumínio-ferro, do tratamento de refusão superficial a laser e da difração de raios X.

3.1 LIGAS DE ALUMÍNIO-FERRO

As ligas de alumínio tem despertado um grande interesse de pesquisadores devido à existência de fases intermetálicas em sua superfície que atuam na melhora da resistência a corrosão e ao desgaste sem, no entanto, prejudicar as propriedades mecânicas (PRUDÊNCIO et al., 2002). As ligas do sistema Al-Fe são caracterizadas por uma boa resistência à oxidação e também uma boa resistência à alta temperatura implicando em promissoras aplicações em vários ramos da indústria (GAŚIOR; DEBSKI; MOSER, 2012). A Figura 1 a seguir mostra o diagrama de fases do sistema binário Al-Fe.

Figura 1 – Diagrama de fases do sistema binário Al-Fe



Fonte: Adaptado de KATTNER; BURTON, 1992.

De acordo com Kattner e Burton (1992), o sistema binário Al-Fe é composto por várias fases, sendo 9 (nove) fases estáveis (em equilíbrio) e 2 (duas) metaestáveis (fora de equilíbrio). A Tabela 1 apresenta todas as fases estáveis e metaestáveis do diagrama de fases do sistema binário Al-Fe.

Tabela 1 – Dados cristalográficos do sistema binário Al-Fe.

Fases do diagrama	Fases (*)	Estabilidade	Composição em peso de Al (%)	Simbologia Pearson	Grupo Espacial
L	Líquido	-	-	-	-
(Al)	(Al)	Estável	100	cF4	$Fm\bar{3}m$
(α Fe)	(α Fe)	Estável	0 a ~28	cl2	$Im\bar{3}m$
(γ Fe)	(γ Fe)	Estável	0 a 0,6	cF4	$Fm\bar{3}m$
FeAl	AlFe	Estável	12,8 a ~37	cP8	$Pm\bar{3}m$
Fe ₃ Al	AlFe ₃	Estável	~13 a ~20	cF16	$Fm\bar{3}m$
ϵ	Al ₆ Fe ₅	Estável	~40 a ~47	cl16	...
FeAl ₂	Al ₂ Fe	Estável	48 a 49,4	aP18	P1
Fe ₂ Al ₅	Al ₅ Fe ₂	Estável	53 a 57	oC?	Cmcm
FeAl ₃	Al ₁₃ Fe ₄	Estável	58,5 a 61,3	mC102	C2/m
Fe ₂ Al ₉	Al ₉ Fe ₂	Metaestável	68,5	mP22	P2 ₁ /c
FeAl ₆	Al ₆ Fe	Metaestável	74,3	oC25	Cmc2 ₁

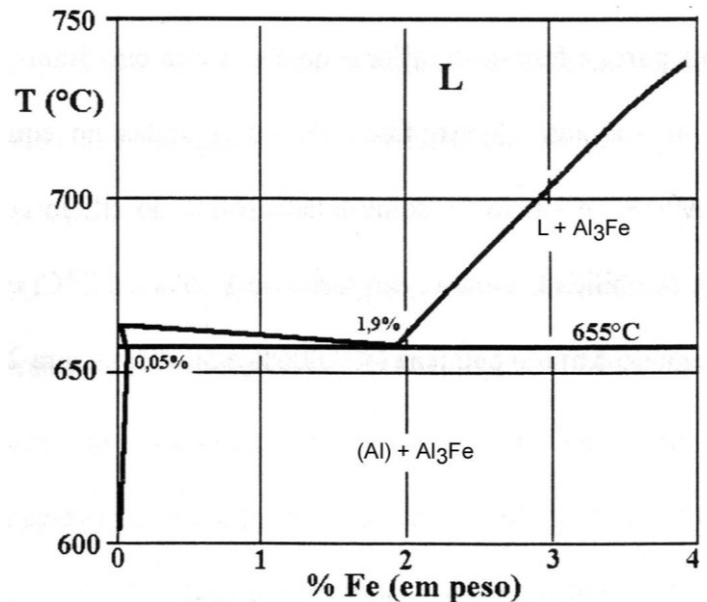
Fonte: Adaptado de KATTNER; BURTON, 1992; SUNDMANN et al. 2009 (*).

O ferro é a impureza comumente mais frequente encontrada no alumínio (ABAL, 2007), pois este elemento possui uma alta solubilidade no alumínio líquido (fundido), mas no alumínio sólido, apresenta uma baixíssima solubilidade máxima em torno de 0,05% em 655 °C, conforme ilustrado no diagrama de fases binário (Figura 1) (MONDOLFO, 1976; KATTNER; BURTON, 1992; OLIVEIRA, 2009). Acima do limite de solubilidade o ferro forma constituintes nos contornos de grãos (OLIVEIRA, 2009).

O ferro estará presente no alumínio na forma do constituinte intermetálico Al₃Fe (40,7% Fe), entretanto em vários processos de solidificação da liga da série 1XXX, são notadas a presença de fases metaestáveis intermetálicas como o Al₆Fe (25,6% Fe) e o Al_mFe (Figura 1) (OLIVEIRA, 2009). De acordo com o relatado por Oliveira (2009), em altas temperaturas durante o tratamento térmico de homogeneização do lingote ocorre à formação da fase Al₃Fe, a cerca 607 °C por 16 horas; e em uma temperatura mais baixa, em torno de 482° C por 16 h, ocorre a formação da fase Al₆Fe.

A Figura 2 a seguir mostra o diagrama de fases do sistema binário Al-Fe ampliado próximo ao ponto eutético.

Figura 2 – Diagrama de fases do sistema binário Al-Fe ampliado para a região próxima ao ponto eutético.



Fonte: Adaptado de KATTNER; BURTON, 1992.

Hatch (1984), afirma a existência de um eutético a uma provável composição entre 1,7% a 2,2% de ferro em uma temperatura de 655 °C, podendo ser observada mais facilmente no diagrama de fases Al-Fe ampliado (Figura 2). O Al_3Fe é a fase de equilíbrio termodinâmico no diagrama de fases binário Al-Fe. Nos casos de solidificação rápida são observadas as fases metaestáveis Al_7Fe_2 (37,3% Fe) e Al_6Fe que não são mostradas no diagrama de equilíbrio (ver Figura 1), porém prevista em condições metaestáveis, como mostra a Tabela 1.

A fase de equilíbrio Al_3Fe é citada na literatura com outras formas estequiométricas onde a mais comum é a fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ (Tabela 1), mas também pode ser encontrada como Al_7Fe_2 ou $\text{Al}_{19}\text{Fe}_6$ (SUNDMAN et al., 2009; LI et al., 2012).

Os autores Gremaud, Carrard e Kurz (1990), estudando o tratamento por refusão a laser aplicado a liga Al-Fe em proporções de 0,25 a 8,0% de ferro em peso, identificaram três tipos de microestruturas, sendo elas: estruturas celulares-dendríticas, em baixas taxas de crescimento; estruturas em forma de bandas (ou lamelas) em altas taxas de crescimento, dispostas paralelamente a interface sólido-líquido; e uma solução sólida livre de precipitados nas concentrações mais baixas

em elevadas taxas de solidificação. No estado estacionário e em taxas próximas ao limite de estabilidade absoluta, a estrutura de bandas foi a morfologia preferencial de crescimento.

Os autores Bismarck, Garcia e Spinelli (2012) estudaram experimentalmente a solidificação direcional e transiente das ligas hipoeutéticas Al-1,0%Fe e Al-1,5%Fe. Estudaram os perfis de evolução da microestrutura e da microdureza Vickers bem como a caracterização de compostos intermetálicos do sistema Al-Fe por meio de dissolução parcial do alumínio para revelação de precipitados. Por meio de DRX, os autores identificaram as fases intermetálicas de equilíbrio Al_3Fe em regime de solidificação estacionária em uma baixíssima taxa de arrefecimento e a fase metaestável Al_6Fe (fora de equilíbrio) em regime solidificação transiente em elevadas taxas de arrefecimento. Identificaram a fase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ em elevadas taxas de arrefecimento, embora com picos de baixas intensidades, e picos de maiores intensidades para taxas de arrefecimento mais baixas, isto é, a taxas em torno de 2,7 K/s para a liga Al-1,0%Fe e de 1,9 K/s para a liga Al-1,5%Fe.

Os pesquisadores Allen et al. (1998), estudando os intermetálicos de ferro formados nas ligas de alumínio afirmam que as microestruturas resultantes são determinadas por diferentes fatores, tais como: o crescimento competitivo entre duas fases; a nucleação competitiva entre duas fases; a supressão de reações de solidificação envolvendo difusão no estado sólido de elementos que possuem baixa difusividade em longas distâncias; e do particionamento de soluto em situação transitória. As ligas de Al-Fe, em condições de equilíbrio, são constituídas por uma fase α primária (rica em alumínio) e do eutético formado por partículas da fase intermetálica Al_3Fe e da fase α . Contudo, em condições fora de equilíbrio, e em decorrência da espessura da peça, ocorrerão diferenças significativas das taxas de arrefecimento entre a superfície e o centro do material, levando a formação de fases metaestáveis como a Al_mFe e o Al_6Fe , além da fase de equilíbrio Al_3Fe (ALLEN et al, 1998).

Na faixa de composições hipoeutéticas (até 1,8% Fe em peso) os autores Goulart et al (2009a) mostram que as ligas Al-Fe apresentam uma microestrutura de morfologia basicamente celular com uma fase rica em Al, entretanto não foi observada indícios de transição celular-dendrítica. Outros trabalhos também mostram que, para condições de solidificação fora de equilíbrio, em moldes refrigerados, a fase intermetálica Al_6Fe é predominante, e que a distribuição,

morfologia e dimensões dessa fase está fortemente relacionada à taxa de resfriamento na solidificação, bem como influenciam significativamente as propriedades mecânicas do material, tais como o limite de escoamento, o limite de resistência à tração e o alongamento específico (GOULART et al. 2009a, 2009b; GOULART, 2010; BERTELLI, 2009; BERTELLI et al., 2011).

3.2 LASER

A palavra LASER é originada do acrônimo do termo em inglês *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*, que significa amplificação da luz por emissão estimulada de radiação (MAILLET, 1987; MAJUMDAR; MANNA, 2003; BERTELLI, 2009). O laser é gerado pelo princípio de funcionamento básico da amplificação de um pequeno sinal de luz produzindo um feixe de luz amplificado com características específicas que o tornam uma importante ferramenta de aplicação em diversas áreas, tais como no processamento de materiais, metrologia, medicina e comunicação (STEEN, 1996).

As propriedades específicas do laser justificam e permitem o seu emprego para uma grande variedade de aplicações, destacando-se principalmente a coerência espacial e temporal (fase e a amplitude são únicas), a baixa divergência (paralelo ao eixo óptico), a monocromaticidade e a alta densidade de energia (potência) no modo contínuo ou no pulsante (MAJUMDAR; MANNA, 2011).

O laser pode ser utilizado desde as potências mais baixas (na ordem de mW) até as mais elevadas (de 1 a 100 kW), concentrando-se a energia em um ponto específico de tamanho-dimensão, em uma distribuição espacial-temporal sobre um determinado substrato através de qualquer meio. Isso permite que ele seja aplicado de diversas formas, partindo de aplicações bem simples até as mais sofisticadas, destinando-se a fins totalmente comerciais ou puramente científicos ou ainda aplicados em tratamentos médicos. O laser de alta potência gera um aquecimento intenso no local de aplicação sendo, por isso, utilizado em operações de fabricação e em processamentos de materiais (MAJUMDAR; MANNA, 2003, 2011).

Quando a superfície do material é irradiada por um laser, parte desta radiação atravessa a amostra, a outra parte é absorvida e uma terceira é refletida. A parte da radiação que foi absorvida é a principal responsável pelo aquecimento superficial do material. Desta forma, importantes parâmetros devem ser

considerados em relação à densidade de potência aplicada e do tempo de duração da radiação. No caso do laser pulsado, existe uma baixa transferência de calor por condução térmica devido aos pequenos períodos de pulsos, mas a condução térmica se torna significativa para pulsos longos como o caso do laser em modo de emissão contínua (BERTELLI, 2009; SILVA, 2011).

3.3 REFUSÃO SUPERFICIAL A LASER (RSL)

A refusão superficial a laser, ou também denominada de endurecimento superficial a laser, é uma técnica de modificação microestrutural de materiais metálicos pela aplicação de uma fonte laser na superfície do material atingindo elevadas taxas de resfriamento. É uma técnica de tratamento superficial e, portanto, não afeta o material base, ou seja, o tratamento por RSL não atinge o substrato (GARCIA, 2007; GRUM; STURM, 2004; BERTELLI, 2009).

A RSL é uma das técnicas não-tradicionais de engenharia de superfície que vem atraindo um crescente interesse nos últimos anos pela sua capacidade em melhorar o desempenho de resistência a corrosão das ligas de alumínio. É uma técnica versátil e promissora, que pode ser usada para modificar as propriedades superficiais de um material sem afetar suas propriedades gerais (GARCIA, 2007; BERTELLI et al., 2011; PARIONA et al., 2013).

A elevada potência leva a uma eficiente concentração de energia para a fusão. A RSL consiste em um rápido resfriamento do material fundido por condução para a subsuperfície com menor temperatura depois de um curto período de irradiação. Esta técnica tem despertado um crescente interesse nos últimos anos por suas capacidades únicas, e somadas a grande popularidade do laser, transformou-se em uma tecnologia relativamente comum (BOROWSKI; BARTKOWIAK, 2010; KALITA, 2011; PARIONA et al., 2012a).

A fusão da superfície, e subsequente ressolidificação rápida, é um meio de produzir uma microestrutura refinada ou metaestável em áreas específicas sobre um material, que tem suas propriedades melhoradas, tais como a resistência ao desgaste, à corrosão e à oxidação, especialmente em altas temperaturas (ION, 2005).

A RSL aplicada em filmes finos é um dos processos de endurecimento superficial que atingem os maiores níveis de dureza e, conseqüentemente, a

melhora significativa da resistência ao desgaste. Temperaturas acima da temperatura de fusão podem ser atingidas por meio de uma apropriada aplicação de energia, produzindo um rápido aquecimento local e, em seguida um rápido resfriamento, e de uma posterior solidificação. Assim, uma fina camada refundida composta por uma fase sólida finamente distribuída na matriz de base é gerada, podendo esta técnica induzir tensões térmicas no material. As propriedades da camada refundida são dependentes da composição química e da microestrutura do material antes do processo de fusão, bem como da magnitude de energia aplicada na superfície da amostra (SUŠNIK; ŠTURM; GRUM, 2012).

Watkins, McMarron e Steen (1997), estudaram a evolução microestrutural em várias ligas de alumínio tratadas por refusão superficial a laser (RSL) como o Al-Cu, Al-Si, Al-Zn, Al-Fe e Al-elemento de transição no sistema de liga, além de estudarem a formação de ligas de superfície por laser (LSL) nos sistemas Al-Ni, Al-Cr e Al-Mo. Os autores mostraram que estas técnicas produzem ligas de superfície com microestruturas e características composicionais exclusivas e que, em muitos casos, trazem melhorias na dureza e na melhoria da resistência a corrosão quando comparadas as ligas convencionais.

Em estudos de ligas de alumínio tratadas por RSL vários autores afirmam que a variedade de microestruturas únicas produzidas pelas técnicas é resultante das condições de resfriamento fora de equilíbrio estabelecidas quando uma camada fina refundida pelo laser é ressolidificada em contato com o substrato não afetado, sendo o substrato o principal responsável pela dissipação de calor, isto é, pelo seu resfriamento, pois o substrato funciona como um molde (WATKINS; MCMARRON; STEEN, 1997; BERTELLI et al., 2011; TELEGINKI, 2012).

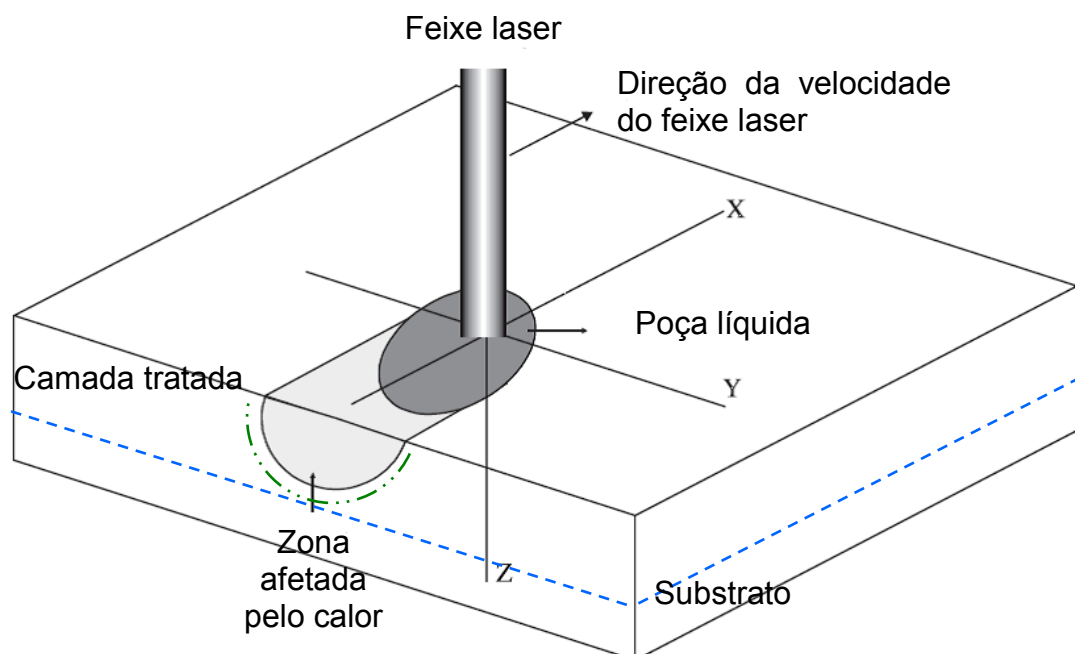
Os autores Gremaud, Carrard e Kurz (1990), estudaram a liga Al-Fe submetidas ao tratamento por RSL em velocidades de varredura de 0,1 a 6,0 m/s. Identificaram três tipos de microestruturas observadas após o tratamento: microestruturas do tipo celular-dendrítica, em baixas taxas de crescimento; microestruturas de bandas, em altas taxas de crescimento, sendo estas compostas por uma sucessão de bandas claras e escuras, dispostas paralelamente à interface com o substrato; e microestruturas livres de precipitados obtidas a baixas concentrações e a elevadas taxas de solidificação.

Os autores, Pinto et al. (2003), analisaram as variações microestruturais e de dureza ao longo de amostras da liga de Al-15%Cu submetidas ao tratamento por

RSL. Identificaram a presença de três zonas microestruturais na seção transversal da camada tratada. São elas: celular, dendrítica perpendicular e dendrítica paralela à direção de varredura do feixe laser. Os autores também afirmam que a velocidade do feixe de varredura controla fortemente as dimensões da camada tratada. Assim, a camada com estrutura celular é significativamente reduzida à medida que a velocidade de varredura do feixe laser é aumentada. Medições de dureza superficial na seção transversal ao tratamento laser atingiram valores três vezes maiores que o substrato sem o tratamento.

O processo de RSL é descrito por um feixe concentrado de energia que é utilizado para modificar a superfície do material. O feixe é aplicado na superfície do material e parte da energia é transmitida, absorvida e a outra é refletida. A parte absorvida de energia gera calor o qual excede a temperatura de fusão, mas não excede a temperatura de ebulição. O material é fundido, formando uma poça de metal líquido no local, e posteriormente se solidificando a elevadas taxas de arrefecimento. Após o tratamento por RSL é possível visualizar três áreas bem distintas: a região tratada (camada refundida), a zona afetada pelo calor e a não tratada (substrato), como mostrado na Figura 3 (PINTO et al., 2003).

Figura 3 – Esquematização do tratamento por refusão a laser sobre a superfície de uma amostra.



Fonte: Adaptado de PINTO et al, 2003.

Em estudos realizados com a liga Al-Si tratada por RSL, os autores observaram alterações microestruturais e de microdureza na camada tratada. A refusão a laser de uma fina camada superficial foi realizada em diferentes potências. As condições de fusão foram variadas em relação à aplicação de diferentes tempos de períodos de pulso laser. A solidificação da superfície da camada refundida por RSL produziu uma microestrutura de granulação mais fina, elevando a microdureza da liga Al-Si em cerca de 60 a 80%. A variação e magnitude das tensões residuais e, principalmente, de tração na superfície da camada refundida depende fortemente das taxas de resfriamento, ou seja, do tempo de duração do pulso de laser. As precipitações de recozimento após o processo de RSL influenciam a redução das tensões residuais (SUŠNIK; ŠTURM; GRUM, 2012).

Teleginski (2012), em seu trabalho de pesquisa da liga Al-1,5%Fe submetida ao tratamento de RSL, realizou um extenso estudo experimental em relação à morfologia, microestrutura, composição de fases, microdureza e resistência à corrosão resultantes do tratamento a laser na camada tratada e os resultados obtidos foram comparados as amostra não tratadas. O tratamento de RSL propiciou mudança na composição química, morfologia e microestrutura do material tratado, a qual apresentou uma melhora significativa de algumas propriedades em comparação ao material não tratado, tais como da resistência mecânica, da fadiga, da corrosão sob tensão, da plasticidade, do aumento da dureza e da uniformidade da rugosidade superficial. A melhoria dessas propriedades está atribuída a presença de óxidos de alumínio na superfície do material, bem como de uma microestrutura mais compacta, homogênea e refinada ligada fortemente ao substrato.

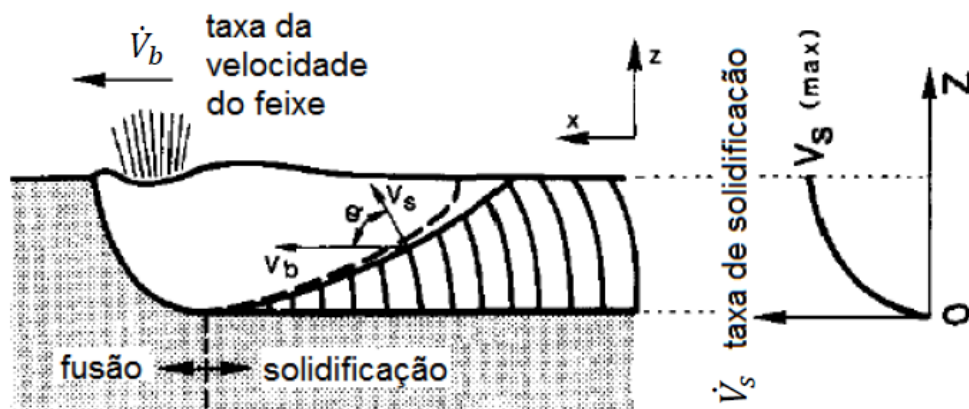
Micene (2014), pesquisando a liga Al-2,0%Fe submetida ao tratamento de RSL, realizou uma ampla caracterização experimental quanto à morfologia, microestrutura e microdureza, dando ênfase ao estudo da resistência à corrosão na camada tratada resultante do tratamento a laser. Para isso foram realizados ensaios de potencial de corrosão, micro e macropolarizações, voltametria cíclica e espectroscopia de impedância eletroquímica. O tratamento RSL efetuado na liga de Al-2,0%Fe conduziu a formação de uma microestrutura mais homogênea, compacta e refinada, bem como propiciou o aumento da microdureza e a redução da rugosidade superficial, além da redução da taxa de corrosão em meio à H_2SO_4 0,1 mol/L em torno de dez vezes menor que para amostras da liga não tratada.

Durante o tratamento a laser em potência e velocidade constantes, uma poça de fusão é gerada em regime estacionário. A poça gerada pelo tratamento laser apresenta a forma de lágrima quando a velocidade de varredura do laser atingem altas velocidades (Figura 4) e a forma circular para baixas velocidades de varredura (GREMAUD; CARRARD; KURZ, 1990). Tomando a seção transversal longitudinal através da linha central da trilha refundida (ver plano XZ da Figura 3), verifica-se que a taxa de crescimento da superfície solidificada, $\dot{V}_s$, relaciona-se com a taxa de velocidade do feixe, $\dot{V}_b$, por meio da equação:

$$\dot{V}_s = \dot{V}_b \cos \theta \quad (1)$$

onde θ é o ângulo entre $\dot{V}_s$ e $\dot{V}_b$. A taxa de crescimento da superfície solidificada varia significativamente sobre a profundidade da poça de fusão; de zero na interface com o substrato, para um máximo na superfície uma vez que, em elevados gradientes positivos de temperatura, a microestrutura se orienta paralelamente ao fluxo de calor (GREMAUD; CARRARD; KURZ, 1990).

Figura 4 – Representação esquemática da relação entre as velocidades de solidificação e de feixe laser.



Fonte: Adaptado de GREMAUD; CARRARD; KURZ, 1990.

3.4 DUREZA VICKERS (HV)

A dureza Vickers (HV) é uma técnica amplamente empregada em pesquisas, pois fornece uma escala contínua de resistência a determinadas cargas. A técnica

se baseia na resistência que o material oferece à penetração de uma ponta de diamante em forma de pirâmide de base quadrada com o ângulo de 136° entre as faces (SOUZA, 1974; CHIAVERINI, 1986).

A dureza Vickers (HV) é dada pelo quociente da carga aplicada pela área de impressão. Sendo P a carga aplicada, L a diagonal da impressão e θ o ângulo entre as faces opostas do penetrador de diamante. A dureza Vickers (HV) é dada pela seguinte equação:

$$HV = \frac{1,854 * P}{L^2} \quad (2)$$

3.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

3.5.1 Princípios básicos

Os raios X são uma forma de radiação eletromagnética gerada toda vez que uma carga elétrica é acelerada ou desacelerada (*bremsstrahlung*: radiação de freamento) e possui comprimentos de onda na ordem de 10^{-11} a 10^{-8} m, localizam-se entre a radiação gama e a ultravioleta. Devido ao fenômeno de difração vários processos estão envolvidos quando esta radiação é emitida sobre um material. São eles: (a) o espalhamento coerente, que produz feixes com o mesmo comprimento de onda que o feixe incidente (primário), isto é, a energia dos fótons num feixe coerente espalhado permanece inalterada quando comparada com a do feixe primário; (b) o espalhamento incoerente, onde o comprimento de onda do feixe espalhado aumenta devido à perda parcial da energia do fóton nas colisões com elétrons (também conhecido como efeito Compton); e (c) a absorção de raios X, no qual alguns fótons são espalhados em direções aleatórias devido à dispersão, e outros perdem sua energia ejetando elétron(s) de um átomo (por ionização) e / ou devido ao efeito fotoelétrico (fluorescência de raios X) (CULLITY, 1978; PECHARSKY; ZAVALIJ, 2005; BIRKHOLZ, 2006; RENAUD; LAZZARI; LEROY, 2009).

3.5.2 Cálculo da absorção de raios X

Quando os raios X passam através da matéria, seja ela um gás, líquido ou sólido, parte da radiação é transmitida, absorvida e a outra é refletida. A intensidade

dos raios X transmitidos a partir de uma substância homogênea é dada pela equação a seguir (CULLITY; STOCK, 2001; BIRKHOLZ, 2006; HE, 2009; ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011):

$$I = I_0 e^{-\mu \ell} \quad (3)$$

onde o I_0 é a intensidade incidente, o I é a intensidade transmitida, o μ é o coeficiente de absorção linear e ℓ é a espessura da camada.

O coeficiente de absorção de massa (absorção mássico) ou coeficiente de atenuação mássico é um parâmetro mais consistente e equivale ao coeficiente de absorção linear normalizado pela densidade (ρ). O coeficiente de absorção de massa, μ_m , é obtido a partir do quociente entre o coeficiente de absorção linear (μ) pela densidade do material (ρ), ou seja, $\mu_m = \mu/\rho$. E substituindo na equação anterior, temos:

$$I = I_0 e^{(-\frac{\mu}{\rho})\rho \ell} \quad (4)$$

A intensidade do feixe de raios X transmitidos é sempre menor do que a do feixe de raios X incidente, pois os raios X incidentes são atenuados pelo material. O coeficiente de absorção linear e o coeficiente de absorção de massa também são conhecidos como coeficiente de atenuação linear e o coeficiente de atenuação de massa, respectivamente. O coeficiente de absorção de massa de um elemento depende do comprimento de onda dos raios X emitidos. A equação abaixo descreve o coeficiente de absorção de massa para o caso de dois elementos:

$$\mu_m = w_1 \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_1 + w_2 \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_2 \quad (5)$$

onde W_i é a fração peso, e $(\mu/\rho)_i$ é o coeficiente de absorção de massa do i -ésimo elemento (CULLITY, 1978).

A perda de intensidade de uma transmissão do feixe de raios X através da matéria é devida a muitos processos físicos, incluindo a emissão de fotoelétrons, elétrons Auger, recuo elétrons Compton, espalhamento coerente de raios X em mesmo comprimento de onda, espalhamento incoerente de raios X, também

conhecida como espalhamento Compton que tem um comprimento de onda ligeiramente mais longo do que os raios X incidentes.

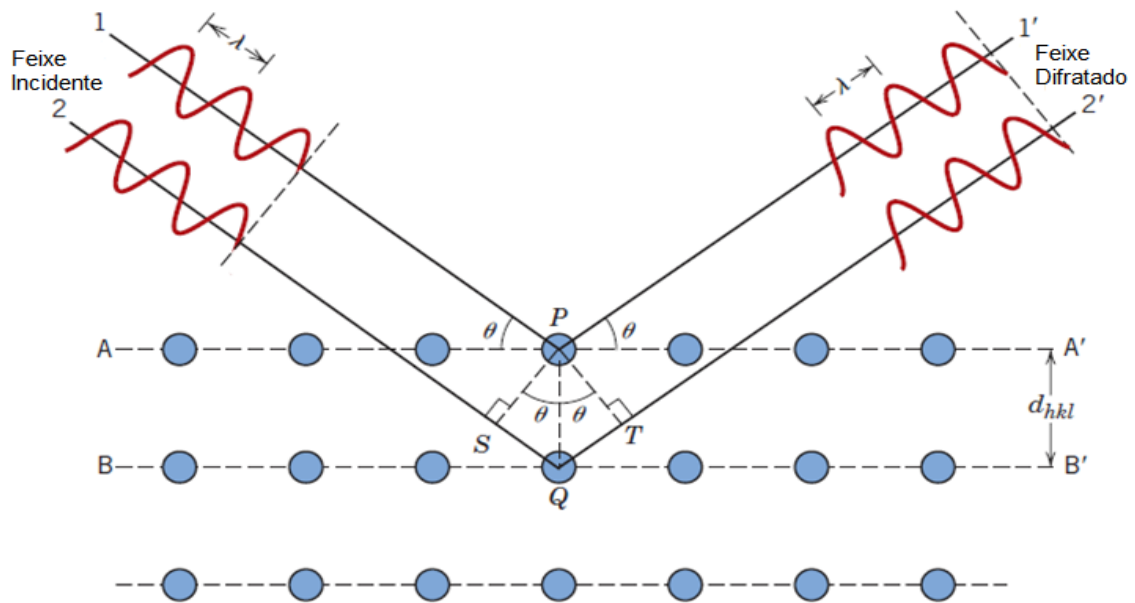
3.5.3 Lei de Bragg

Quando um feixe de raios X incide em um cristal, de forma que os átomos estejam regularmente distribuídos em um arranjo cristalino, cada átomo será uma fonte emissora esférica de radiação. Nestas condições poderá haver interferências construtivas entre as ondas eletromagnéticas, se caso estiverem em fase entre si, ou destrutivas se caso não estiverem em fase. A radiação incidente deverá possuir um comprimento de onda de mesma ordem de grandeza que a partícula a ser analisada (CULLITY; STOCK, 2001; BIRKHOLZ, 2006; HE, 2009; ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011).

Na Figura 5, um feixe de raios X monocromáticos com comprimento de onda λ incide sobre um ângulo θ sobre um cristal com um conjunto de planos cristalinos e um espaçamento d_{hkl} , entre planos. A difração de raios X ocorrerá se houver interferência construtiva, ou seja, se a distância percorrida pelo feixe for um múltiplo inteiro de λ , ou seja, $n\lambda$. Assim, o feixe difratado pelo segundo plano de átomos deverá percorrer uma distância $SQ + QT$ a mais do que o feixe difratado pelo primeiro plano, sendo necessário obedecer a condição imposta pela equação 5 para que ocorra a interferência construtiva:

$$SQ + QT = n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (6)$$

Figura 5 - Difração de raios X por planos atômicos.



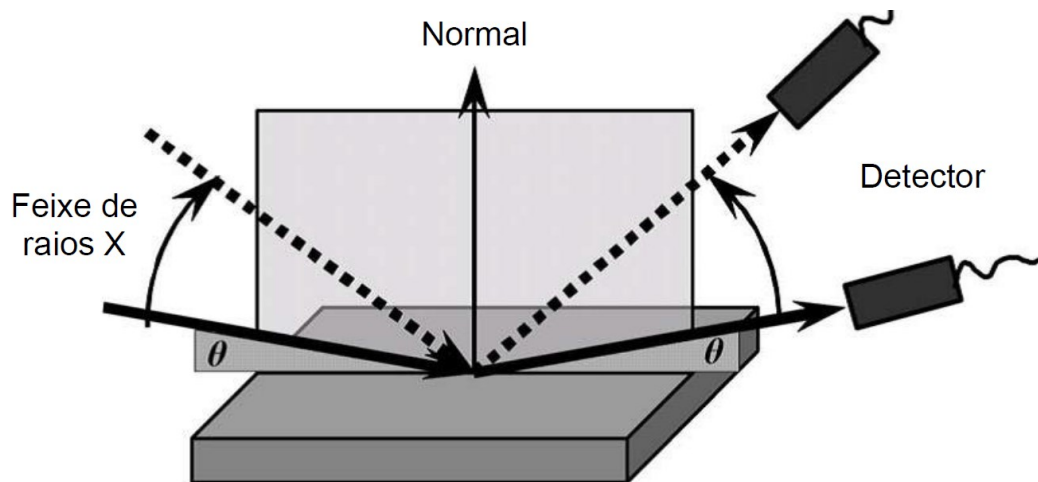
Fonte: Adaptado de CALLISTER, 2007.

3.5.4 Difração de Raios X com Ângulo de Incidência Rasante (DRXIR)

No caso da difração de raios X convencional (θ - 2θ), com geometria Bragg-Brentano, os ângulos incidentes e de detecção são iguais, considerando a superfície da amostra policristalina, a qual possui cristais orientados aleatoriamente e homogêneos em todas as direções. Os difratogramas gerados por meio desta configuração nos apresentam algumas informações relativas do material, tais como a composição, a estrutura cristalina, o grau de cristalinidade a partir das posições, intensidades e as larguras dos picos de difração, etc. No caso de filmes finos, observam-se principalmente a frequência de intensificação de alguns picos e a redução de outros, devido à presença de orientação preferencial e textura dos cristais (BIRKHOLZ, 2006; LIMA, 2010; DAUDT, 2012).

A Figura 6 apresenta a difração de raios X convencional (θ - 2θ), com geometria Bragg-Brentano, mostrando os ângulos incidentes e de detecção.

Figura 6 – Difração de raios X por um cristal em configuração convencional θ - 2θ , geometria Bragg-Brentano.



Fonte: Adaptado de BOUROUSHIAN; KOSANOVIC, 2012.

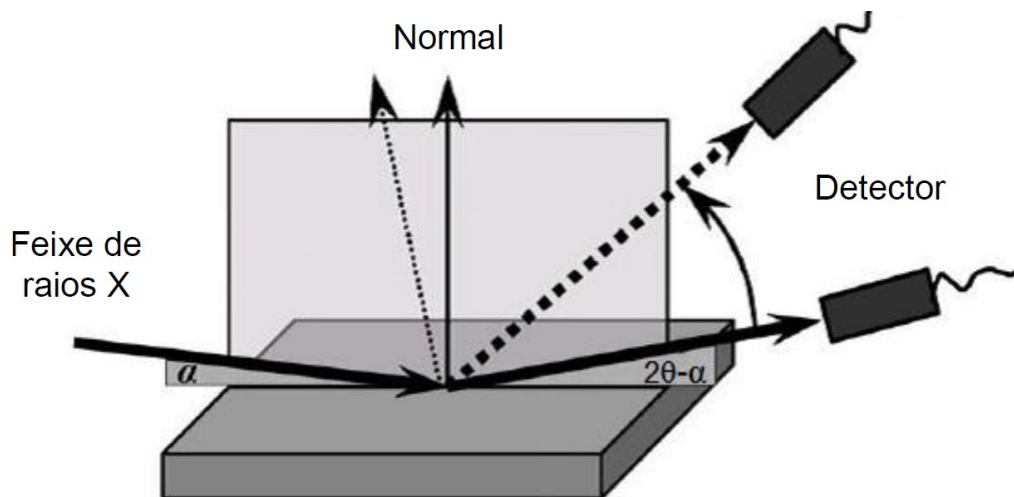
A DRXIR torna possível o uso de raios X para a caracterização de superfícies, interfaces e filmes ultrafinos. Esta técnica permite a obtenção de informações significativas relativas à espessura da camada, das fases cristalográficas, da composição em função da profundidade, além da microestrutura (estresse, orientação preferencial e textura) (BOUROUSHIAN; KOSANOVIC, 2012).

A profundidade a ser analisada por meio da difração de raios X está fortemente ligada às características da amostra, tais como a composição química, densidade, ângulo de incidência e ao comprimento de onda da radiação raios X. No caso de análise de filmes finos, onde a espessura compreende-se entre 0,01 a 10 μm , a configuração θ - 2θ convencional, mostra-se insuficiente, devido ao pequeno caminho ótico que o feixe percorre dentro do filme, proporcionando aumento de ruído e redução de sinal, além de representar uma forte contribuição do substrato (CULLITY, 1978; BIRKHOLZ, 2006; LIMA, 2010 e DAUDT, 2012)

Em películas finas, como é o caso de filmes finos, o uso da geometria Seeman-Bohlin é indicado, sendo o ângulo incidente, θ , rasante e fixo e o detector realiza a varredura 2θ (Figura 7). Esta técnica é conhecida como Difração de Raios X com Ângulo de Incidência Rasante, originada do termo em inglês *Grazing Incidence X-Ray Diffraction – GIXRD*, que proporciona um aumento significativo no caminho ótico do feixe no interior do filme, de maneira que a informação estrutural significativa seja provida principalmente desta fina camada em estudo. As camadas mais superficiais do material apresentam maior interação que as mais profundas,

contribuindo de modo mais efetivo na formação dos difratogramas, devido à atenuação do feixe de radiação ao penetrar na amostra. A Figura 7 representa um feixe incidindo sobre a amostra, em geometria Seeman-Bohlin aplicadas a DRXIR.

Figura 7 – Geometria de Seeman-Bohlin aplicadas à difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR).



Fonte: Adptado de BOUROUSHIAN; KOSANOVIC, 2012.

A variação no ângulo de incidência altera significativamente a profundidade da região em que os raios X são difratados. A camada contribui com 95% da intensidade dos picos é considerada relevante, isto é, toda informação contida no difratograma é advinda dessa camada. Assim, variando-se os ângulos de incidência entre $0,5^\circ$ a 6° , variam-se também a profundidade da análise. A obtenção de difratogramas em diferentes ângulos de incidência torna possível a obtenção de informações estruturais de camadas superficiais com espessuras distintas, de modo que a comparação das intensidades relativas de picos de diferentes fases permite concluir sobre a homogeneidade da distribuição (CULLITY, 1978; LOW, 2000; LIMA, 2010; DAUDT, 2012).

Informações das camadas mais profundas do material podem ser obtidas por meio do aumento do ângulo de incidência (BIRKHOLZ, 2006; CAI, 2009). Gradientes de tensão residual também podem ser calculados com a utilização desta técnica (CHEN, 2011). Uma das vantagens desta técnica é que a mesma consiste de um método não destrutivo para análises em diferentes profundidades, ao contrário de quando se realiza o polimento gradual ou corte de finas fatias do

material (~1 mm de espessura) para posterior análise de raios X convencional (WULFF; QUAAS; STEFFEN, 1999; SINGH; LOW, 2002).

3.5.1 Cálculo do índice de refração, reflexão de raios X e ângulo crítico

O índice de refração do feixe de raios X sobre um meio material é descrito pela equação 6 abaixo,

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (7)$$

onde o δ é a parte real (dispersão) e β a complexa (absorção) do índice de refração, n . Para simplificar a equação acima, adota-se $\delta=10^{-5}$ (comumente utilizada para os sólidos) e $\beta \approx 0$ (desprezando o termo de absorção).

A equação 7 é originada da Lei de Refração de Snell e que relaciona o ângulo incidente α ao ângulo transmitido, α_t ,

$$\cos \alpha = n \cos \alpha_t \quad (8)$$

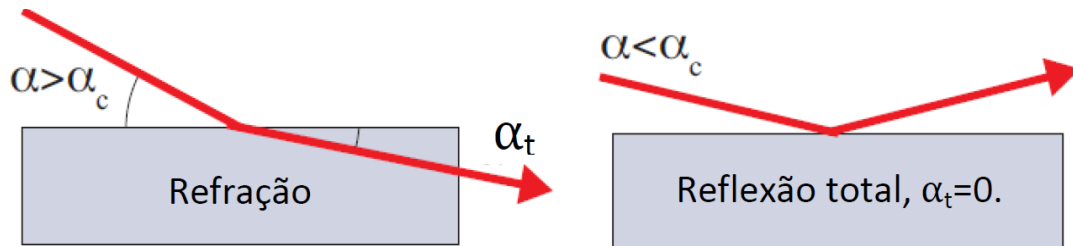
Para simplificar a equação acima, foram admitidas as seguintes condições: $\alpha = \alpha_c$, $\alpha_t = 0$ e aplicado a expansão dos cossenos (ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011; SIMEONE et al, 2013).

O ângulo crítico, α_c , no qual toda a radiação incidente é refletida (reflexão externa total), é dada pela equação 8 (ALS-NIELSEN, MCMORROW; 2011; SIMEONE et al, 2013):

$$\alpha_c \approx (2\delta)^{1/2} = \frac{(4\pi\rho r_0)^{1/2}}{k} \quad (9)$$

onde o ρ é a densidade do material em g.cm^3 , o r_0 é o raio clássico do elétron ($r_0 = 2,82 \times 10^{-5} \text{ \AA}$). O k é o vetor de onda, sendo $k=\lambda/2\pi$, o λ é o comprimento de onda dos raios X incidentes (em $\text{\AA}$).

Figura 8 - O índice de refração para os raios X é ligeiramente inferior a um, o que implica em reflexão externa total quando o ângulo incidente (α) for inferior ao ângulo crítico, (α_c).



Fonte: ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011.

A Figura 8 mostra a reflexão e a refração de raios X sobre um material, onde o ângulo incidente, α , é menor que o ângulo refratado, α_c . Esta condição $\alpha < \alpha_c$ implica em reflexão externa total. A reflexão externa total tem várias implicações importantes para a física de raios X e pode ser obtida por meio de espelhos que tornam o ângulo incidente inferior ao crítico. Em segundo lugar, existe uma onda chamada evanescente no seio do meio de refração que se propaga paralelamente ao plano da superfície. Sua amplitude decai rapidamente no material com uma profundidade de penetração máxima média de 10 nm (ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011).

Na Tabela 2 estão dispostos os dados utilizados para calcular o ângulo crítico da liga Al-1,5%Fe, conforme informações de trabalhos dos autores Bertelli (2011) e Henke, Gullikson e Davis (1993).

Tabela 2 – Dados utilizados para o cálculo do ângulo crítico da liga Al-1,5%Fe.

Propriedade	Alumínio (comercialmente puro)	Liga Al-1,5%Fe
Densidade no estado sólido, ρ_s [g/cm ³] (*)	2,699	2,620
Índice de refração real, δ (**)	8,575E-06	8,300E-06

Fonte: (*) BERTELLI, 2011; (**) HENKE, GULLIKSON e DAVIS, 1993 e CRXO, 2014.

3.5.2 Cálculo da profundidade de penetração dos raios X

O decaimento exponencial da intensidade de raios X em qualquer amostra pode ser simplesmente representado pela profundidade de penetração de $1/e$ para a intensidade incidente medida perpendicularmente na amostra, denominada de $\tau_{1/e}$. A absorção de raios X para a faixa de energias menores que 10 keV são dominadas

pelo efeito de ionização fotoelétrica, onde a energia transportada pelos raios X é transferida para um elétron ejetado. Em energias mais elevadas, as interações são dominadas pelos espalhamentos elástico (Thomson) ou inelástico (Compton), e em energias maiores que 1 MeV ocorre a produção de pares elétron-positron (EASTWOOD, 2009; ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011).

O coeficiente de atenuação linear determina a magnitude do processo de absorção. Os valores são tabelados para todos os elementos em diferentes energias incidentes e podem ser encontrados na literatura, por exemplo, em Cullity (1978); Birkholz (2006) ou em páginas de centros de pesquisas como o NIST (2014) e o CXRO (2014).

Uma primeira abordagem de profundidade de penetração dos raios X é quando a intensidade é atenuada cerca 1/e da intensidade inicial, onde os autores Birkholz (2006), Cai et al (2009), Eastwood (2009), Bouroushian e Kosanovic (2012) indicam a seguinte equação:

$$\tau_{1/e} = \frac{\text{sen } \alpha}{\mu} \quad (10)$$

onde α é o ângulo incidente, μ é o coeficiente de absorção linear.

Uma segunda abordagem para a profundidade de penetração é denominada de τ_{63} , sendo este parâmetro relacionado ao fator de absorção A_α , segundo os autores Birkholz (2006) e Bouroushian e Kosanovic (2012),

$$A_\alpha = 1 - \exp(-\mu\tau_{63}k_\alpha) \quad (11)$$

Considerando que o produto $\mu\tau_{63}K_\alpha = 1$, para fins de simplificação. Então tem-se:

$$A_\alpha = 1 - \frac{1}{e} = 63\%$$

Esta última equação significa que a intensidade incidente é atenuada em 63%, considerando o feixe incidente e o difratado detectados pelo detector, representados por α e $(2\theta - \alpha)$, respectivamente, conforme o autor Birkholz (2006):

$$\tau_{A_\alpha} = \tau_{63} = \tau_{1-1/e} = \frac{1}{\mu k_\alpha} = \frac{\sin \alpha \sin(2\theta - \alpha)}{\mu [\sin \alpha + \sin(2\theta - \alpha)]} \quad (12)$$

onde K_α é um fator de correção da trajetória do feixe.

$$k_\alpha = \frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin(2\theta - \alpha)} \quad (13)$$

Uma terceira abordagem de penetração é calculada a partir da soma ponderada de todas as camadas, sendo estas com diferentes valores de atenuação, podendo experimentar várias profundidades, em decorrência do fenômeno de difração. A profundidade de informação média ($\bar{\tau}_\alpha$) é descrita pela equação abaixo:

$$\bar{\tau}_\alpha = \frac{1}{\mu k_\alpha} + \frac{1}{1 - \exp(-\mu t k_\alpha)} \quad (14)$$

No caso de um filme infinitamente grosso, a profundidade de penetração τ_{63} representa o valor máximo de profundidade de sondagem. Com o aumento do ângulo de incidência, de modo que a atenuação da superfície do filme fino torna-se insignificante, a profundidade de sondagem tende a metade da espessura da película, t , ou seja, $t/2$ (BIRKHOLZ, 2006; CAI et al., 2009; EASTWOOD, 2009).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os métodos utilizados para a obtenção da liga Al-1,5%Fe, bem como os equipamentos e parâmetros necessários para o tratamento por RSL. Também são mostradas as técnicas de caracterização de materiais empregadas, tais como a microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), mapeamento por espectroscopia por dispersão de energia (EDS), microscopia de força atômica (AFM), microdureza Vickers (HV) e difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR).

4.1 PREPARAÇÃO DO MATERIAL

No presente trabalho é utilizada a liga de Al-Fe com composição de 1,5% de ferro em peso. As amostras foram confeccionadas com a colaboração do laboratório de Engenharia de Materiais da UNICAMP. São compostas de matérias-primas comercialmente puras e foram fundidas em forno mufla de resistência, usando lingoteira de formato cilíndrico, onde o metal líquido foi vazado e resfriado de forma ascendente. O lingote produzido foi seccionado em corpo de prova contendo dimensões de 65 mm x 55 mm x 8 mm. Cada corpo de prova foi submetido ao acabamento por jateamento em areia a fim de melhorar o coeficiente de absorção de energia do laser.

A Tabela 3 mostra a composição química dos materiais utilizados para a fabricação da liga por Goulart (2010) no laboratório de Engenharia de Materiais da UNICAMP.

Tabela 3 – Composição química das matérias-primas utilizadas na produção da liga Al-1,5%Fe.

Material	Impurezas			
	Fe (%)	Si (%)	Cu (%)	Ni (%)
Al 99,76%	0,09	0,06	0,06	0,03
Fe 99,97%	-	0,01	0,01	0,01

Fonte: GOULART, 2010.

4.2 O TRATAMENTO SUPERFICIAL A LASER

O tratamento de refusão superficial a laser foi realizado com a colaboração do Laboratório de Desenvolvimento de Aplicações de Lasers e Óptica – DEDALO, do Instituto de Estudos Avançados do Centro Tecnológico da Aeronáutica CTA-ITA, em São José dos Campos - SP, utilizando um laser de fibra Yb: YAG (*Yttrium Aluminum Garne*) de alta potência, modelo IPG YLR2000S de 2Kw, sem gás de proteção com o objetivo de favorecer a formação de óxidos na superfície (Figura 3). O tratamento por RSL foi aplicado à liga Al-1,5%Fe a fim de investigar as áreas de camadas tratadas e não tratadas. Os parâmetros do laser utilizados no tratamento são mostrados na Tabela 4.

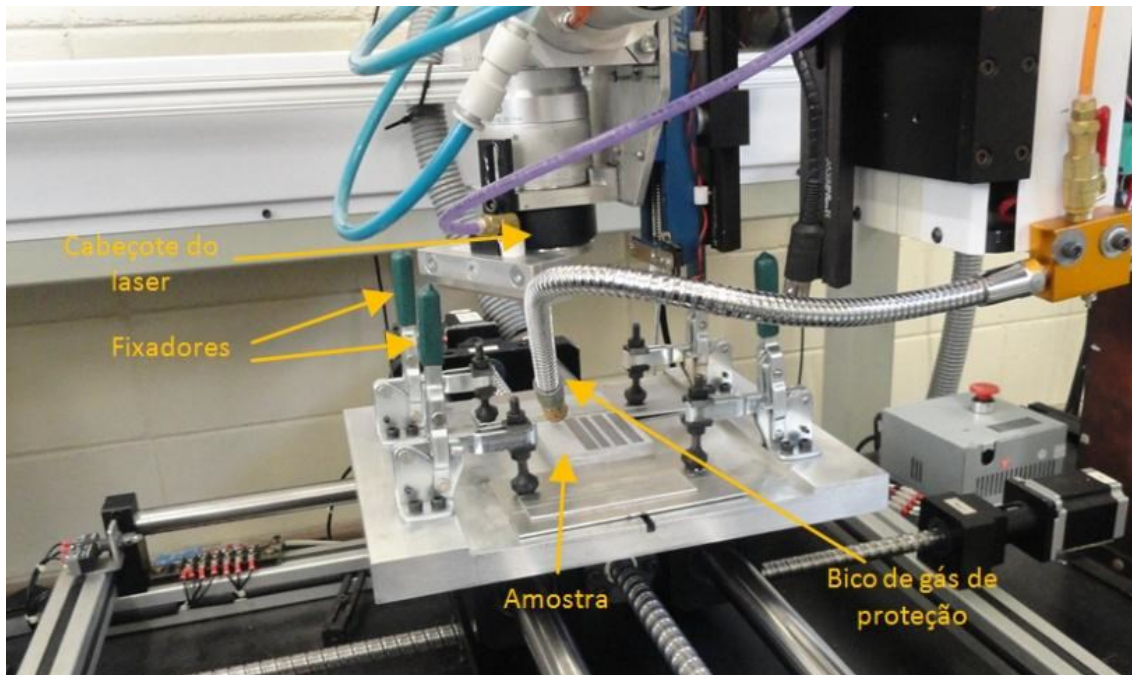
Tabela 4 - Parâmetros do laser utilizado na refusão superficial.

Parâmetros	Medidas
Distância focal da lente	159 mm
Distância da superfície da mesa a lente	160,5 mm
Inclinação da lente em relação à normal da superfície da base	6°
Posição da amostra	3 mm acima do foco (desfocada)
Comprimento de onda do laser	$\lambda=1,06 \mu\text{m}$
Intensidade do laser no instante inicial	$I_{(0)} = 1,81 \times 10^9 \text{ W}/(\text{m}^2)$
Refletividade	63%
Absortividade	37%
Diâmetro do feixe do laser com comportamento gaussiano	entre 0,1 e 0,18 mm
Gás de proteção ou de ativação de fluxo	não utilizado

Fonte: TELEGINSKI, 2012.

Os parâmetros do laser foram definidos com as velocidades de varredura do feixe laser de 20, 40 e 60 mm/s na potência de 600 W, a fim de estudar as modificações microestruturais e superficiais que a variação da velocidade de varredura do feixe laser provoca no material tratado. O equipamento e alguns de seus componentes principais são apresentados na Figura 9.

Figura 9 – Equipamento laser utilizado no tratamento superficial.

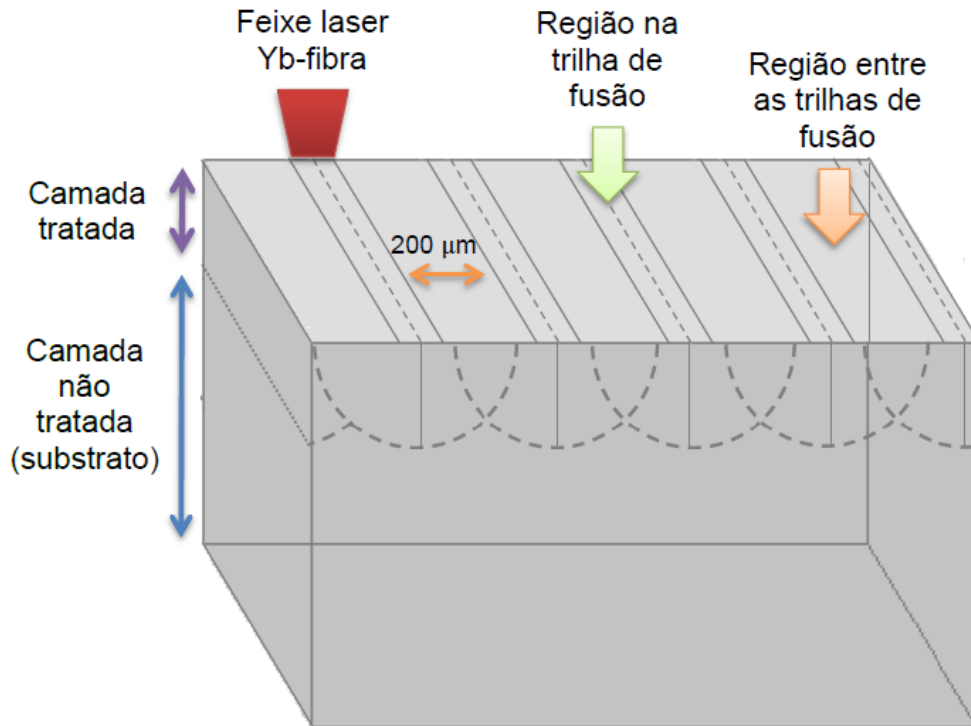


Fonte: TELEGINSKI, 2012.

O tratamento de RSL foi aplicado em amostras da liga Al-1,5%Fe em duas configurações diferentes, entretanto usando os mesmos parâmetros da Tabela 4. A primeira trata-se do caso em que a superfície da amostra foi totalmente recoberta pelo tratamento de RSL, em velocidade de varredura do feixe, V_b , de 40 mm/s, resultando em uma camada refundida (tratada), a qual ocupou toda a superfície do material pela formação de trilhas paralelas, uma ao lado da outra, conforme mostrado na Figura 10. A segunda configuração trata-se da aplicação de RSL na amostra, mas variando-se a velocidade de varredura do feixe laser, V_b , em 20, 40 e 60 mm/s de forma a produzir três trilhas isoladas na superfície e uma poça de fusão logo abaixo delas nas três velocidades citadas. A Figura 11 mostra o panorama da amostra tratada, identificando as trilhas isoladas e suas poças nas três velocidades de varredura do feixe laser.

Na aplicação do laser, várias regiões são formadas na amostra. No caso da primeira configuração, regiões distintas são geradas na superfície: trilhas de fusão e a região entre as trilhas de fusão, respectivamente, seta verde e laranja da Figura 10. No caso da seção transversal, também surgem algumas regiões distintas: a região fundida (tratada) e a região não afetada (substrato). A Figura 10 mostra as regiões geradas pelo tratamento de RSL na seção transversal bem como as formadas na superfície.

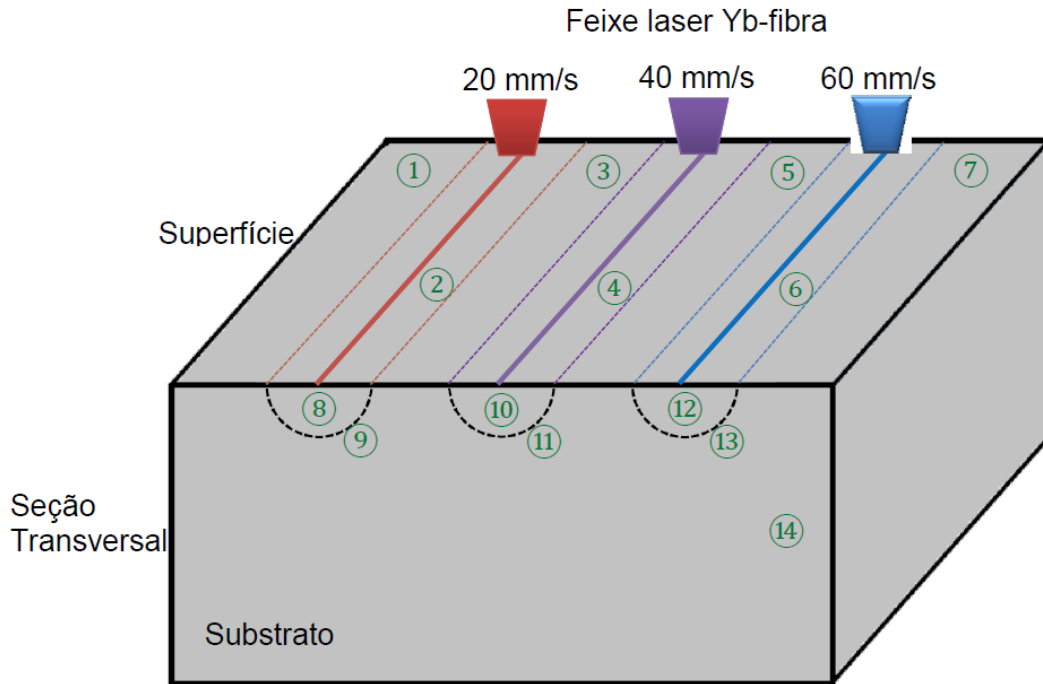
Figura 10 - Regiões afetadas, não afetadas e as trilhas de fusão.



Fonte: O autor

Na segunda configuração, o laser aplicado em três velocidades de varredura diferentes gerou regiões distintas na amostra. Na superfície formaram-se as trilhas de fusão isoladas pela parte não tratada da superfície e delimitadas pelas linhas tracejadas na cor vermelha para $V_b = 20$ mm/s, roxa para 40 mm/s e azul para 60 mm/s, indicadas respectivamente pelas legendas ②, ④ e ⑥ da Figura 11; a região entre as trilhas de fusão indicadas (camada não tratada) pelas legendas ①, ③, ⑤ e ⑦ da Figura 11. Na seção transversal, observam-se duas regiões distintas: a região fundida (dentro da poça de fusão) imediatamente abaixo da trilha de fusão, conforme mostram as legendas ⑧, ⑩ e ⑫ da Figura 11 e a região de substrato não afetado pelo tratamento, mostrada pela legenda ⑭ da Figura 11, as quais são limitadas por uma estreita faixa de transição entre a poça de fusão e o substrato, conforme mostra as legendas ⑨, ⑪ e ⑬ da Figura 11.

Figura 11 – Panorama da amostra e das trilhas de poças de fusão formadas por RSL com velocidades de varredura do feixe de laser de 20, 40 e 60 mm/s.



Fonte: O autor

As dimensões de forma das trilhas de fusão, bem como a sua profundidade, largura e alterações microestruturais podem sofrer variações de acordo com os parâmetros do processo utilizado e das características químicas do material base. Outro parâmetro de relevância é a utilização do gás de proteção ou de ativação de fluxo que altera a forma final da poça de fusão.

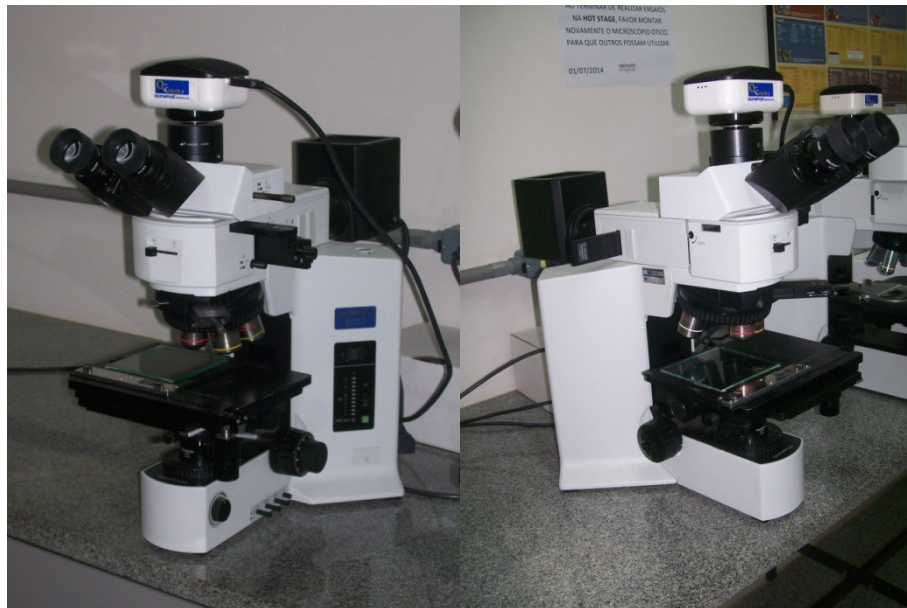
4.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL

Nesta pesquisa de estudo da liga Al-Fe tratada por RSL, foram realizadas várias técnicas de caracterização microestrutural. São elas: a microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), mapeamento por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), microscopia de força atômica (MFA), microdureza Vickers (HV) e difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR), a fim de melhorar o entendimento a cerca dos efeitos microestruturais gerados pelo tratamento de RSL na liga em estudo.

4.3.1 Microscopia Ótica

Para as análises das amostras tratadas pela técnica de RSL foram utilizado o microscópio óptico, Olympus BX-51, com câmera digital QColor 3 acoplado para captura de imagens, localizado no Departamento de Engenharia de Materiais da UEPG. O microscópio ótico utilizado neste estudo é mostrado na Figura 12.

Figura 12 – Microscópio ótico usado nas análises de amostras tratadas por RSL



Fonte: O autor

Para a obtenção das imagens da camada tratada pelo microscópio ótico, as amostras foram cortadas com disco diamantado, embutidas em resina e a secção transversal foi preparada por meio de lixamentos nas granulometrias 320, 400, 600, 1200 e 1500, seguida de polimentos com pasta de diamante ($1\ \mu\text{m}$) e de sílica coloidal ($0,02\ \mu\text{m}$). Após o término do processo anterior, a amostra foi submetida a um ataque químico com uma solução de ácido fluorídrico a 0,5% em um tempo de exposição de 30 segundos e 45 segundos. Para algumas amostras foi necessário realizar novamente o polimento com pasta de diamante ($1\ \mu\text{m}$) e sílica coloidal ($0,02\ \mu\text{m}$) e, em seguida, o ataque químico por 30 segundos de exposição. Esta técnica permitiu a observação da seção transversal da amostra tratada e, inclusive, identificando a região gerada pelo RSL em distinção ao substrato, possibilitando ainda a observação da zona afetada pelo calor (ZAC), a qual não foi observada em

trabalhos anteriores dos autores Teleginski (2012) e Micene (2014) do mesmo grupo de pesquisa.

4.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplado ao Mapeamento por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A microscopia eletrônica de varredura, acoplado ao mapeamento por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foi utilizado para analisar a microestrutura do material tratado e do substrato. Foi utilizado o equipamento de microscopia eletrônica de varredura FEG Tescan, Mira 3 (Figura 13), sendo toda as análises realizadas no complexo de Laboratórios Multiusuários da UEPG. As amostras foram preparadas para as análises do MEV, conforme o mesmo procedimento de preparação para análise de microscopia ótica descrito na seção anterior.

Figura 13 – Microscópio eletrônico de varredura utilizado nas análises das amostras tratadas por RSL



Fonte: O autor

4.3.3 Microdureza Vickers (HV)

As medidas da microdureza Vickers (HV) foram realizadas na superfície e seção transversal do material tratado, por meio do microdurômetro Leica VMHT MOT, operando com carregamentos de 0,05 kg (HV 0,05 kg 15s) e 0,1 kg durante 15 segundos (HV 0,1kg 15s). O equipamento utilizado no ensaio de microdureza é

mostrado na Figura 14, disponível no Departamento de Engenharia de Materiais da UEPG.

Figura 14 - Microdurômetro utilizado para as medidas microdurezas Vickers das amostras.



Fonte: O autor.

Foram realizadas análises de microdureza na seção transversal e superficial, sendo que na seção transversal foram aplicadas cargas dentro das poças de fusão, na região de transição entre as poças de fusão e o substrato, bem como no substrato. Na parte superficial foram aplicadas cargas na região sobre as trilhas de fusão nas velocidades varredura do feixe laser de 20, 40 e 60 mm/s. Cargas de 0,1 kg foram aplicadas nas trilhas de fusão (superfície) e de 0,05 kg nas poças de fusão, zona de transição e substrato (seção transversal). A carga aplicada na seção transversal foi reduzida devido ao fato de que as poças de fusão possuem uma área limitada para realização das microindentações. As camadas analisadas foram submetidas a 10 microindentações superficiais e, em seguida, os dados foram coletados e dispostos em uma tabela de maneira a facilitar a interpretação.

4.3.4 Microscopia de Força Atômica

Para a análise da rugosidade superficial da amostra tratada por RSL utilizou-se a técnica de microscopia de força atômica (MFA) disponível no complexo de Laboratórios Multiusuários da UEPG. Foi utilizado o microscópio de força atômica

Shimadzu, SPM 9600 com scanner de dimensões máximas de 30 x 30 x 3 μm , em modo de não contato, conforme mostrado na Figura 15 a seguir.

Figura 15 – Microscópio de força atômica utilizado para análise da rugosidade superficial



Fonte: O autor.

A rugosidade da superfície tratada e das trilhas isoladas foi realizada sem qualquer tipo de lixamento ou polimento das amostras, mas, no entanto foi realizada uma leve limpeza superficial usando o pano de polimento umedecido somente com água, tendo em vista que o polimento ou lixamento podem danificar a amostra ou ainda interferir no valor de rugosidade. No caso da seção transversal, as amostras tratadas e não tratadas (substrato) foram submetidas ao lixamento com granulometrias 600 e 1200.

A técnica de microscopia de força atômica (MFA) foi empregada no estudo da topografia das amostras tratadas por RSL para diferentes velocidades de feixe laser e também para amostras não tratada. Esta técnica permite medir as dimensões de picos e vales que caracterizam a rugosidade na superfície da amostra em uma escala manométrica. Também possibilita medir tamanho de grão, inclusões, defeitos e trincas na superfície do material.

Para análise topográfica das amostras quanto à rugosidade pelo microscópio de força atômica foi utilizado parâmetros para caracterizar a morfologia de estudo conforme descritos na Tabela 5.

Tabela 5 – Parâmetros que caracterizam a morfologia da superfície e suas respectivas fórmulas.

Parâmetro	Descrição	Fórmula
R_a	Média aritmética para valores absolutos	$R_a = \frac{1}{N_x N_y} \sum_{i=1, j=1}^{N_x N_y} z(i, j) - z_{médio} $ $z_{médio} = \frac{1}{N_x N_y} \sum_{i=1, j=1}^{N_x N_y} z_{ij}$
R_q, R_{RMS}	Raiz quadrada média	$R_q = \sqrt{\frac{1}{N_x N_y} \sum_{i=1, j=1}^{N_x N_y} (z(i, j) - z_{médio})^2}$
R_v	Máxima profundidade de vale	$R_v = \min_i z_i$
R_p	Máxima altura de pico	$R_p = \max_i z_i$
R_z	Distância média entre o pico mais alto e o vale mais profundo em cada comprimento analisado	$R_z = R_p + R_v$
R_{zjis}	Padrão industrial japonês para R_z baseado nos cinco picos mais altos e cinco vales mais profundos sobre todo o comprimento analisado	$R_{zjis} = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 R_{pi} - R_{vi}$ onde o R_{pi} e R_{vi} são, respectivamente, o i-ésimo pico mais alto e vale mais profundo.

Fonte: Adaptado de DOVE; FROST; DOVE, P. M., 1996; PODSKOCOVA et al., 2005, PARIONA et al., 2013.

4.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Para identificação de fases presentes no material e suas respectivas profundidades foi utilizado o equipamento Rigaku, Ultima IV equipado com fonte radiação Cu $K\alpha$, $\lambda=1,54056 \text{ \AA}$, realizada nos Laboratórios Multiusuários da UEPG.

Para a análise dos perfis de fases e suas respectivas profundidades foi utilizada a técnica de difração de raios X com ângulo de incidência rasante devido à necessidade de ter as informações da camada tratada evitando a interferência do substrato. A técnica de DRXIR será detalhada no decorrer desta seção. O equipamento utilizado é mostrado na Figura 16.

Figura 16 - Equipamento utilizado para análise de difração de raios X.



Fonte: O autor.

4.4.1 Difração de Raios X com Ângulo de Incidência Rasante

A técnica de difração de raios X com ângulo de incidência rasante (*Grazing-incident X-ray diffractometry – GIXRD*) foi realizada com o equipamento Rigaku, modelo Ultima IV, equipado com fonte de Cu K $_{\alpha}$ ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$), em duas configurações diferentes, conforme mostra a Tabela 6.

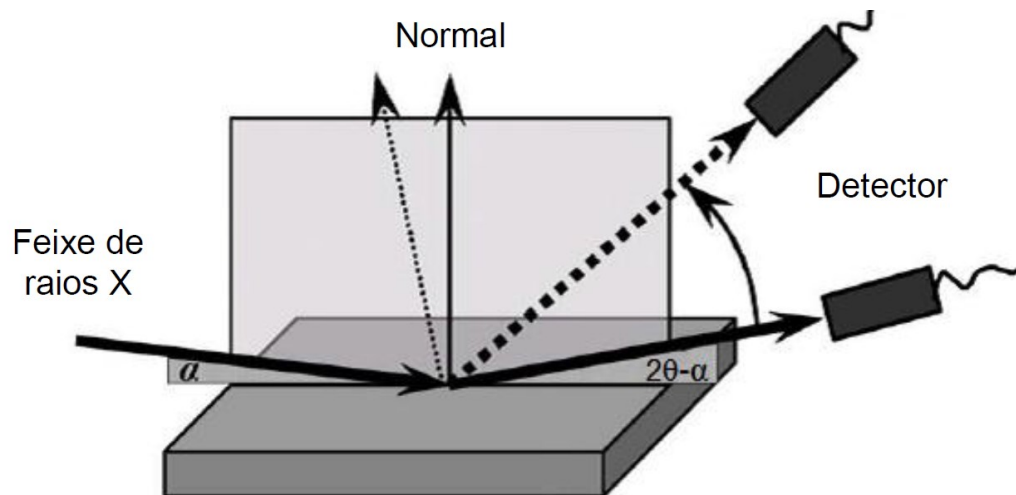
Tabela 6 – Parâmetros utilizados nas duas configurações de análise de DRXIR.

Parâmetros	Configuração 1	Configuração 2
Radiação	Cu K $_{\alpha}$ (1,54056 Å)	Cu K $_{\alpha}$ (1,54056 Å)
Passos	0,02°	0,02°
Varredura	20° a 90°	20° a 120°
Velocidade	2° / min	(FT 10)
Largura do feixe (DHL)	5 mm	5 mm
Fenda divergente (DS)	1°	1°
Fenda de espalhamento (SS)	1°	1°
Fenda de recepção (RS)	0,3 mm	0,15 mm
Ângulo rasante	0,5° a 6° (0,5°)	3° e 6°
Potência	40kV e 30mA	40kV e 30mA

Fonte: O autor

Na configuração rasante, o feixe de raios X encontra-se fixo em um ângulo incidente, α , definido e o detector se move com ângulo 2θ . A amostra fica na posição horizontal. O modo de operação do equipamento de DRXIR é semelhante ao mostrado na Figura 17.

Figura 17 - Modo de operação utilizado para a configuração de difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR).



Fonte: BOUROUSHIAN; KOSANOVIC, 2012.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados deste trabalho são apresentados e discutidos nesta seção, utilizando as técnicas e métodos descritos na seção anterior. O tratamento de RSL foi aplicado em amostras da liga Al-1,5%Fe em duas configurações diferentes, ambos utilizando os mesmos parâmetros da Tabela 4. A primeira trata-se do caso em que a superfície da amostra foi totalmente recoberta pelo tratamento de RSL, em velocidade de varredura do feixe, V_b , de 40 mm/s, resultando em uma camada refundida (tratada), a qual recobriu toda a superfície do material, conforme esquema mostrado na Figura 10. A segunda configuração trata-se da aplicação de RSL na amostra, variando-se a velocidade de varredura do feixe laser, V_b , em 20, 40 e 60 mm/s, de forma a produzir três trilhas isoladas na superfície da amostra nas respectivas velocidades, além da formação de uma poça fundida imediatamente abaixo de cada trilha específica, conforme mostrado na Figura 11.

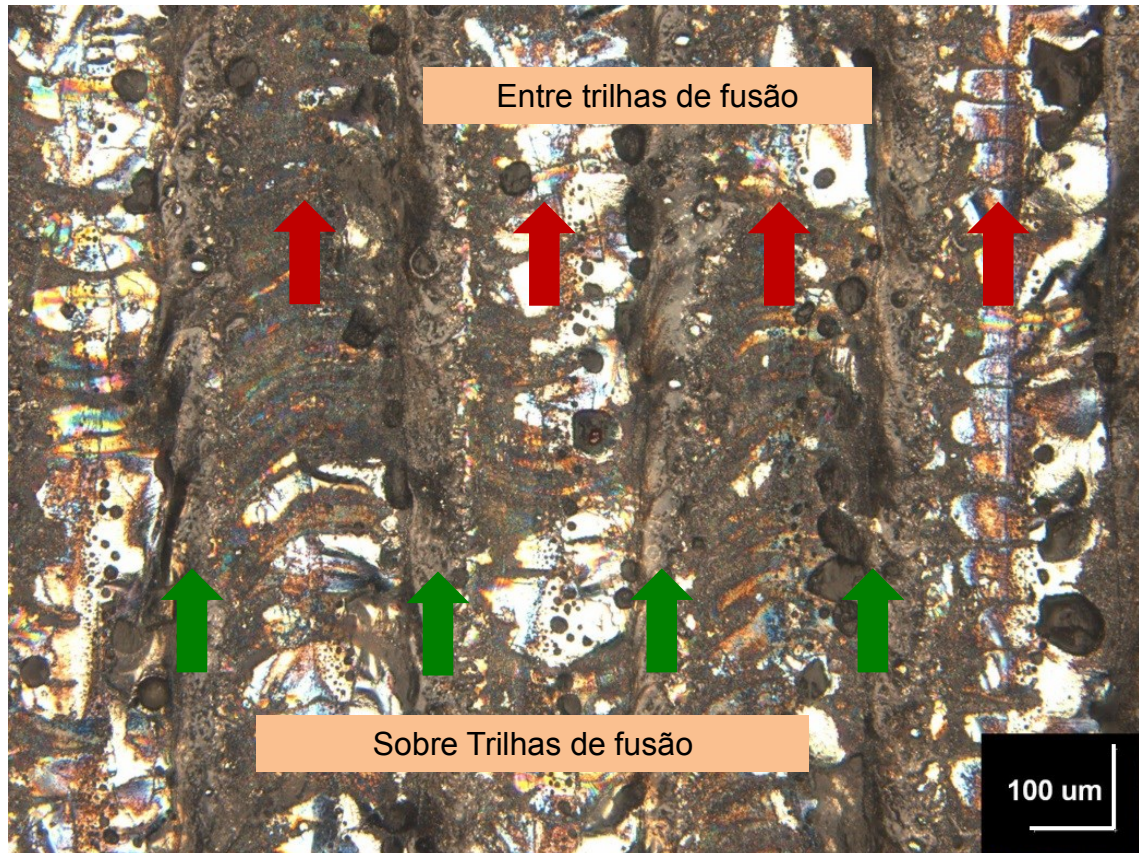
As amostras foram caracterizadas a fim de analisar suas modificações microestruturais, bem como investigações de aspectos morfológicos, topográficos, fases presentes e microdureza. O material base (substrato) da liga em estudo foi analisado pelas mesmas técnicas usadas para analisar o material tratado.

5.1 CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL

5.1.1 Análise quando toda a superfície da amostra foi tratada a laser

A superfície da liga hipoeutética Al-1,5%Fe foi observada por microscopia ótica, sendo visualizada as regiões de trilhas e entre trilhas de fusão formadas pelo tratamento de RSL em modo de sobreposição de trilha. A Figura 18 mostra as regiões entre trilhas de fusão (setas vermelhas) e a região sobre a trilha de fusão (setas verdes). A distância entre as trilhas de fusão estabeleceu-se em torno de 200 μm e uma grande quantidade de microporos dispostos ao longo da superfície, estando presentes em maior número na região de trilhas.

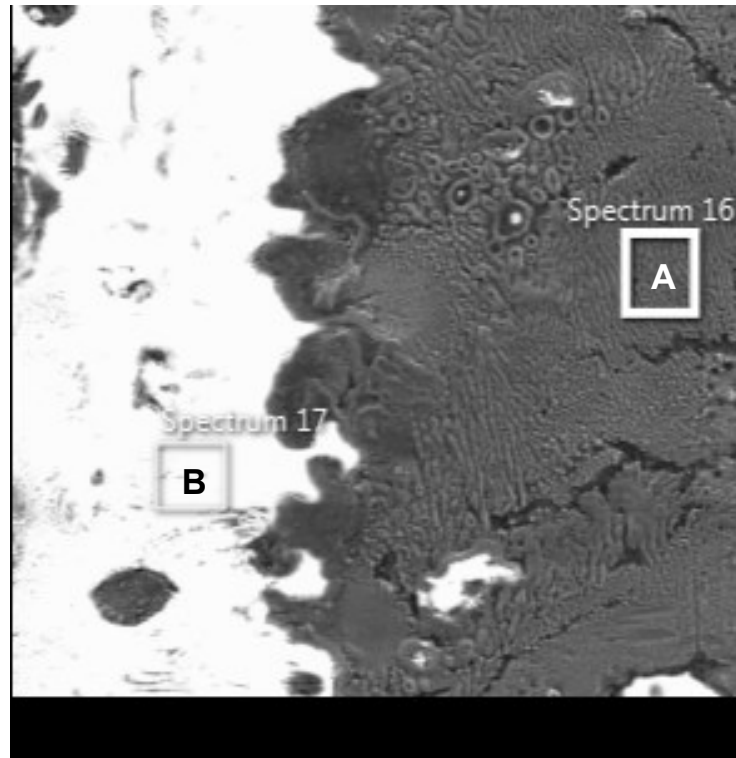
Figura 18 - Microscopia óptica do material tratado a laser indicando a região entre as trilhas de fusão (setas vermelhas) e a região sobre a trilha de fusão (setas verdes).



Fonte: O autor.

A superfície da amostra tratada pela RSL com sobreposição de trilhas, na velocidade de varredura do feixe laser $V_b = 40$ mm/s (Figura 18), foi analisada por EDS em duas regiões distintas na superfície, sendo (A) entre as trilhas de fusão e (B) sobre a trilha de fusão, conforme a micrografia mostrada na Figura 19.

Figura 19 - Micrografia da superfície tratada por RSL indicando as regiões formadas, (A) entre as trilhas de fusão e (B) sobre a trilha de fusão.



Fonte: O autor

A Figura 19 mostra a presença de trincas na superfície, a qual está associada ao gradiente de temperatura que o material é submetido durante o tratamento laser, as quais induzem elevadas tensões térmicas mais evidentes na região entre as trilhas de fusão (legenda A da Figura 19). Resultados semelhantes também foram encontrados pelos autores Oliveira (2011) e Teleginski (2012). O resultado quantitativo da análise de EDS da superfície tratada é mostrado na Tabela 7.

Tabela 7 – Análise de EDS da superfície da amostra tratada por RSL em modo de sobreposição de trilhas.

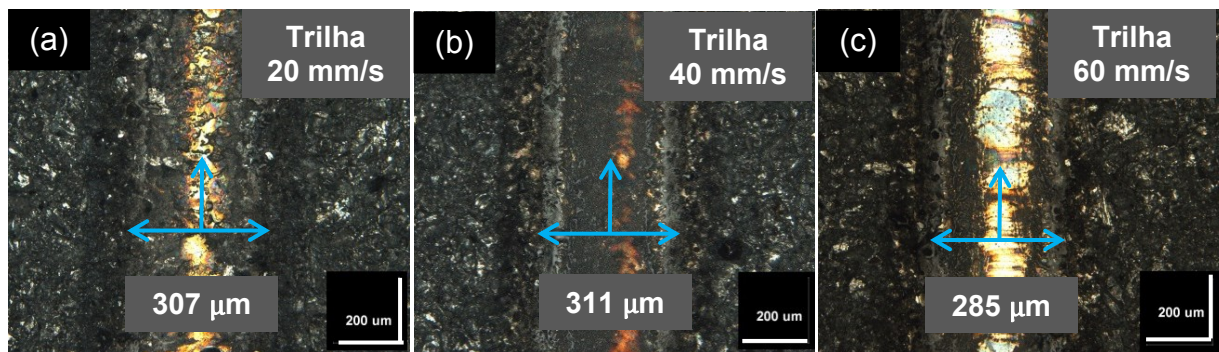
Região		Elementos (%)							
		Al		Fe		O		N	
		Peso	Atômico	Peso	Atômico	Peso	Atômico	Peso	Atômico
Camada tratada	Entre as trilha (A)	57,26	44,38	0,75	0,28	39,54	54,68	2,45	3,66
	Sobre a trilha (B)	46,72	34,08	0,05	0,02	50,94	62,98	2,29	3,22

Fonte: O autor.

5.1.2 Análise de trilhas isoladas tratadas a laser

Na Figura 20 são apresentadas as micrografias da superfície da amostra indicando as trilhas formadas pelo tratamento de RSL nas velocidades de varredura do feixe de laser, V_b , de (a) 20 mm/s, (b) 40 mm/s e (c) 60 mm/s. As trilhas formadas pelo tratamento a laser apresentam uma largura de 307, 311 e 285 μm , respectivamente para as velocidades de varredura do feixe laser de 20, 40 e 60 mm/s.

Figura 20 - Imagem de microscopia óptica da amostra tratada por RSL na superfície da amostra nas velocidades de varredura do feixe laser de (a) 20 mm/s, (b) 40 mm/s e (c) 60 mm/s.

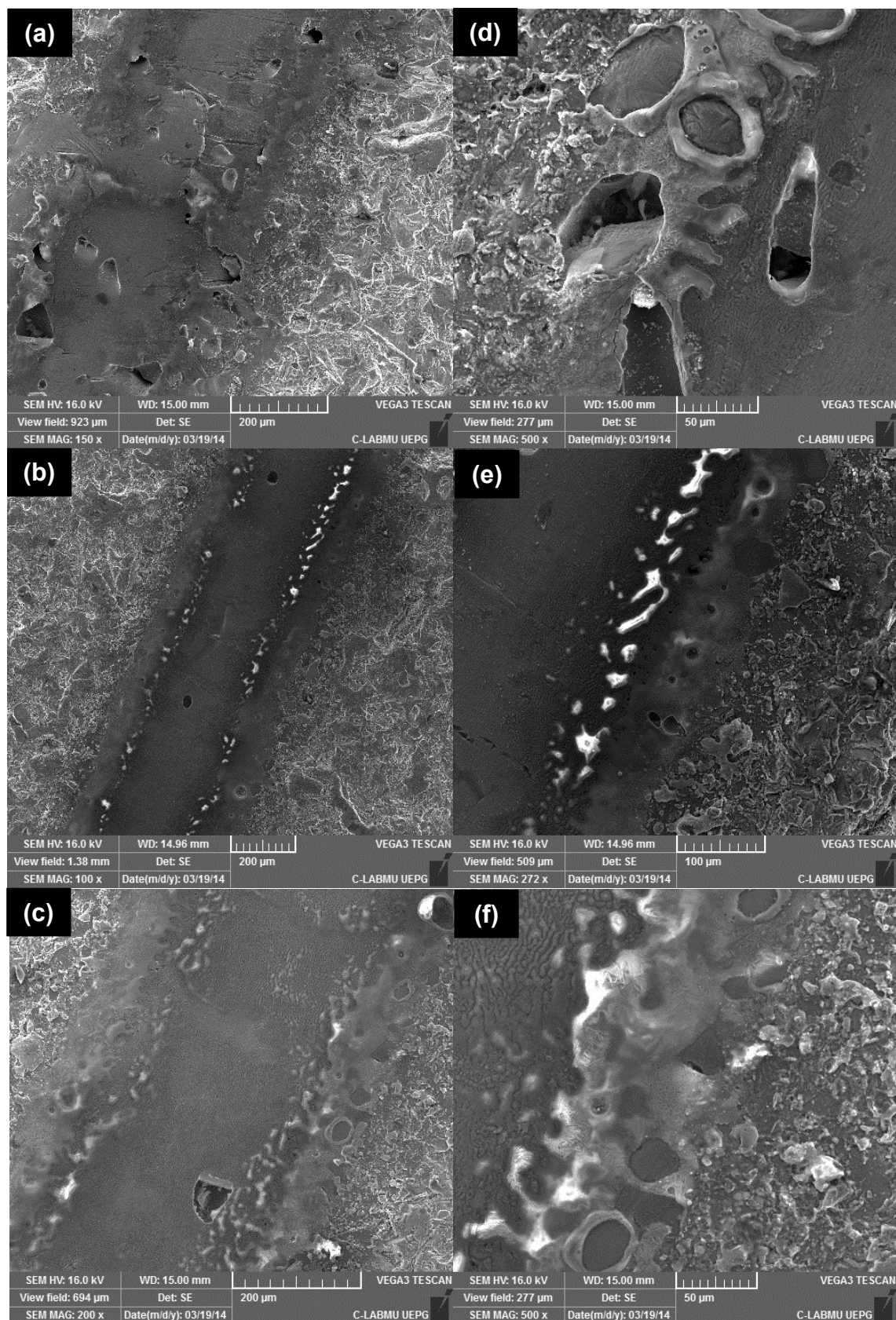


Fonte: O autor.

Na Figura 20 é possível visualizar as trilhas formadas pelo tratamento de RSL, bem como a região superficial não tratada pelo laser dispostas paralelamente ao redor das trilhas. Essas micrografias mostram que o tratamento de RSL realizado com velocidades maiores (Figura 20b, c), produzem trilhas mais uniformes e com menos defeitos do que a tratada com velocidade menor (Figura 20a), no entanto, a trilha formada na velocidade de 40 mm/s é a mais uniforme entre as estudadas, devido ao fato de que nesta velocidade há uma melhor estabilidade na superfície do material, colaborando para a formação de uma trilha mais estável. Para a velocidade $V_b = 20$ mm/s (Figura 20a), a poça de fusão possui um formato mais abaulado na superfície causada por instabilidade superficial, devido ao maior tempo de interação do laser com o material. Este resultado também foi relatado por Bertelli (2009) e Bertelli et al. (2011).

Na Figura 21 são mostradas as micrografias da superfície das trilhas de fusão geradas na velocidade de deslocamento do laser de 20, 40 e 60 mm/s, analisadas por MEV.

Figura 21 - Imagem realizada através MEV da superfície da amostra tratada por RSL nas velocidades de varredura do feixe laser de (a) 20, (b) 40 e (c) 60 mm/s e suas respectivas ampliações (d), (e) e (f).

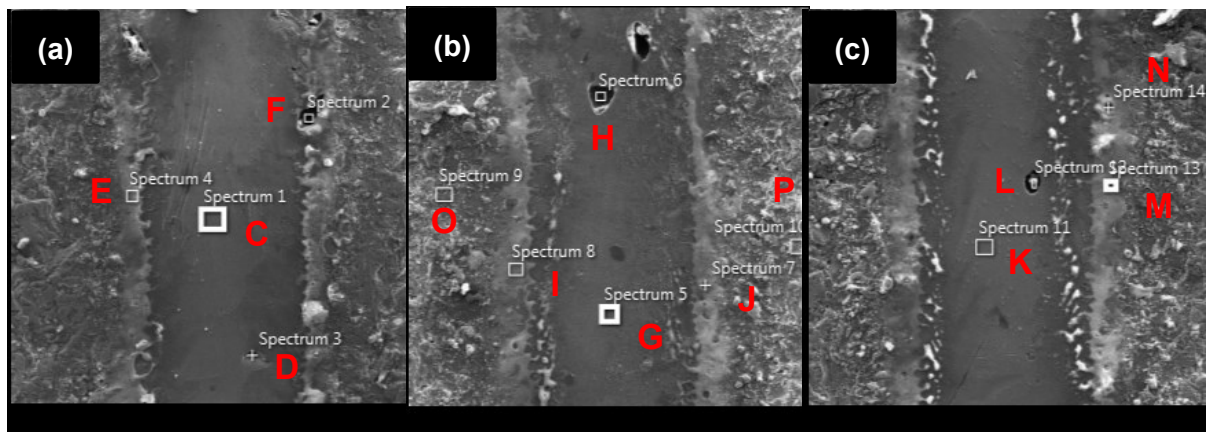


Fonte: O autor

Pode-se verificar na Figura 21a, d ($V_b = 20$ mm/s), a existência de protuberâncias provocadas pelo maior tempo de interação do laser com a material e uma maior quantidade de microporos. Na trilha de 40 mm/s (Figura 21b, e) houve uma migração de microporos presentes na trilha de fusão para a região de transição entre a trilha e o substrato, bem como observa-se a presença de trincas sobre as trilhas. Resultado semelhante foi relatado por Teleginski (2012), para o caso em que o tratamento de RSL recobriu toda a superfície da amostra em $V_b = 40$ mm/s. Na trilha de 60 mm/s (Figura 21c, f) a presença de microporos foi bem reduzida em relação às outras velocidades de deslocamentos. A presença de microporos na poça de fusão pode ser favorecida pela volatilização de inclusões ou pela vaporização do substrato, devida à absorção do hidrogênio existente no ar atmosférico pela superfície do material, sendo mais evidente para velocidades de varreduras mais baixas, conforme relatam os autores Yilbas et al. (2009), Oliveira (2011), Pariona et al. (2012a) e Teleginski (2012).

A Figura 22 a seguir mostra as micrografias da superfície tratada por RSL indicando as trilhas de fusão formadas pelo tratamento nas velocidades de varredura do feixe laser, V_b , (a) 20 mm/s, (b) 40 mm/s e (c) 60 mm/s. As letras maiúsculas C, G e K indicam a região sobre as trilhas e D, H e L a região de poros sobre as trilhas de $V_b = 20$, 40 e 60 mm/s, respectivamente. As letras E, I e M indicam a região de transição entre as trilhas e o substrato e F, J e N os poros sobre a região de transição entre as trilhas e o substrato, respectivamente nas trilhas de velocidades $V_b = 20$, 40 e 60 mm/s. As legendas O e P representam a região da superfície da amostra que não recebeu o tratamento por RSL, embora tenha sido preparada isso.

Figura 22 - Micrografia da superfície tratada por RSL indicando as trilhas de fusão formadas pelo tratamento onde (a) $V_b = 20$ mm/s, (b) $V_b = 40$ mm/s e (c) $V_b = 60$ mm/s.



Fonte: O autor

A superfície do material foi analisada por meio de EDS acoplado ao MEV e as regiões estudadas são indicadas pelas letras maiúsculas do alfabeto, conforme mostradas nas Figura 19 e. A análise quantitativa das regiões A e B (Figura 19) e em todas as regiões indicadas pelas letras, C até P (Figura 22), são apresentadas na Tabela 8 para fins de estudo.

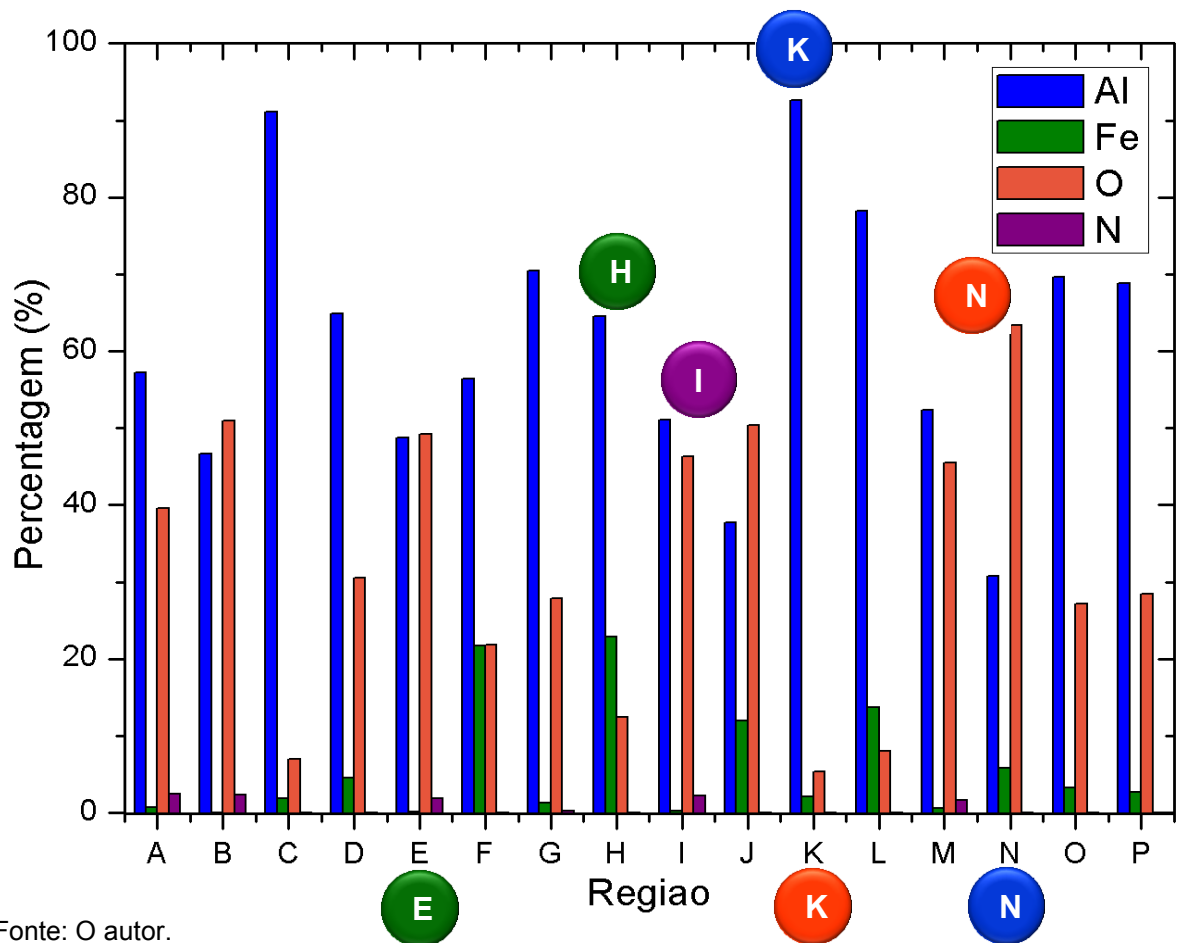
Tabela 8 – Análise de EDS da superfície da amostra tratada por RSL das trilhas geradas pelo feixe laser nas velocidades de 20, 40 e 60 mm/s e da superfície tratada com sobreposição de trilhas.

Região			Elementos (%)							
			Al		Fe		O		N	
			Peso	Atômico	Peso	Atômico	Peso	Atômico	Peso	Atômico
Camada tratada	Entre as trilhas (A)		57,26	44,38	0,75	0,28	39,54	54,68	2,45	3,66
	Sobre a trilha (B)		46,72	34,08	0,05	0,02	50,94	62,98	2,29	3,22
Trilha 20 mm/s	Sobre a trilha	Trilha (C)	91,14	87,79	1,88	0,88	6,98	11,33	0,00	0,00
		Poros (D)	64,92	54,75	4,58	1,87	30,50	43,38	0,00	0,00
	Zona de transição	ZT (E)	48,78	36,00	0,10	0,04	49,25	61,30	1,87	2,66
		Poros (F)	56,41	54,34	21,69	10,10	21,89	35,57	0,00	0,00
Trilha 40 mm/s	Sobre a trilha	Trilha (G)	70,52	59,40	1,32	0,54	27,87	39,59	0,29	0,47
		Poros (H)	64,59	66,78	22,92	11,45	12,49	21,78	0,00	0,00
	Zona de transição	ZT (I)	51,09	38,19	0,28	0,10	46,38	58,46	2,26	3,25
		Poros (J)	37,70	29,37	11,96	4,50	50,34	66,13	0,00	0,00
Trilha 60 mm/s	Sobre a trilha	Trilha (K)	92,60	90,25	2,06	0,97	5,34	8,78	0,00	0,00
		Poros (L)	78,24	79,51	13,73	6,74	8,02	13,75	0,00	0,00
	Zona de transição	ZT (M)	52,31	39,49	0,56	0,21	45,53	57,97	1,60	2,33
		Poros (N)	30,79	21,91	5,83	2,01	63,38	76,08	0,00	0,00
Superfície não tratada	Entre trilhas 20 e 40 mm/s (O)		69,62	59,51	3,23	1,33	27,16	39,15	0,00	0,00
	Entre trilhas 40 e 60 mm/s (P)		68,88	58,30	2,68	1,10	28,44	40,60	0,00	0,00

Fonte: O autor

A Figura 23 mostra o gráfico da análise quantitativa das regiões A e B mostradas na Figura 19 e das regiões indicadas pelas letras, C até P mostradas na Figura 22 e apresentadas pela Tabela 8.

Figura 23 - Análise de EDS da superfície da amostra tratada por RSL das trilhas geradas pelo feixe laser nas velocidades de 20, 40 e 60 mm/s e da superfície tratada com sobreposição de trilhas.



Fonte: O autor.

Analisando os resultados apresentados na Tabela 8, a análise de EDS destacou uma maior concentração de oxigênio em B sobre a trilha de fusão (Figura 19), e em E, I e M na zona de transição entre as regiões tratadas e não tratadas paralela às trilhas de fusão (Figura 22a, b, c), indicando, deste modo, a formação da alumina (óxido de alumínio) como a fase de maior concentração nestas regiões. Observa-se também uma concentração maior de alumínio em A (região entre as trilhas - Figura 19), e em C, G e K (região sobre as trilhas - Figura 22a, b, c), apontando para a formação de fases metaestáveis, como por exemplo, a fase intermetálica Al_6Fe , entre outras. Resultados semelhantes foram encontrados pelos autores Yilbas et al. (2009), Teleginski (2012), Pariona et al. (2012a) e Micene (2014).

A concentração de ferro não foi elevada devida à pequena porcentagem que este elemento possui na composição da liga, mas apresentou-se em maior

concentração nas regiões de poros indicadas pelas letras D, F, H, J, L e N (Figura 22a, b e c), também relatada pelos autores Teleginski (2012), Pariona et al. (2012a) e Micene (2014).

Foi observada uma pequena concentração de nitrogênio devido ao tratamento de RSL ter sido realizado em condições de meio ambiente. O nitrogênio foi detectado nas regiões A e B (Figura 19) e E, G, I e M (Figura 22a, b e c), porém não foi identificado nas regiões C, D, F, H, J, K, L, N, O e P (Figura 22a, b e c) mostrada na Tabela 8. O nitrogênio foi detectado em todas as zonas de transição entre as trilhas de fusão e o substrato, bem como na camada tratada por RSL em modo de sobreposição de trilhas (Figura 19). Este fato também foi relatado por Micene (2014) no estudo da liga hipereutética Al-2%Fe tratada por RSL.

As trilhas de fusão formadas pelo tratamento por RSL nas velocidades de varredura do feixe laser de 20, 40 e 60 mm/s, mostraram-se com uma maior concentração de alumínio que a zona de transição, bem como a região de poros. Este fato é atribuído à formação de fases metaestáveis em decorrência da fusão e posterior resfriamento rápido experimentado pelo material submetido ao processo de RSL, resultando em uma microestrutura mais refinada do que o material base.

Na amostra tratada no modo de sobreposição de trilhas, a superfície mostra-se com maior teor de Al, Fe e N, e menor de O entre as trilhas (legenda A da Figura 19), enquanto que sobre a trilha observa-se maior concentração de O e menor de Al, Fe e N (legenda B da Figura 19). Isso acontece devido a maior difusividade neste local, favorecendo a formação de óxidos.

Nas trilhas de fusão isoladas, a superfície mostra-se com maior concentração de Al sobre a trilha e poro sobre a trilha, com maior concentração de O e N sobre a ZT e de Fe sobre o poro da ZT e da trilha. Isto ocorre devido a ZTA (ZAC) experimentar um elevado gradiente de temperatura ocasionado pela fusão do material e posterior solidificação, sendo o substrato o principal dissipador de calor.

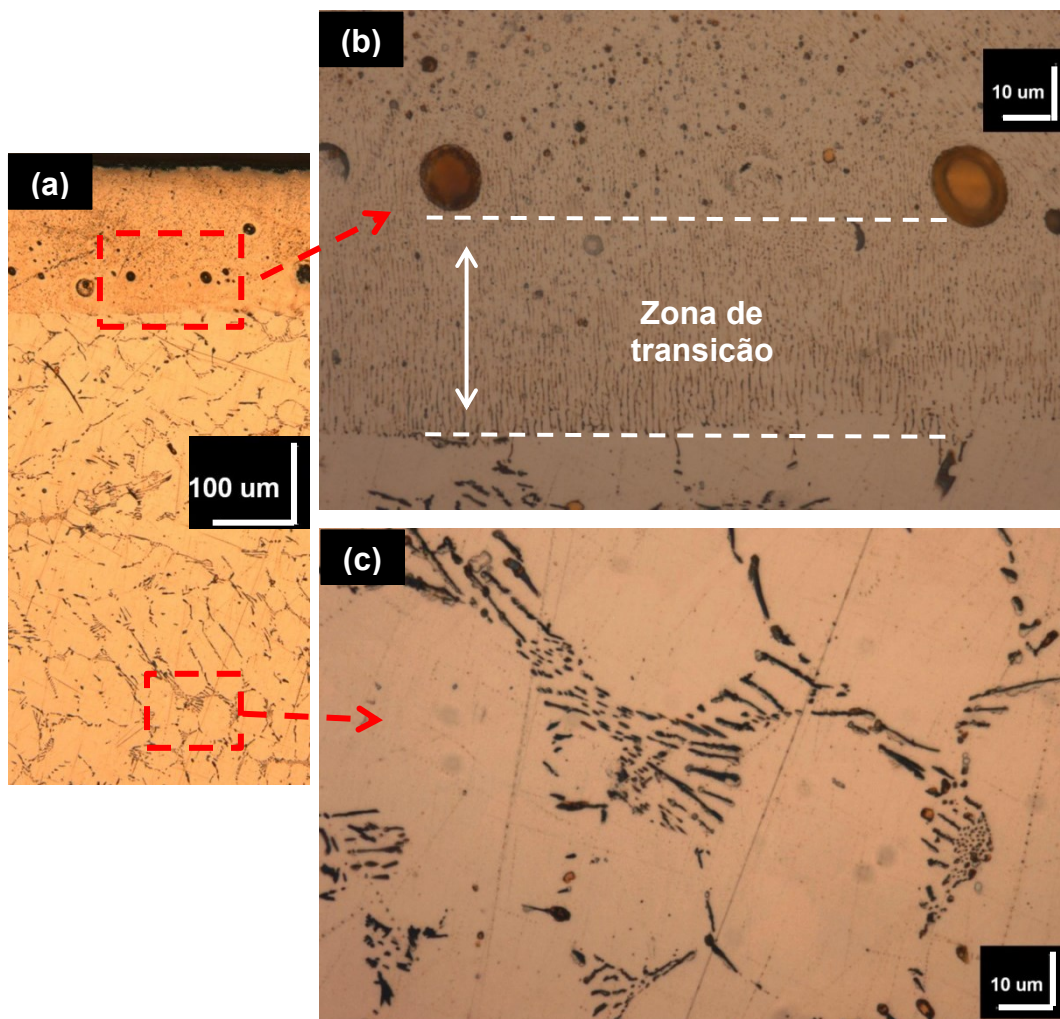
5.2 CARACTERIZAÇÃO DA CAMADA TRATADA NA SECÇÃO TRANSVERSAL

5.2.1 Análise quando toda a superfície da amostra foi tratada a laser

As análises de microscopia óptica da liga em estudo são mostradas na Figura 24. Esta micrografia da seção transversal da amostra apresenta as regiões

tratadas por RSL em modo de sobreposição de trilhas, sendo possível a identificação visualmente as diferenças microestruturais entre a região tratada pelo laser e a região não afetada (substrato). Observa-se que a camada tratada (zona refundida) tem uma profundidade aproximada de 180 μm (Figura 24a).

Figura 24 - Imagem de microscopia óptica da amostra tratada por RSL na seção transversal da amostra, sendo (a) a camada tratada e a região não tratada, (b) a ampliação da camada tratada e (c) não tratada.



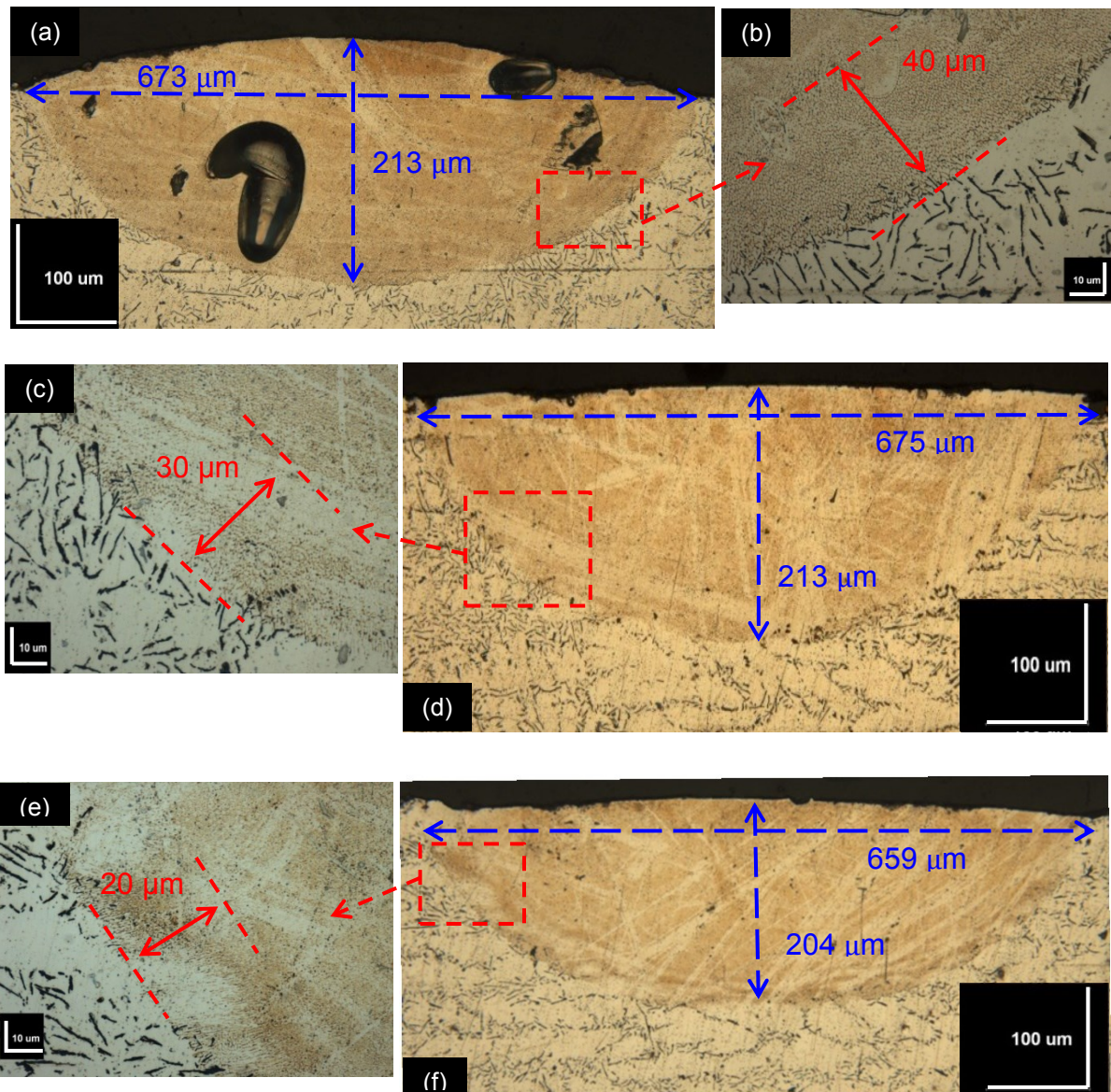
Fonte: O autor.

É possível identificar na região próxima à área de transição entre a camada tratada e não tratada uma zona de transição com espessura de aproximadamente 30 μm (Figura 24b), semelhante às identificadas nas poças de fusão que serão apresentadas na Figura 25.

5.2.2 Análise de trilhas isoladas tratadas a laser

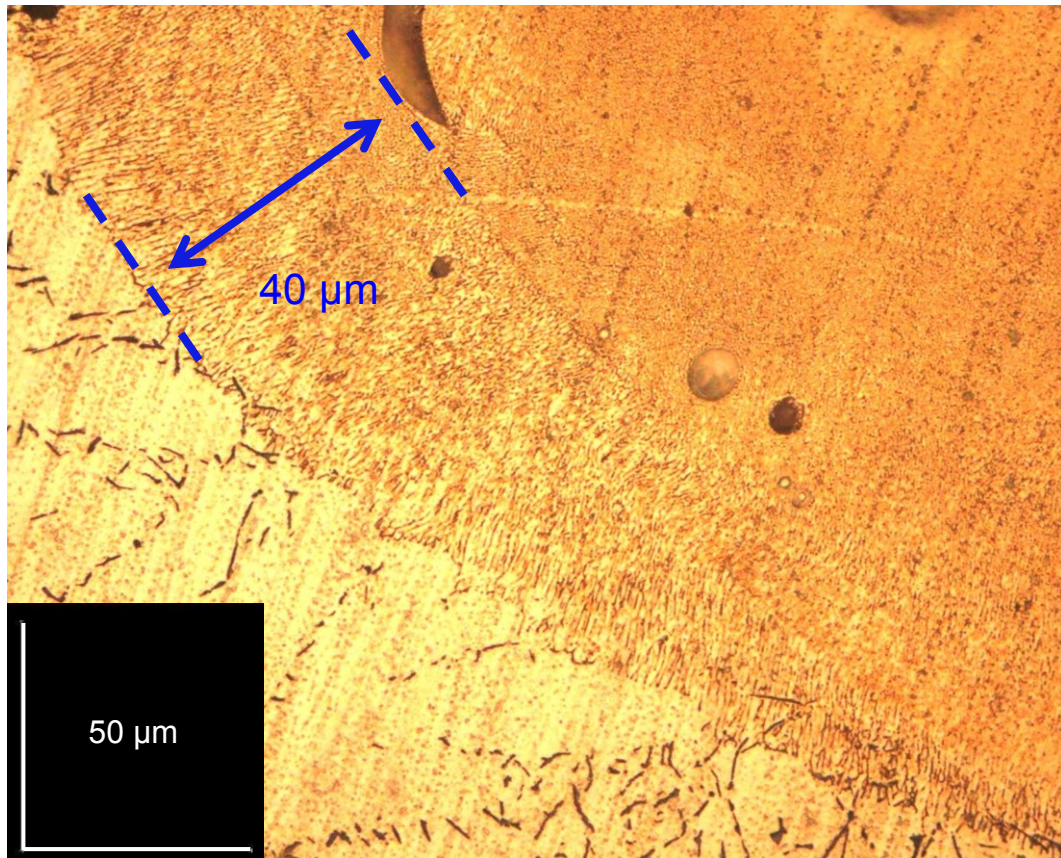
A seguir neste trabalho apresenta-se a análise da seção transversal das trilhas isoladas tratadas a laser por microscopia ótica. Por meio desta técnica foi possível observar as características das trilhas de fusão e suas respectivas poças de fusão geradas pelo laser, bem como as profundidades, larguras e microestruturas formadas nas diferentes velocidades de varredura do laser, conforme mostram as Figura 25 e Figura 26. Além da possibilidade de identificar as diferenças entre as microestruturas das regiões tratadas (poça de fusão) e a não tratada (substrato).

Figura 25 - Imagem de microscopia ótica da amostra tratada por RSL da poça de fusão gerada em $V_b = 20$ mm/s (a, b, g), $V_b = 40$ mm/s (c, d) e $V_b = 60$ mm/s (e, f).



Fonte: O autor.

Figura 26 - Imagem de microscopia óptica da amostra tratada por RSL da poça de fusão gerada em $V_b = 20$ mm/s.

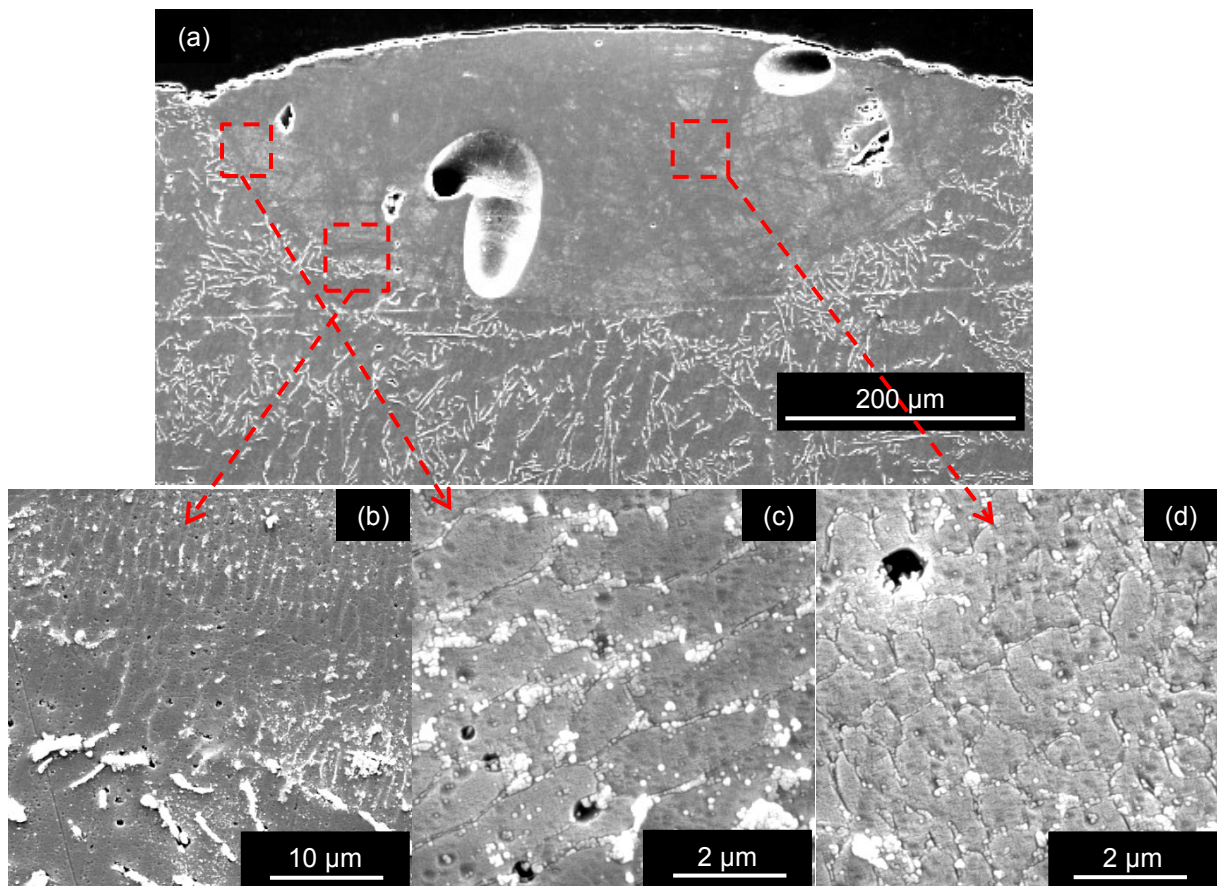


Fonte: O autor

As poças de fusão geradas pela técnica de RSL atingiram dimensões em torno de $673 \times 213 \mu\text{m}$, para $V_b = 20$ mm/s (Figura 25a), de $675 \times 213 \mu\text{m}$, para $V_b = 40$ mm/s (Figura 25d) e de $659 \times 204 \mu\text{m}$, para $V_b = 60$ mm/s (Figura 25f). Esses valores nos informam que a dimensão da poça de fusão diminui à medida que a velocidade de varredura do feixe laser é aumentada, sendo este fato causado pelo menor tempo de interação da fonte laser com a amostra. Esse resultado também foi reportado pelo autor Bertelli (2009). A Figura 25a, d, f são observadas as significativas diferenças microestruturais entre o substrato e a região tratada, inclusive a significativa diferença entre as poças geradas pelas diferentes velocidades de varredura do feixe laser. Na Figura 24a e b, Figura 25 (c, e, g) e Figura 26 é possível observar a existência de uma zona de transição localizada entre as bordas laterais da poça de fusão e o substrato, sendo que esta zona de transição pode ser atribuída como a zona afetada termicamente que frequentemente é observada nos processos de soldagem, conforme relatam os autores Chong et al. (2003). Porém, nos trabalho de Teleginski (2012) e Micene (2014) estas regiões não

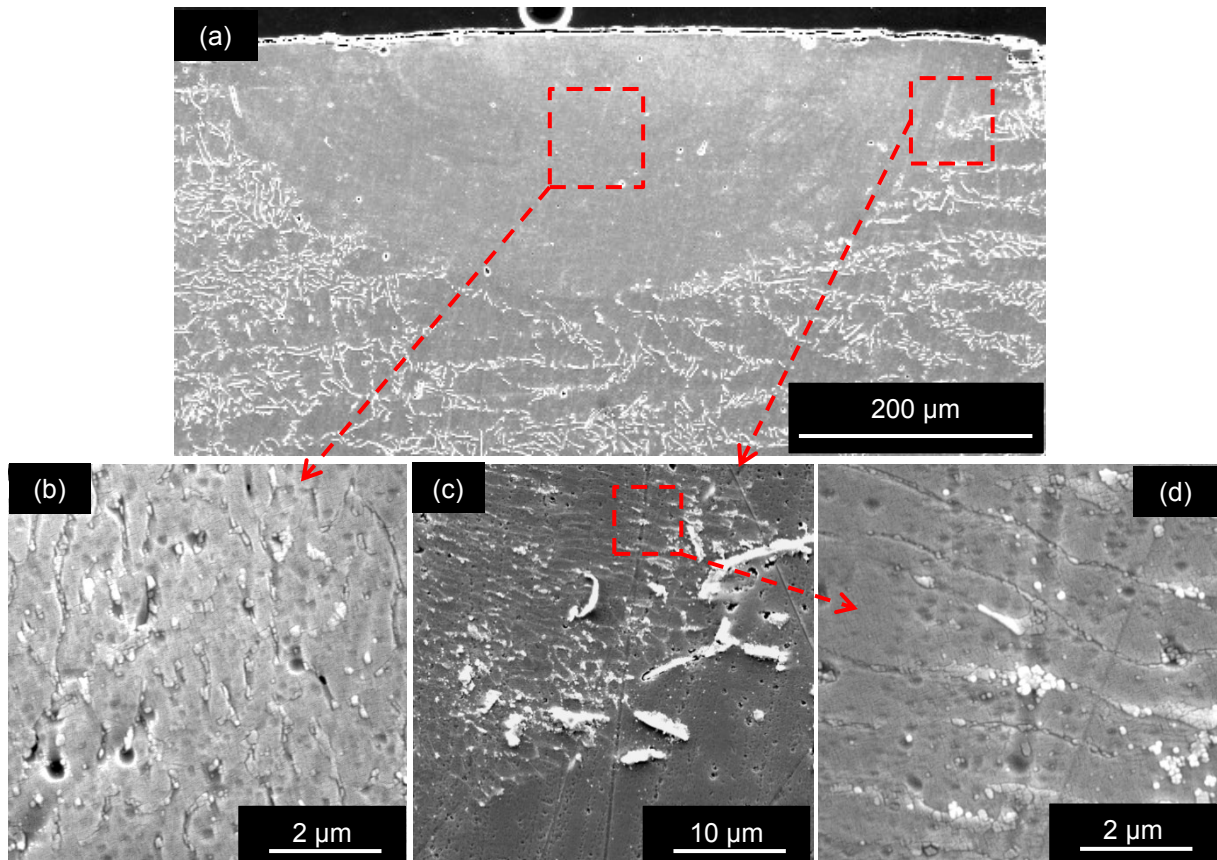
foram identificadas, possivelmente devida a forma em que a preparação metalográfica foi realizada, ou seja, polimento seguido de ataque químico realizado duas vezes com o mesmo tempo de exposição utilizado pelos autores Teleginski (2012) e Micene (2014). Essa zona é significativamente maior para as baixas velocidades de varredura do feixe laser, sendo que mesma diminui à medida que a velocidade é aumentada, como podemos observar uma faixa em torno de 40 μm para $V_b = 20 \text{ mm/s}$ (Figura 25b e Figura 26), de 30 μm para $V_b = 20 \text{ mm/s}$ (Figura 25c) e de 20 μm para $V_b = 60 \text{ mm/s}$ (Figura 25e). Esse resultado é semelhante ao encontrado pelos autores Pinto et al. (2003) e Bertelli (2009). A superfície tratada por RSL também foi analisada pelo MEV com intuito de verificar as modificações microestruturais causadas pelo tratamento. A Figura 27 a Figura 29, apresenta as imagens realizadas pelo MEV, sendo mostrada a poça de fusão, as ampliações da zona de transição entre a poça de fusão e o substrato e o centro da poça de fusão.

Figura 27 - Imagem realizada através do MEV na seção transversal da amostra tratada por RSL ($V_b = 20 \text{ mm/s}$): (a) poça de fusão, (b) e (c) ampliações da zona de transição entre a poça de fusão e o substrato; e (d) o centro da poça de fusão.



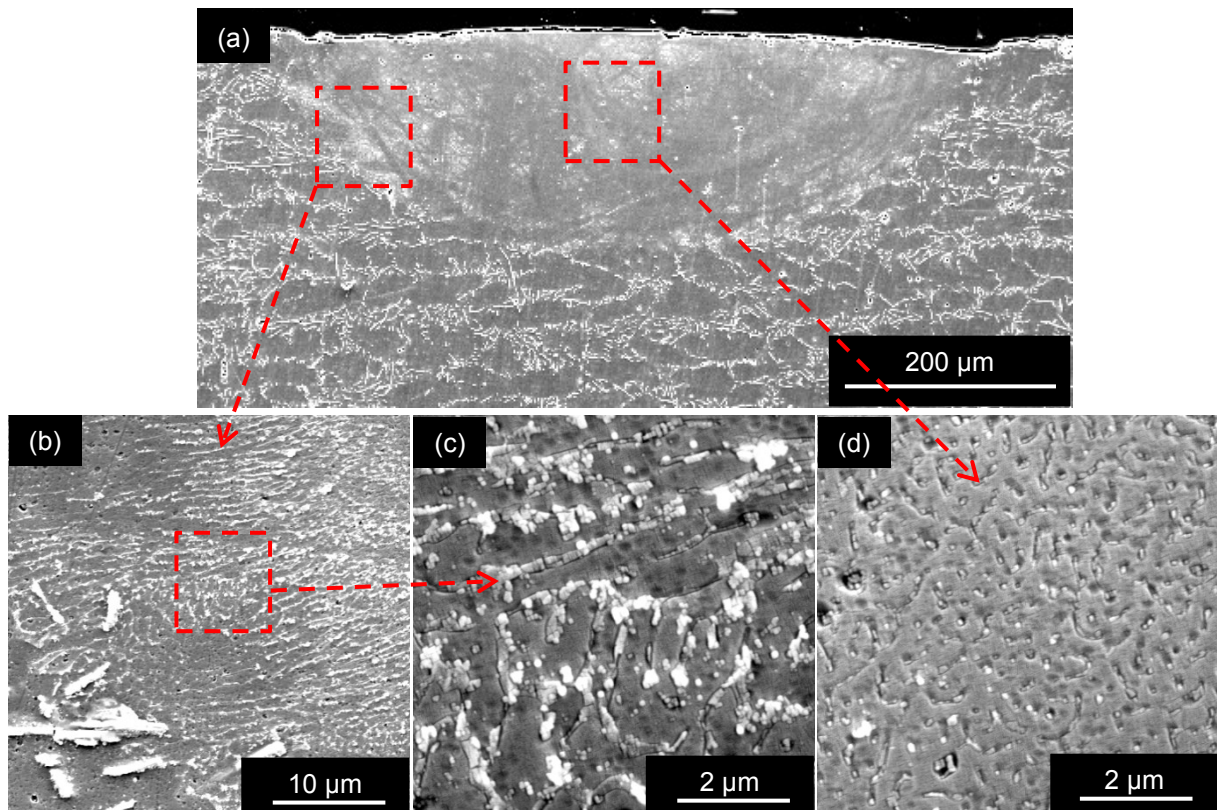
Fonte: O autor.

Figura 28 - Imagem realizada através do MEV na seção transversal da amostra tratada por RSL (40 mm/s): (a) poça de fusão, (b) centro da poça, (c) e (d) ampliação da zona de transição entre a poça de fusão e o substrato.



Fonte: O autor.

Figura 29 - Imagem realizada através do MEV na seção transversal da amostra da tratada por RSL (60 mm/s): (a) poça de fusão, (b) e (c) ampliações da zona de transição esquerda entre a poça de fusão e o substrato; (d) o centro da poça.



Fonte: O autor.

Em velocidades de varredura do feixe laser mais baixas, por exemplo, em $V_b = 20$ mm/s, pode-se observar a zona de transição entre a poça de fusão e o substrato (Figura 27b, c), uma microestrutura em forma de grãos alongados perpendicular à interface tratada/não tratada, além da existência de microporos, sendo estes mais frequentes na região sobre a poça de fusão, como mostra (Figura 27a). Este resultado é semelhante ao encontrado pelos autores Gremaud, Carrard e Kurz (1990) e Pinto et al. (2003).

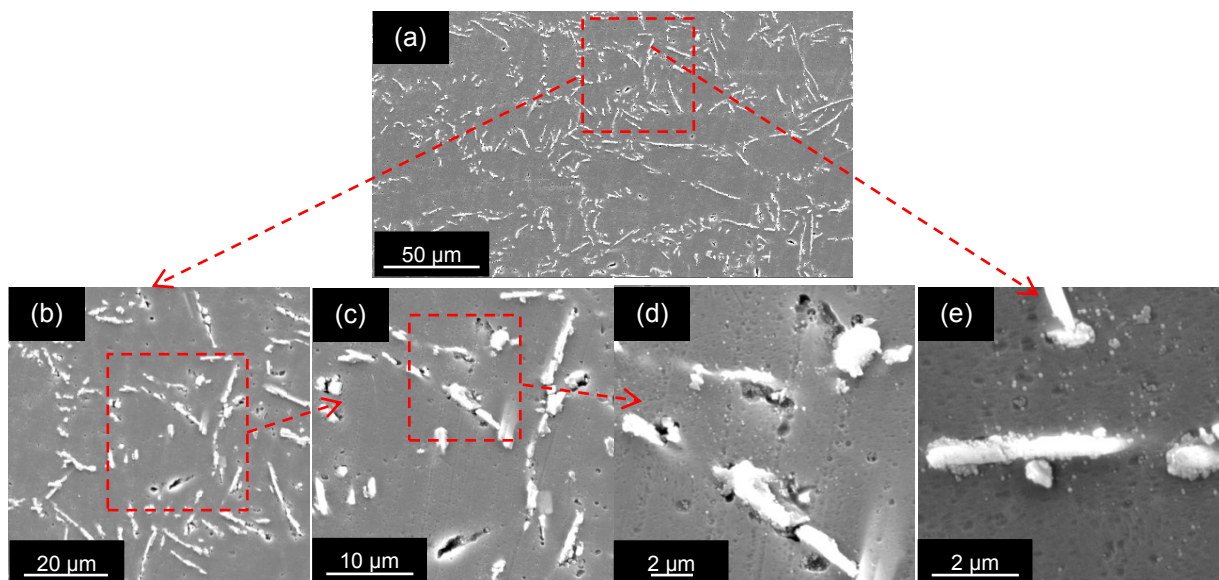
No centro das poças de fusão pode-se visualizar uma microestrutura em forma de grãos alongados em contato com outros grãos alongados, mas com outra orientação na região próxima da interface tratada/não tratada, causada possivelmente pelo menor gradiente de temperatura quando comparadas às regiões mais próximas do substrato, conforme mostra a Figura 27b, c e Figura 29b, c.

A microestrutura no centro das poças de fusão mostrou-se mais refinada na poça $V_b = 60$ mm/s (Figura 29d), neste caso considerando uma maior velocidade de varredura do feixe laser e consequente redução do tempo de interação do laser com

a matéria. Este resultado é semelhante ao encontrado pelos autores Gremaud, Carrard e Kurz (1990), Pinto et al. (2003), Silva (2011) e Bertelli et al. (2011).

Na Figura 29b, c, verifica-se uma microestrutura em forma de grãos alongados, possivelmente ocasionada pela turbulência do movimento da zona fundida em virtude da extração de calor em arrefecimento rápido. Este resultado é semelhante ao encontrado pelos autores Pinto et al. (2003), Bertelli (2009) e Bertelli et al. (2011). A Figura 30 mostra o material não tratado (substrato) logo abaixo das poças de fusão e suas respectivas ampliações.

Figura 30 - Imagem realizada através do MEV do substrato na seção transversal da amostra.

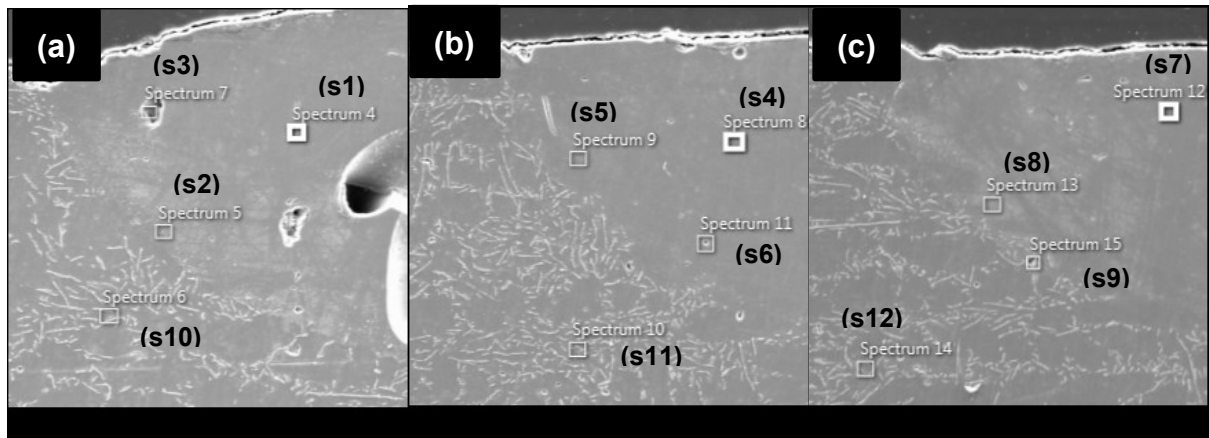


Fonte: O autor.

Na Figura 30 é possível observar que o substrato possui uma microestrutura basicamente celular sem indícios de transição celular/dentrítica e formada por uma fase intermetálica dispersa em uma matriz. Esta fase intermetálica está prevista no diagrama de fases de equilíbrio do sistema binário Al-Fe sendo como Al_3Fe ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$) (ver Figura 1, Tabela 1).

A Figura 31 mostra as micrografias da seção transversal da amostra tratada por RSL das regiões analisadas por EDS, sendo as poças de fusão nas V_b (a) 20 mm/s, (b) 40 mm/s e (c) 60 mm/s. As letras s1, s4 e s7, indicam a região próxima ao centro da poça de fusão; s3, s6 e s9 a região de poros; s2, s6 e s9 indicam a região de transição entre a poça de fusão e o substrato; e o substrato indicado por s10, s11 e s12.

Figura 31 - Micrografia da seção transversal tratada por RSL indicando as poças de fusão formadas pelo tratamento onde (a) $V_b = 20$ mm/s, (b) $V_b = 40$ mm/s e (c) $V_b = 60$ mm/s.



Fonte: O autor

Os dados quantitativos da análise de EDS realizados na seção transversal da amostra tratada por RSL e a não tratada, bem como suas respectivas poças de fusão para diferentes velocidades de varredura são apresentadas na Tabela 9, a seguir:

Tabela 9 – Análise de EDS da seção transversal da amostra tratada a laser nas poças de velocidades de varredura do feixe laser ($V_b = 20, 40$ e 60 mm/s).

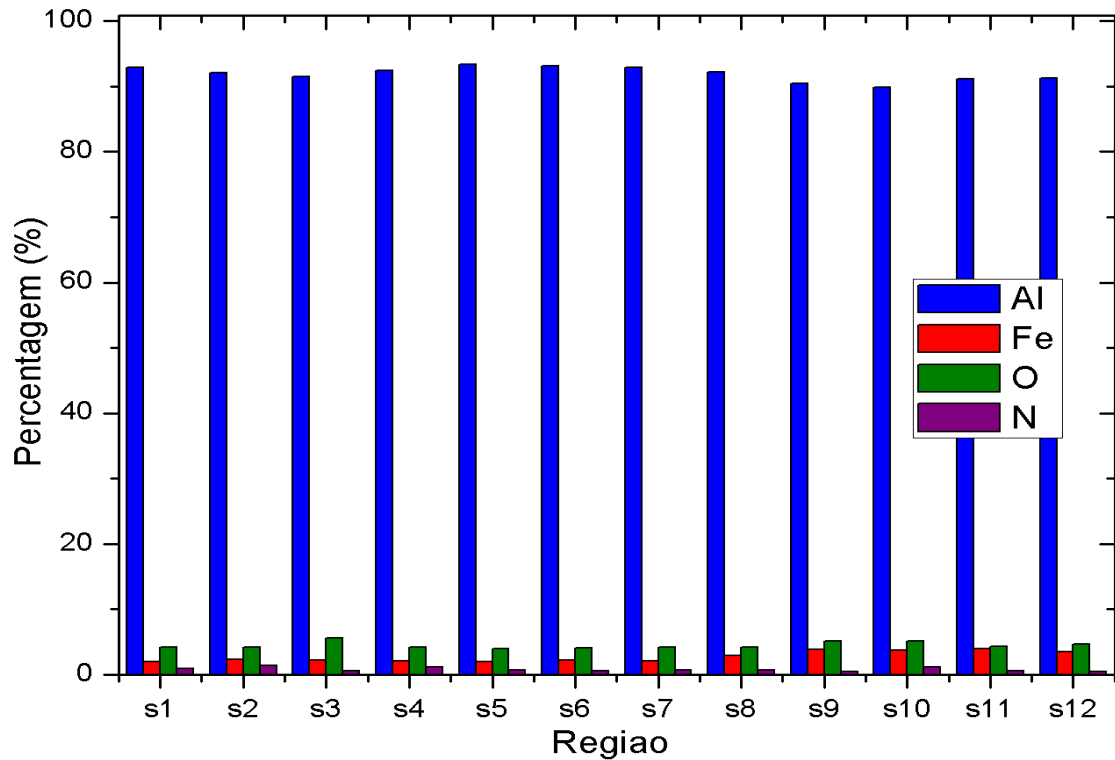
Região		Elementos (%)							
		Al		Fe		O		N	
		Peso	Atômico	Peso	Atômico	Peso	Atômico	Peso	Atômico
Poça 20 mm/s	Centro (s1)	92,86	90,34	1,95	1,80	4,23	6,94	0,96	1,80
	Zona de transição (s2)	92,04	89,33	2,30	1,08	4,24	6,94	1,42	2,65
	Poro (s3)	91,51	88,61	2,24	1,05	5,64	9,21	0,61	1,13
Poça 40 mm/s	Centro (s4)	92,41	89,78	2,14	1,01	4,23	6,93	1,22	1,40
	Zona de transição (s5)	93,32	91,14	1,97	0,93	3,97	6,53	0,74	1,40
	Poro (s6)	93,14	91,13	2,19	1,03	4,09	6,74	0,58	1,10
Poça 60 mm/s	Centro (s7)	92,96	90,74	2,13	1,00	4,18	6,88	0,72	1,36
	Zona de transição (s8)	92,17	90,29	2,88	1,36	4,23	6,99	0,72	1,36
	Poro (s9)	90,46	88,65	3,84	1,82	5,17	8,55	0,52	0,99
Substrato (próximo a ZT)	20 mm/s (s10)	89,86	87,50	3,79	1,78	5,13	8,42	1,22	2,29
	40 mm/s (s11)	91,12	89,81	3,96	1,88	4,37	7,26	0,55	1,04
	60 mm/s (s12)	91,26	89,53	3,49	1,65	4,73	7,83	0,53	0,99

Fonte: O autor

A Figura 32, mostra o gráfico dos dados quantitativos da análise de EDS realizados na seção transversal da amostra tratada por RSL e a não tratada, bem

como suas respectivas poças de fusão para diferentes velocidades de varredura, conforme dados dispostos Tabela 9.

Figura 32 – Gráfico da análise de EDS dos dados quantitativos da Tabela 9.



Fonte: O autor.

Na Tabela 9, a análise de EDS da poça de fusão em velocidade $V_b = 20$ mm/s (Figura 31a), o ferro foi identificado em menor concentração na região central (s1), o oxigênio em maior na região de poros (s3) e o nitrogênio em maior concentração na zona de transição (s2). No caso de $V_b = 40$ mm/s (Figura 31b), obteve-se, na zona de transição (s5) o alumínio apresenta a maior concentração e o oxigênio a menor. Em $V_b = 60$ mm/s (Figura 31c), obteve-se, na região de poros (s9), o alumínio e o nitrogênio em menor concentração e o ferro em maior.

Na região de substrato (não tratado), próxima à zona de transição da poça de fusão, obteve-se o seguinte resultado: próxima à poça $V_b = 20$ mm/s (s10), o alumínio foi identificado em menor concentração, entretanto o oxigênio e o nitrogênio apresentam maior concentração (Figura 31a). Para $V_b = 40$ mm/s (s11), o ferro está em maior concentração (Figura 31b). Para $V_b = 60$ mm/s (s12), o alumínio está em maior concentração, mas o ferro e o nitrogênio apresentam menor concentração (Figura 31c).

Pode-se observar que o alumínio está em maior concentração na zona tratada em comparação a zona não tratada (substrato). O ferro está presente em uma concentração maior no substrato do que na região tratada, evidenciando o crescimento competitivo de intermetálicos estáveis e metaestáveis do diagrama e fases Al-Fe (Figura 1, Tabela 1), no caso solidificação rápida em elevadas taxas de resfriamento, conforme relatam os autores Mondolfo (1976) e Allen et al. (1998).

Os microporos dispostos no interior das poças de fusão apresentou uma maior concentração de ferro e de oxigênio. A presença de microporos pode ser favorecida pela volatilização de inclusões ou pela vaporização do substrato, devida à absorção do hidrogênio existente no ar atmosférico pela superfície do material e pela poça de fusão (YILBAS et al, 2009; OLIVEIRA, 2011; PARIONA et al, 2012a; TELEGINSKI, 2012).

O nitrogênio também foi identificado em baixa concentração. Isto pode ser explicado pelo fato de que o tratamento de RSL foi realizado em meio ambiente, sem a utilização do gás de proteção, pois o ar atmosférico é composto de 78% de nitrogênio (ATKINS; PAULA, 2008). A autora Micene (2014), em seu trabalho de pesquisa da liga Al-2%Fe tratada por RSL, também identificou o nitrogênio na superfície da amostra tratada.

5.3 ANÁLISE DA DUREZA VICKERS (HV)

Os ensaios foram realizados com o objetivo de obter o perfil de microdureza ao longo da região transversal da amostra, apresentando a variação de dureza na região fundida pelo tratamento de RSL, na região do substrato sem tratamento e sobre as trilhas e poças de fusão nas velocidades de varredura do feixe laser de 20, 40 e 60 mm/s.

As medidas de microdureza da superfície do material foram realizadas sobre as trilhas de fusão (ver legendas ②, ④, ⑥ da Figura 11) e também na parte não tratada da amostra (ver legendas ①, ③, ⑤ e ⑦ da Figura 11), aplicando-se uma carga de 0,1 kgf a 15s em cada parte com 10 (dez) microindentações. Na parte transversal da amostra foram realizadas 10 (dez) microindentações sobre as poças de fusão (ver legendas ⑧, ⑩ e ⑫ da Figura 11), sobre a zona de transição entre a poça e o substrato (ver legendas ⑨, ⑪ e ⑬ da Figura 11) e na região do substrato (ver legenda ⑭ da Figura 11), aplicando-se uma carga de com carga de 0,05 kgf a

15s em cada parte, e então foi calculada a média da dureza em cada uma das partes descritas, bem como o desvio padrão a partir dos dados obtidos. Na Tabela 10 é mostrada a dureza Vickers média e seus respectivos desvios padrões de cada região analisada.

Tabela 10 – Análise da dureza Vickers do material tratado por RSL nas regiões sobre as trilhas de fusão, entre as trilhas de fusão e sobre a poça de fusão, bem como do substrato.

Condição de ensaio	Seção	Amostra	Velocidade do feixe	Região	Dureza média	Desvio padrão
100 gf a 15 s	Transversal	Tratada	20 mm/s	Sobre a poça ⑧	54,74	3,26
				Zona de transição ⑨	48,19	5,42
			40 mm/s	Sobre a poça ⑩	58,69	1,50
				Zona de transição ⑪	55,45	2,87
			60 mm/s	Sobre a poça ⑫	59,91	1,79
				Zona de transição ⑬	53,71	3,71
		Não tratada	-	Substrato ⑭	36,85	2,09
		50 gf a 15 s	Superficial	Tratada	20 mm/s	Sobre a trilha ②
40 mm/s	Sobre a trilha ④				62,20	4,84
60 mm/s	Sobre a trilha ⑥				62,36	5,13
Não tratada	-			Superfície ①③⑤⑦	49,57	2,29

Fonte: O autor

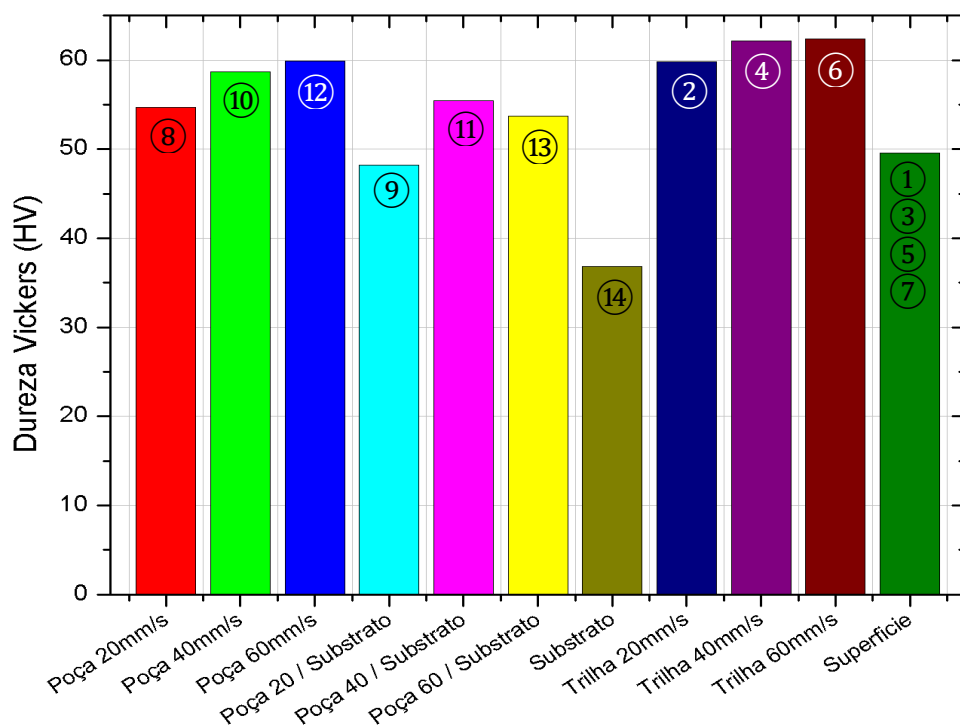
Analisando-se os resultados da Tabela 10 pode-se verificar que a dureza média da superfície não tratada (①, ③, ⑤ e ⑦ da Figura 11), é de 49,57 HV. Na região sobre as trilhas de fusão a dureza média foi de 59,83; 62,20 e 63,36 HV (②, ④, ⑥ da Figura 11), respectivamente para $V_b = 20, 40$ e 60 mm/s.

Na análise de dureza da seção transversal da amostra podemos verificar a dureza média sobre a poça de fusão de 54,74; 58,69 e 59,91 HV (⑧, ⑩, ⑫ da Figura 11), respectivamente para a $V_b = 20, 40$ e 60 mm/s. Na região de transição entre a poça de fusão e o substrato a dureza média foi de 48,19; 55,45 e 53,71 HV (⑨, ⑪, ⑬ da Figura 11). A região do substrato atingiu uma dureza média de 36,85 HV, conforme pode ser visualizada na legenda ⑭ da Figura 11.

O aumento da dureza na região tratada pode ser atribuído às alterações microestruturais promovidas pelo processo de tratamento a laser, onde a região tratada apresenta característica mais homogênea que o substrato, além da formação

de fases intermetálicas metaestáveis durante a solidificação rápida, sendo estas melhor distribuídas pela matriz de Al. Este resultado é semelhante ao encontrado pelos autores Pinto et al. (2003), Rams et al. (2007), Bertelli et al. (2011), Bismarck, Garcia e Spinelli (2012), Yao (2014), entre outros pesquisadores. A Figura 33 mostra o gráfico dos valores coletados da dureza média da superfície e da seção transversal da amostra tratada e não tratada pela RSL.

Figura 33 – Gráfico da análise da dureza Vickers (HV 0,1kg 15s), indicando os respectivos valores de HV da superfície e da seção transversal da região tratada por RSL; bem como os valores de HV (HV 0,05kg 15s) para o substrato não tratado.



Fonte: o autor

Pode-se observar neste gráfico (Figura 33) que a diferença da dureza média é dada pelas mudanças microestruturais ocasionadas pelo tratamento a laser. Na seção transversal, a região sobre as poças de fusão apresentam uma maior dureza média que as zonas de transição (entre as poças e o substrato), pois a microestrutura da zona de transição está em forma de grãos alongados dispostos perpendicularmente a interface tratada e o substrato predominam a região de transição entre as poças de fusão e o substrato, enquanto que na região de poça de fusão é notada uma microestrutura com grãos mais arredondados e menores. A microestrutura de grãos perpendiculares à interface entre a poça de fusão e o substrato é mais evidente a velocidade de varredura do feixe laser mais baixas,

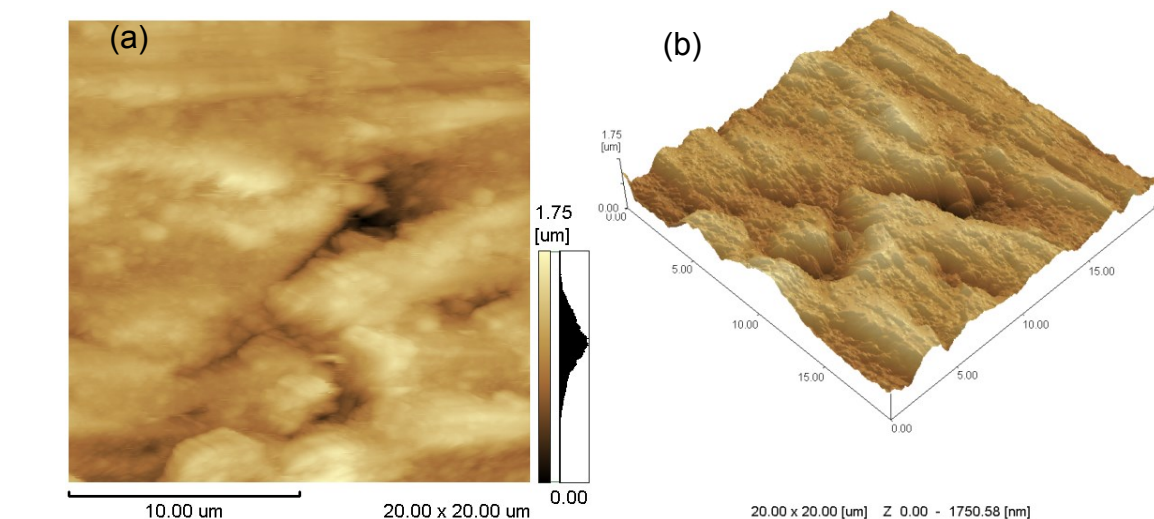
como é o caso da poça de fusão gerada com $V_b = 20$ mm/s, mostrada na Figura 25b, mas, porém não apresentou maior dureza que para as velocidades de 40 e 60 mm/s. Na região de superfície, as trilhas de fusão apresentam a maior dureza média, sendo maior para a trilha na velocidade de 60 mm/s, enquanto que a superfície não tratada obteve o menor valor desta região.

5.4 ESTUDO DE RUGOSIDADE POR MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA

A técnica de microscopia de força atômica (MFA) foi empregada no estudo da topografia das amostras tratadas por RSL para diferentes velocidades de feixe laser e para amostra não tratada. Esta técnica permite medir as dimensões de picos e vales que caracterizam a rugosidade na superfície da amostra em uma escala nanométrica.

As imagens obtidas pela técnica de MFA indicam que as cores mais claras representam regiões mais altas, enquanto que as regiões mais escuras as mais profundas. A rugosidade superficial ou topografia do material base (substrato) estudada por meio do MFA é mostrada na Figura 34, sendo (a) a imagem bidimensional (2D) e (b) a imagem tridimensional (3D) da amostra não tratada.

Figura 34 - Análise topográfica do material base (substrato) por meio de microscopia de força atômica mostrando (a) uma visão bidimensional e (b) uma visão tridimensional.

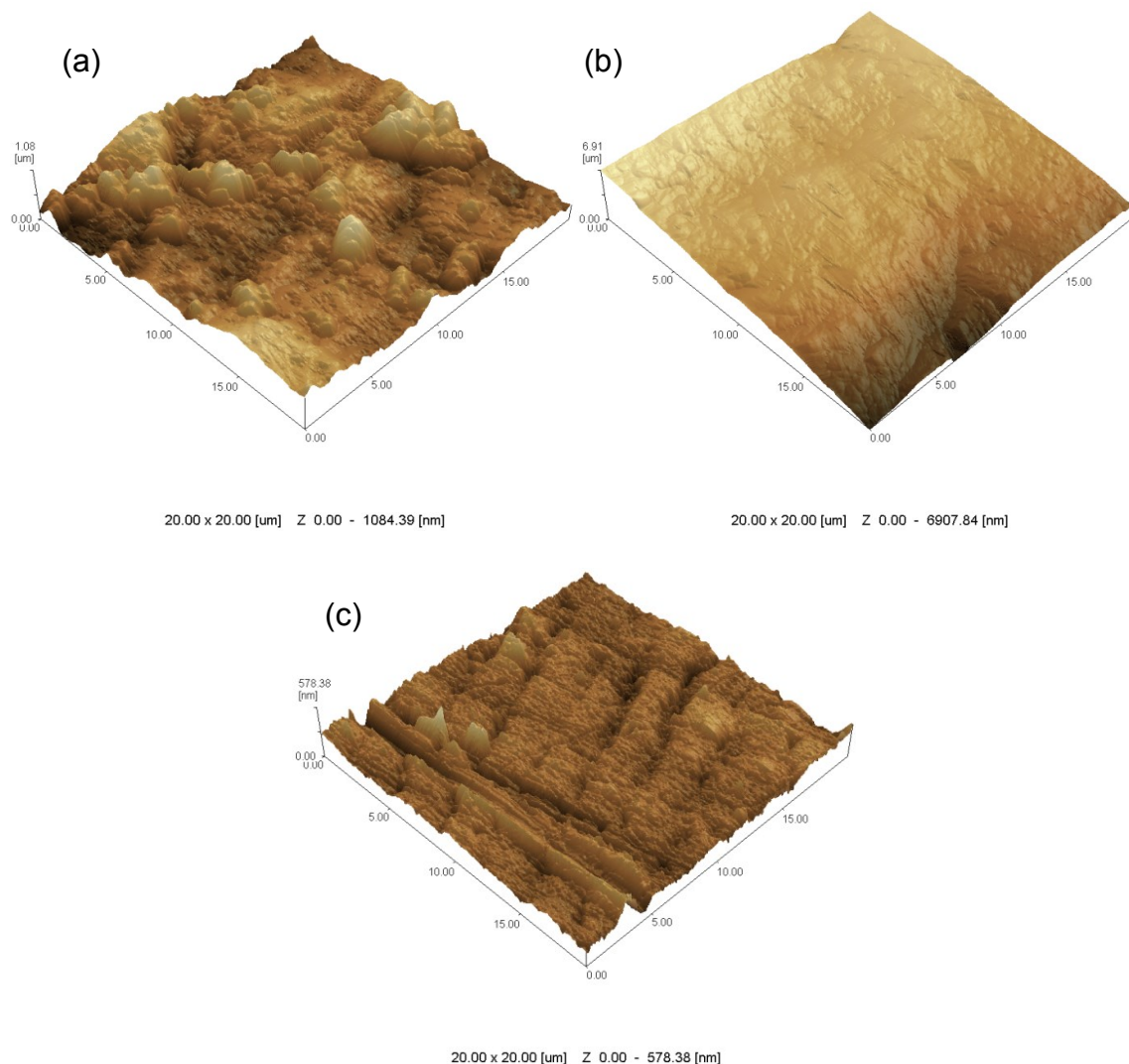


Fonte: O autor

Na amostra tratada por RSL à análise de microscopia de força atômica foi realizada na região sobre a trilha e entre as trilhas de fusão e no substrato, conforme o panorama da Figura 11.

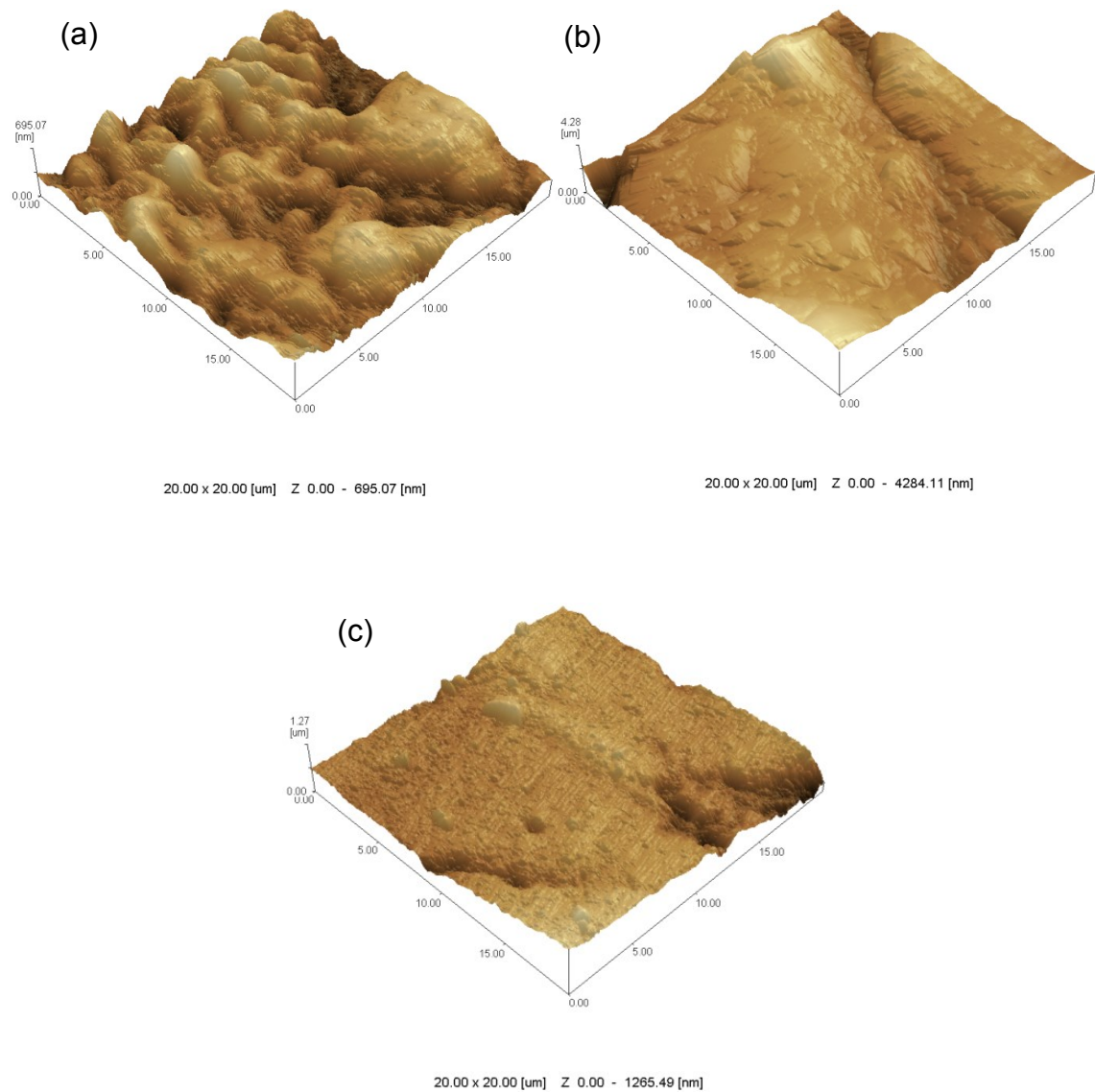
Para amostras tratadas a laser com trilhas isoladas, as figuras a seguir mostram as imagens obtidas por MFA sobre as trilhas e entre trilhas de fusão da amostra tratada por RSL variando-se o parâmetro velocidade de varredura do feixe laser nos valores de 20, 40 e 60 mm/s. As Figura 35, Figura 36 e Figura 37 mostram a topografia da amostra tratada nas regiões sobre a trilha de fusão, entre a trilha de fusão, bem como a poça de fusão formada na seção transversal pela aplicação do laser.

Figura 35 - Análise topográfica do material tratado por RSL na velocidade de 20 mm/s das regiões: (a) trilha de fusão, (b) parte não tratada, na lateral esquerda da trilha de 20 mm/s e (c) a poça de fusão gerada pelo tratamento.



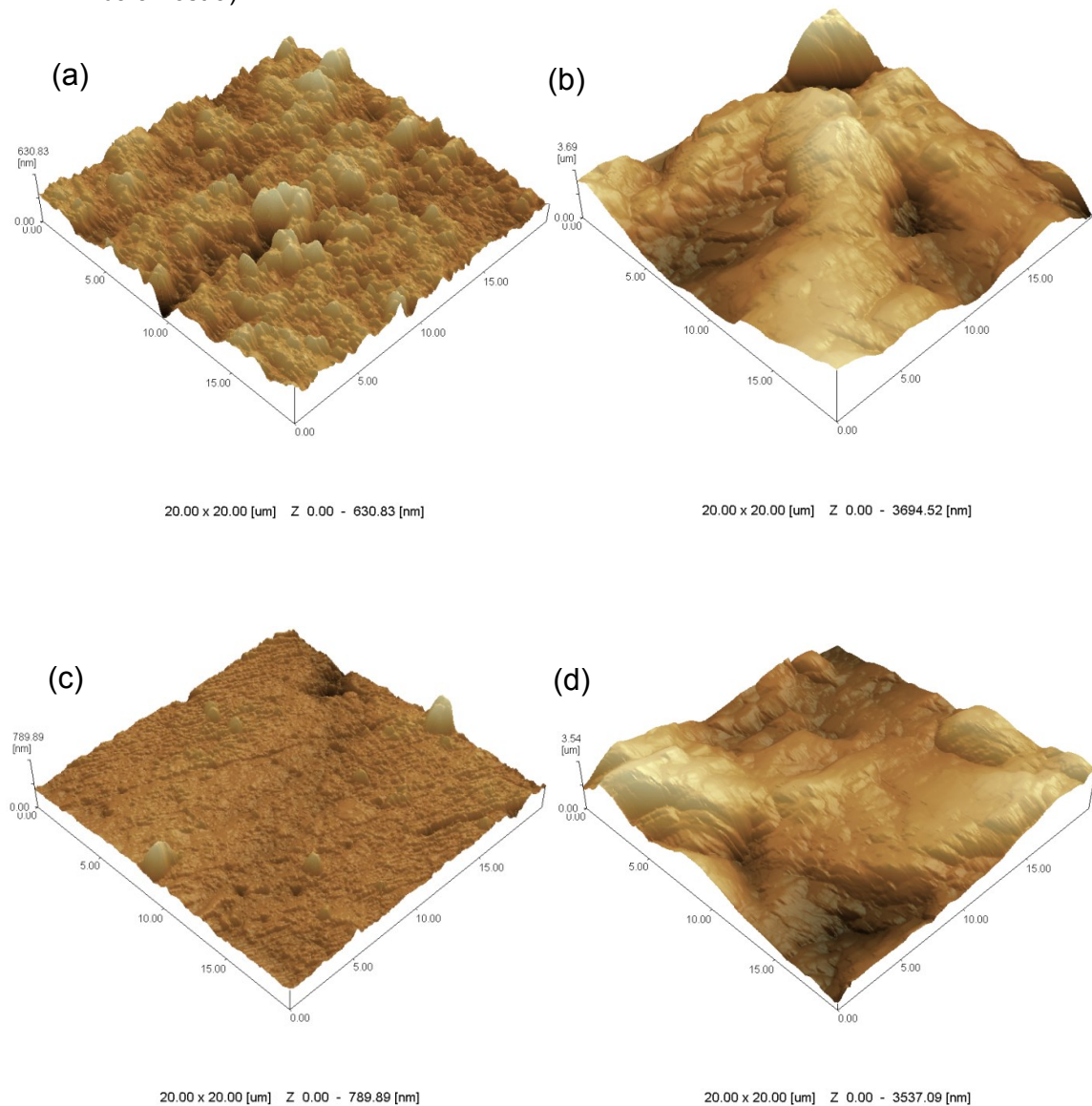
Fonte: O autor

Figura 36 - Análise topográfica do material tratado por RSL na velocidade de 40 mm/s das regiões: (a) trilha de fusão, (b) entre as trilhas de 20 e 40 mm/s (parte não tratada) e (c) poça de fusão.



Fonte: O autor

Figura 37 - Análise topográfica do material tratado por RSL na velocidade de 60 mm/s das regiões: (a) trilha de fusão, (b) entre a trilha de 40 e 60 mm/s (na parte não tratada), (c) a poça de fusão. (d) região vizinhança da trilha de 60 mm/s da parte não tratada (extremidade direita da amostra).



Fonte: O autor

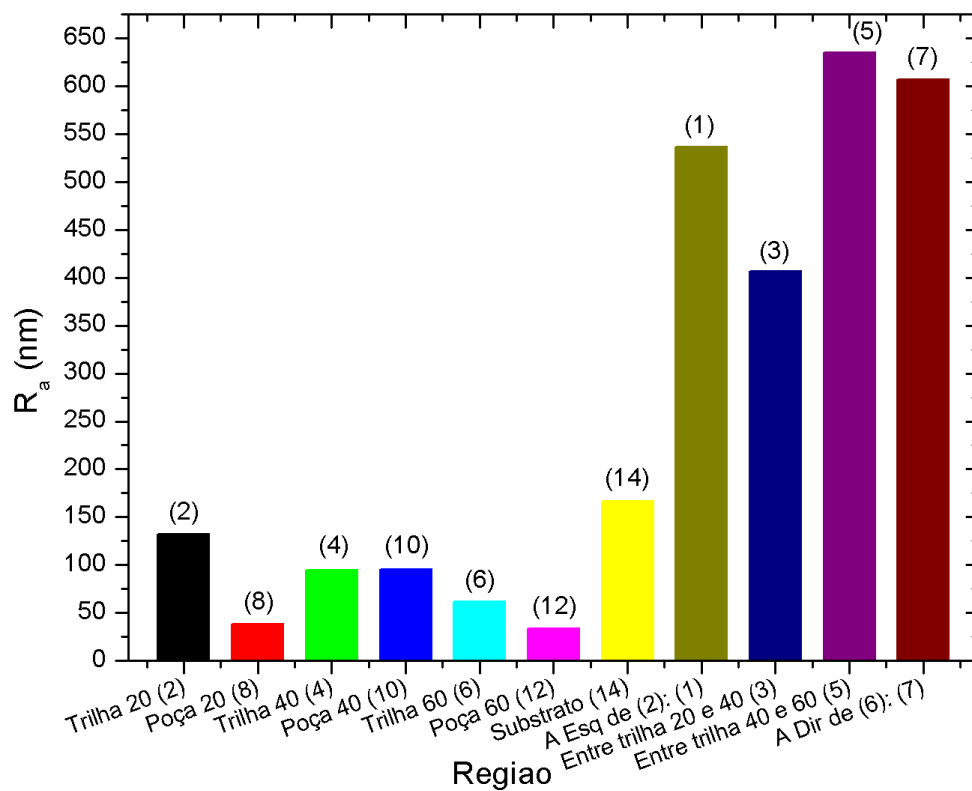
A Tabela 11 mostra o resultado da análise de rugosidade da superfície e da seção transversal da amostra Al-1,5%Fe tratadas por RSL bem como a do substrato. A região analisada na liga Al-1,5%Fe por MFA pode ser visualizada por meio da identificação das legendas da Figura 11 indicados na Tabela 11 e apresentadas em forma de gráfico por meio da Figura 38.

Tabela 11 - Parâmetros e resultados da análise de rugosidade das amostras analisadas por MFA.
Baseada na Figura 11.

Amostra	Velocidade do feixe	Região	Parâmetros do MFA (nm)					
			R _a	R _q	R _p	R _z	R _v	R _{Zjis}
Tratada	20 mm/s	Sobre a trilha ②	132,29	166,66	617,78	1,08	465,06	538,11
		Sobre a poça ⑧	38,43	393,44	50,53	608,48	215,04	286,36
	40 mm/s	Sobre a trilha ④	94,42	114,89	343,03	687,90	344,87	336,69
		Sobre a poça ⑩	95,91	131,70	582,09	1,27	684,54	617,63
	60 mm/s	Sobre a trilha ⑥	61,48	80,02	348,02	678,14	330,12	333,90
		Sobre a poça ⑫	33,78	51,28	448,22	789,76	314,54	381,31
Não tratada		Substrato ⑭	166,51	216,23	697,43	1,75	1,05	841,35
Não tratada	-	Entre a trilha de 20 mm/s e extremidade esquerda ①	537,06	666,83	1,43	3,81	2,39	1,89
		Entre as trilhas de 20 e 40 mm/s ③	407,13	552,23	1,94	4,29	2,34	2,13
		Entre as trilhas de 40 e 60 mm/s ⑤	635,72	764,99	2,04	4,02	1,98	1,99
		Na vizinhança da trilha de 60 mm/s e extremidade direita ⑦	607,54	740,05	2,05	3,76	1,71	1,87

Fonte: O autor

Figura 38 – Gráfico da análise de rugosidade, conforme os dados da Tabela 11.



Fonte: O autor

A partir dos dados coletados da rugosidade superficial (Tabela 11), das imagens geradas pela análise de MFA e do gráfico apresentado por meio da Figura 38. A região compreendida paralelamente as laterais das trilhas $V_b = 20, 40$ e 60 mm/s, não tratada, resultam em maior rugosidade média de todo o material, com R_a de 537, 407, 636, e 607 nm, respectivamente mostrados nas Figura 35b, Figura 36b e Figura 37b,d. Isto pode ser explicado pelo fato de que a superfície da amostra foi submetida ao jateamento de areia com o objetivo de diminuir a refletividade superficial da amostra, a fim de otimizar a aplicação do laser melhorando o coeficiente de absorção. Na região de trilhas a rugosidade média foi de 132, 94 e 61 nm para as velocidades $V_b = 20, 40$ e 60 mm/s, respectivamente, conforme a Figura 35a, Figura 36a e Figura 37a.

A região sobre as poças de fusão apresentou uma rugosidade média de 38, 96 e 34 nm para as velocidades $V_b = 20, 40$ e 60 mm/s, respectivamente, conforme mostra a Figura 35c, Figura 36c e Figura 37c. Na região de substrato (não tratado) a rugosidade média foi de 166 nm, conforme mostra a Figura 34.

De acordo com Bertelli (2011), as protuberâncias das regiões sobre as trilhas de fusão são geradas em função da baixa velocidade de varredura do laser e, por isso, a região com a menor velocidade de varredura do feixe laser possui uma maior rugosidade que para velocidades maiores. A região do substrato obteve-se R_a de 166 nm, ultrapassando os valores máximos encontrados nas regiões tratadas por laser (entre 61 para 60 mm/s a 132 nm para 20 mm/s).

Diante do exposto, observou-se que as regiões tratadas apresentam uma menor rugosidade superficial que as regiões não tratadas, e em função das imagens apresentadas, percebe-se que a região sobre as poças de fusão e sobre as trilhas mostram-se com uma superfície mais regular do que às outras regiões, no entanto, na região sobre as trilhas (Figura 35a, Figura 36a e Figura 37a) observam-se vários defeitos, como porosidades e trincas confirmadas pela análise realizada por MFA (Figura 34), onde as trincas são mais evidentes na poça de fusão na velocidade de 40 mm/s e os microporos na poça de fusão na velocidade de 20 mm/s. Das análises de rugosidade e dureza Vickers, observou que a amostra tratada apresentou uma superfície mais uniforme que a amostra não tratada, onde a superfície com maior valor de rugosidade apresentou menor valor de dureza e vice-versa. Isso pode ser explicado devido ao fato de que em condições de resfriamento rápido, a fase estável Al_3Fe pode ser substituída pela metaestável Al_6Fe , que apresenta maior resistência

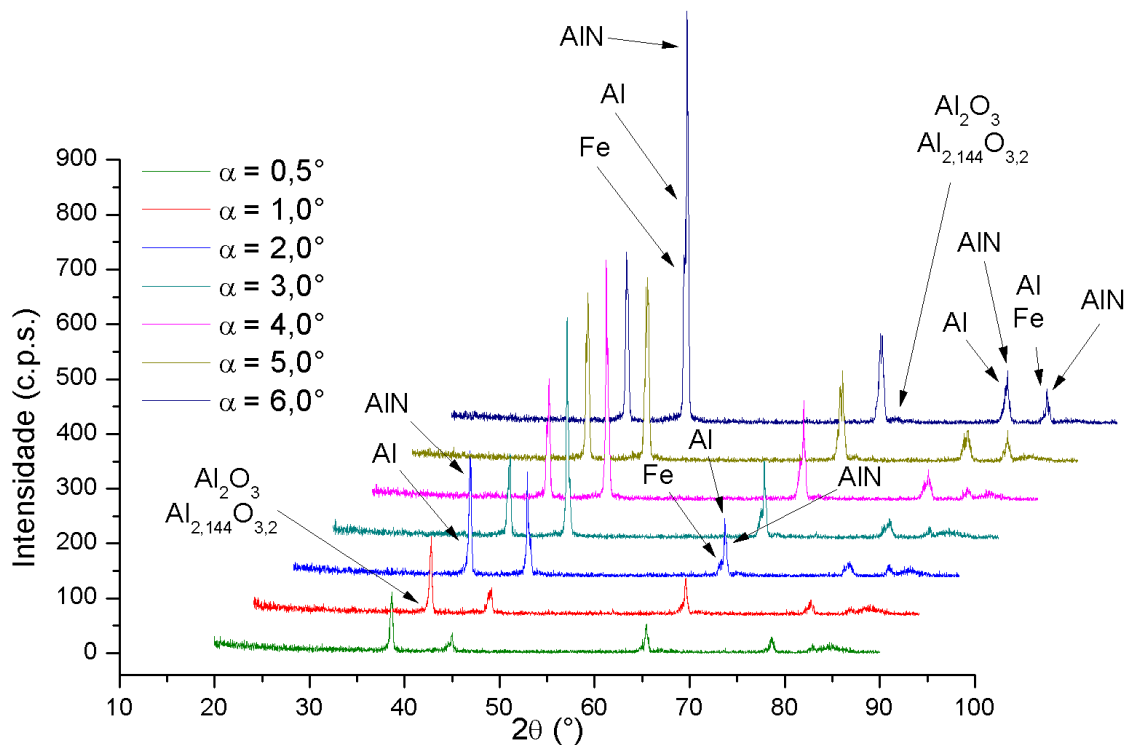
mecânica e uma microestrutura mais refinada mais comum em solidificação rápida. Este resultado é semelhante ao encontrado por Teleginski (2012), em amostras da liga Al-1,5%Fe e por Micene (2014), em amostras da liga Al-2%Fe ambas tratadas por RSL.

5.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

5.5.1 Perfil das Fases Identificadas nos Difratogramas

A Figura 39 mostra os difratogramas gerados com os ângulos de incidência, $\alpha = 0,5^\circ, 1^\circ, 2^\circ, 3^\circ, 4^\circ, 5^\circ$ e 6° , no modo de varredura contínua com passos de $0,02^\circ / \text{min}$, com 2θ de 20° a 90° realizado em amostra da Al-15%Fe. Os parâmetros e a configuração usada nos difratogramas está descrita na Configuração 1, da Tabela 6, da seção anterior.

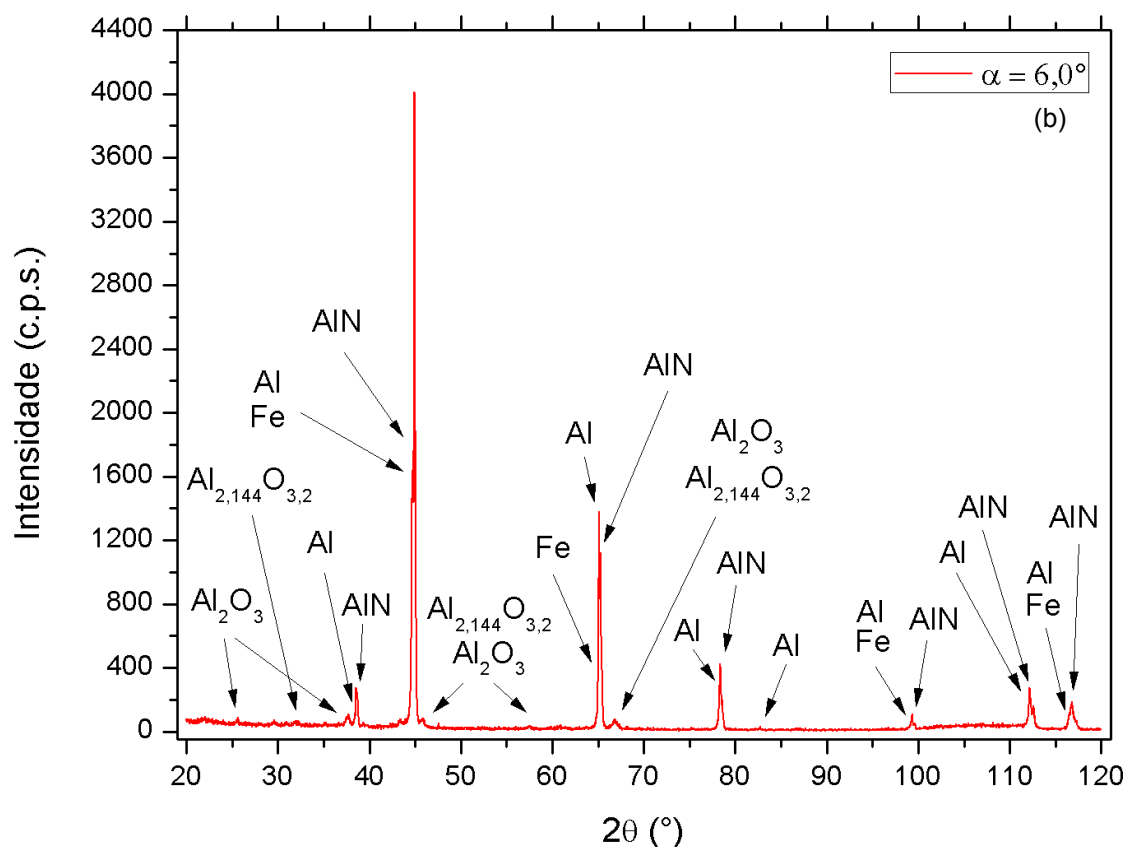
Figura 39 - Os difratogramas da liga Al-1,5%Fe tratada a laser por meio da radiação Cu K_α com ângulo de incidência, $\alpha = 0,5^\circ, 1^\circ, 2^\circ, 3^\circ, 4^\circ, 5^\circ$ e 6° .



Fonte: O autor.

Como pode ser observado na Figura 39, com o aumento do ângulo de incidência, ou seja, para profundidades maiores, houve uma mudança gradativa dos

Figura 41 - Difratograma da amostra da liga Al-1,5%Fe tratada por RSL gerado por meio da técnica de DRXIR, com $\alpha = 6^\circ$ e radiação Cu K α .



Fonte: O autor.

Nota-se no difratograma com ângulo de incidência 3° (Figura 40), os picos principais estão localizados nos ângulos $2\theta = 38^\circ$, 45° e 82° , respectivamente nessa ordem, cujo pico de maior intensidade tem orientação preferencial em $[1\ 1\ 1]$, considerando a fase Al (AMCSD-011136) (DOWS; HALL-WALLACE, 2003). Já no difratograma com ângulo incidência de 6° (Figura 41), os picos principais estão localizados em $2\theta = 45^\circ$, 65° e 78° , respectivamente nessa ordem, a qual o pico principal tem orientação preferencial $[2\ 0\ 0]$ e a fase AlN e Fe (AMCSD-0011214) são as mais evidentes (VOLLSTÄDT, 1990; DOWS; HALL-WALLACE, 2003). Não foi encontrado arquivo de informação cristalográfica livre para a fase AlN.

Na camada estudada foram encontradas fases formadas por óxidos, tais como o Al_2O_3 (ICSD-009770) e $\text{Al}_{2,144}\text{O}_{3,2}$ (ICSD-066559) com picos mais intensos para ângulo incidência de 6° (ZHOU; SNYDER, 1991; FINGER; HAZEN, 1978). A presença de óxidos na superfície da amostra tratada já era esperada devido ao tratamento laser ter sido realizado sem o gás de proteção, favorecendo a formação de óxidos e até mesmo de nitretos, pois a alta temperatura do tratamento a laser e a

exposição ao ar favorece a formação de nitretos, já que o ar atmosférico é composto principalmente de nitrogênio (78,08%), de oxigênio (20,95%), de argônio (0,93%) e 0,04% de outros gases (CO_2 , H_2 , Ne, He, CH_4 , Kr, NO, Xe e O_3) (ATKINS; PAULA, 2008; MICENE, 2014).

Nos difratogramas com maior ângulo de incidência também foi observado à presença de metais simples como o Fe e o Al, mas as fases intermetálicas em equilíbrio Al_3Fe ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$) e a metaestável Al_6Fe não foram observadas, entretanto tais fases foram encontradas pelos autores Goulart et al. (2009a, 2009b), Bertelli et al. (2011) e Pariona et al. (2013). Por outro lado, a fase metaestável Al_6Fe , foi identificada após a aplicação do método de dissolução parcial da matriz de alumínio em solução de butanol de maneira a revelar a morfologia de grãos maiores (fase de equilíbrio) e grãos menores (fases metaestáveis) (GOULART et al. 2009a, 2009b; GOULART, 2010; BERTELLI et al. 2011).

Estes resultados são similares aos encontrados pelos autores Pariona et al. (2012a, 2012b e 2013), aos quais identificaram a presença de Al_2O_3 e Fe_2O_3 na superfície da amostra tratada por RSL pela técnica de DRX por ângulo rasante, neste trabalho também identificou-se a fase Al_2O_3 , semelhantemente aos resultados encontrados pelos autores Bian et al. (2012). Em outro trabalho recente Micene (2014), estudando a liga Al-2%Fe tratada por RSL sem o gás de proteção, também identificou a presença destes óxidos, além da presença do AlN. Similarmente a estes resultados Teleginski (2012) também encontrou a presença de Al_2O_3 e Fe_2O_3 , em estudo da liga Al-1,5%Fe tratada por RSL.

Observa-se na Figura 22 e Tabela 8 que o alumínio está em maior concentração na zona tratada em comparação a zona não tratada (substrato). Isto pode ser explicado pelo fato de que a fase estável Al_3Fe predominante na liga Al-1,5%Fe (substrato), está prevista no diagrama de fases do sistema binário Al-Fe, para a composição de 58% a 61% de alumínio em peso (Figura 1, Tabela 1), enquanto que a fase metaestável Al_6Fe , está prevista para a composição de 73% de alumínio em peso, conforme mostrado na Tabela 1, portanto a fase Al_3Fe tem menos ferro em peso em sua composição do que a fase metaestável Al_6Fe . Dessa forma, o ferro apresenta uma concentração um pouco maior no substrato do que na região tratada (Tabela 8), evidenciando o crescimento competitivo entre as fases Al_3Fe ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$) e Al_6Fe , ocorridas em situações de altas taxas de arrefecimento, conforme relato dos autores Mondolfo (1976) e Allen et al. (1998).

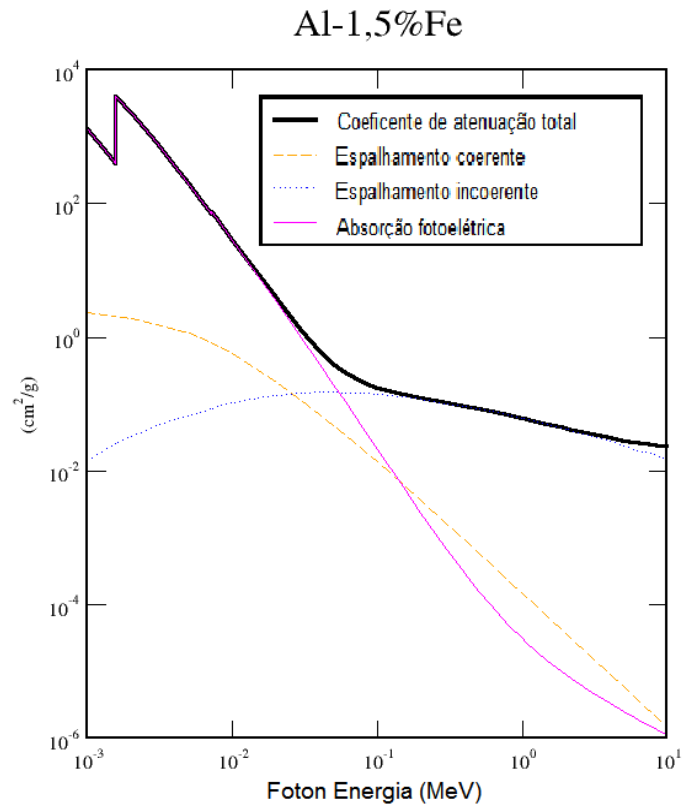
5.5.2 Ângulo crítico, coeficiente de absorção linear e a profundidade de penetração

Considerando os elementos componentes da liga Al-1,5%Fe para fins de estudo de DRXIR, com radiação Cu K_{α} ($\lambda=1,542 \text{ \AA}$), e utilizando os dados da Tabela 2 aplicados na equação 9, encontramos o ângulo crítico, α_c , calculado de $0,237^\circ$. Como os ângulos de incidência analisados neste experimento são todos acima do ângulo crítico ($\alpha > 0,237^\circ$), pode-se calcular a profundidade de penetração dos raios X por meio da primeira (Eq. 10) e da segunda abordagem (Eq. 12) de profundidade de penetração, sem, no entanto, considerar os efeitos da refração no feixe de raios X, conforme os autores Birkholz (2006) e Cai et al. (2009), descrito pelas equações 10 e 12.

O coeficiente de atenuação linear, μ , e o coeficiente de atenuação de massa, μ_m , encontrado a partir da equação 4, foi de $139,8804 \text{ cm}^{-1}$ e $53,39 \text{ cm}^2/\text{g}$, respectivamente. Este resultado foi comparado aos dados do programa XCOM disponível na página do *Institute National of Standards and Technology – NIST*, NIST (2014), referentes a liga Al-1,5%Fe mostrados na Figura 42 e Tabela 13.

A Figura 42 mostra o gráfico do coeficiente de absorção de massa total, do espalhamento coerente e incoerente e da absorção fotoelétrica versus a energia do fóton, extraídos da página do NIST (2014) por meio do programa XCOM, tomando como referência a liga Al-1,5%Fe composta por uma mistura de 98,5% de Al e 1,5% de Fe em peso, submetida a uma radiação Cu K_{α} .

Figura 42 - Gráfico do coeficiente de absorção de massa (em cm^2/g) versus fóton-energia (MeV) da liga Al-1,5%Fe construído no programa XCOM (NIST, 2014).



Fonte: Adaptado de NIST, 2014.

Na Tabela 12, estão dispostos os dados das principais fases da liga em estudo identificadas pelas técnicas de DRX, e também das fases não identificadas pelas referidas técnicas, mas previstas no diagrama de fases do sistema Al-Fe conforme a literatura já citada (KATTNER; BURTON, 1992; ALLEN et al., 1998).

Tabela 12 – Propriedades para algumas fases da liga Al-1,5%Fe com radiação Cu K_{α} com fóton-energia na ordem de 8,0 KeV.

Espécie ou fase	Densidade [g/cm ³]	Coeficiente de Atenuação de Massa [cm ² /g]	Coeficiente de Atenuação Linear [cm ⁻¹]
Al	2,699	49,60	133,97
Fe	7,870	304,10	2393,27
Al-1,5%Fe	2,620 (*)	53,41	139,93
Al ₂ O ₃	3,984	31,56	125,73
Al _{2,144} O _{3,2}	3,652	26,66	97,36
AlN	3,260	35,14	114,56
Al ₃ Fe	3,896	151,40	598,85
Al ₆ Fe	3,450	115,00	396,75

Fonte: NIST, 2014; (*) Bertlelli, 2011.

Na Tabela 13 são mostradas as profundidades de penetração do feixe de raios X sobre o material tratado por RSL, considerando a intensidade transmitida atenuada em 37% do valor inicial, $\tau_{1/e}$, e com uma atenuação de 63% da intensidade inicial medida deixando a amostra irradiada, τ_{63} , descritas pelas Eq. 10 e 12. As profundidades de penetração mostradas na Tabela 13, representadas por $\tau_{1/e}$ e τ_{63} , mostram as profundidades em função do ângulo de incidência, α , para a liga Al-1,5%Fe, considerando que a mesma possui uma microestrutura homogênea, ou seja, considerando uma densidade única em toda a camada estudada (BOUROUSHIAN; KOSANOVIC, 2012).

Tabela 13 – As profundidades de penetração total (em μm) da radiação Cu K α no material tratado por RSL em relação aos ângulos de incidência, considerando que a liga Al-1,5%Fe seja uniformemente homogênea na camada tratada.

Profundidade	Ângulo de incidência (α)											
	0,5°	1,0°	1,5°	2,0°	2,5°	3,0°	3,5°	4,0°	4,5°	5,0°	5,5°	6,0°
$\tau_{1/e}$	0,624	1,248	1,871	2,495	3,118	3,741	4,364	4,987	5,609	6,231	6,852	7,473
τ_{63} (38,474°)	0,615	1,213	1,793	2,357	2,904	3,433	3,945	4,441	4,919	5,381	5,826	6,253

Fonte: O autor.

Entre as profundidades $\tau_{1/e}$ e τ_{63} (Tabela 13), a abordagem $\tau_{1/e}$ mostrou a maior profundidade de penetração da radiação na amostra, devido a esta não considerar a atenuação da intensidade do feixe que sai da amostra. Também é possível verificar nas duas abordagens que a penetração é aumentada à medida que o ângulo de incidência é acrescido (CULLITY; STOCK, 2001; BIRKHOLZ, 2006; ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011).

Na Tabela 14, são mostradas as profundidades de penetração para o material tratado por RSL para as principais fases identificadas nos difratogramas, calculadas a partir da equação 12, considerando que a intensidade transmitida foi atenuada em cerca de 63% da intensidade inicial medida deixando a amostra irradiada, τ_{63} (SINGH; LOW, 2002). Em cada difratograma analisado houve uma pequena variação da posição 2θ em relação aos picos principais devido ao erro instrumental atribuído pelo baixo ângulo de incidência (CULLITY; STOCK, 2001; BIRKHOLZ, 2006; ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011).

Tabela 14 – Cálculos das profundidades de penetração τ_{63} (em μm) da radiação Cu K α incidente no material tratado por RSL para as principais fases identificadas.

Fases / 2θ	Ângulo de incidência (α)											
	0,5°	1,0°	1,5°	2,0°	2,5°	3,0°	3,5°	4,0°	4,5°	5,0°	5,5°	6,0
Al / 38,47°	0,644	1,242	1,883	2,479	3,059	3,624	4,173	4,706	5,225	5,730	6,217	6,691
Fe / 44,72°	0,036	0,072	0,106	0,140	0,172	0,204	0,235	0,265	0,294	0,333	0,350	0,371
AlN / 44,72°	0,752	1,486	2,201	2,897	3,575	4,235	4,876	5,500	6,106	6,696	7,266	7,820
Al ₂ O ₃ / 35,14°	0,684	1,346	1,988	2,609	3,210	3,790	4,349	4,888	5,408	5,906	6,385	6,844
Al _{2,144} O _{3,2} / 66,83°	0,887	1,756	2,601	3,447	4,267	5,072	5,861	6,635	7,392	8,135	8,863	9,573

Fonte: O autor.

Na Tabela 14 pode-se observar que as fases que contém o alumínio tendem a sofrer uma maior penetração da radiação Cu K α , e em contrapartida, o Fe é menos penetrado pela radiação de raios X que as outras fases. Isto ocorre devido aos diferentes coeficientes de absorção linear de cada fase envolvida. Na equação 10, podemos verificar que quanto maior for o coeficiente de absorção linear de um material, menor será a penetração da radiação de raios X neste material (CULLITY, 1978; BIRKHOLZ, 2006; ALS-NIELSEN; MCMORROW, 2011).

Na Tabela 15, as fases intermetálicas eutéticas Al₃Fe e Al₆Fe, estável e metaestável, respectivamente, apresentaram diferentes profundidades de penetração da radiação Cu K α , sendo que a fase Al₆Fe apresenta a maior penetração da radiação de raios X que a fase Al₃Fe, pois possui menor densidade e menor coeficiente de atenuação linear do que a fase Al₃Fe. Estas fases intermetálicas e, principalmente a metaestável Al₆Fe, são responsáveis pela significativa melhora das propriedades da liga Al-Fe, tais como a redução da rugosidade, o aumento da resistência à corrosão e da dureza, do refinamento da microestrutura, onde partículas do intermetálico Al₆Fe estão finamente dispersas na matriz de Al, com uma morfologia em formas de placas orientadas na direção do fluxo de extração calor, conforme relato de Goulart et al. (2009a, 2009b) e Bertelli et al. (2011).

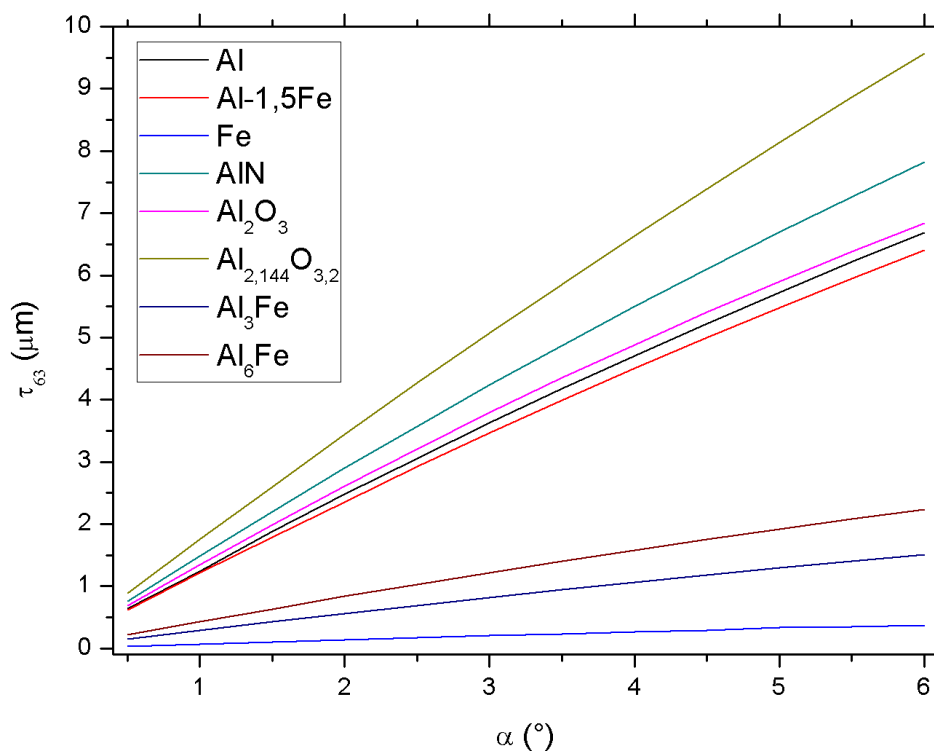
Tabela 15 – Cálculos das profundidades de penetração τ_{63} (em μm) da radiação Cu K α incidente no material tratado por RSL para as fases não identificadas no difratograma, mas previstas para o sistema Al-Fe (KATTNER; BURTON, 1992; ALLEN et al., 1998).

Fases / 2θ	Ângulo de incidência (α)											
	0,5°	1,0°	1,5°	2,0°	2,5°	3,0°	3,5°	4,0°	4,5°	5,0°	5,5°	6,0
Al ₃ Fe / 43,14°	0,146	0,288	0,427	0,562	0,693	0,821	0,945	1,065	1,182	1,295	1,404	1,512
Al ₆ Fe / 42,40°	0,217	0,429	0,634	0,835	1,030	1,219	1,402	1,581	1,753	1,921	2,083	2,240

Fonte: O autor.

A Figura 43 mostra o gráfico das profundidades de penetração (em μm) da radiação Cu K α incidente no material tratado por RSL em função do ângulo rasante para as principais fases identificadas e não identificadas nos difratogramas. Os dados utilizados para construção deste gráfico foram extraídos das Tabela 13, Tabela 14 e Tabela 15.

Figura 43 – Mostra o gráfico as profundidades de penetração (em μm) da radiação Cu K α incidente no material tratado por RSL em função do ângulo rasante para as principais fases identificadas e não identificadas no diagrama. Dados coletados por meio da Tabela 13, Tabela 14 e Tabela 15.



Fonte: O autor.

Pode-se observar na Figura 43, que a fase Al₃Fe sofre menor penetração de raios X que a fase Al₆Fe. Verifica-se também que esta fase possui o segundo maior coeficiente de absorção mássico e a segunda maior densidade estando presente na composição desta liga, ficando atrás apenas do Fe que possui a maior densidade e o maior coeficiente de absorção mássico (Figura 43). No gráfico acima (Figura 43), observa-se que as fases com maior coeficiente de absorção mássico são menos penetradas pela radiação raios X que as outras, isso implica diretamente na magnitude do caminho ótico percorrido pelo feixe na superfície do material. Sendo assim, utilizando uma mesma radiação para materiais com mais de uma fase o

difratograma resultante será proveniente de várias profundidades com contribuições relativas específicas de cada fase envolvida.

6 CONCLUSÃO

No estudo microestrutural da região tratada, tanto para a camada tratada, quanto para as trilhas isoladas, a zona fundida mostrou-se mais homogênea e refinada, com menos rugosidade, apresentando maior dureza que a parte não fundida. A zona de transição entre a poça fundida e o substrato (ZAC) apresentou dureza um pouco menor que o centro da poça. As regiões tratadas para trilhas isoladas, nas velocidades de 20 mm/s apresentou um abaulamento na superfície, entretanto o abaulamento não foi observado para velocidades maiores. Também para baixas velocidade de varredura foi mais evidente a presença da zona afetada pelo calor (ZAC). Para maiores velocidades de varredura do feixe laser a região fundida foi mais homogênea e mais refinada, bem como apresentou menor rugosidade e redução de microporos. Na zona de transição fundida/substrato (zona afetada termicamente) foi observada a estrutura de grãos alongados perpendiculares à zona de transição fundida/substrato, ocupando maior área para baixas velocidades. A poça de fusão gerada em velocidade de varredura do feixe laser mais altas possui dimensão menor que a poça gerada em velocidade mais baixa. A poça de 60 mm/s apresentou a maior largura em relação a altura, sendo a poça de 40 mm/s mais estável e a de 20 mm/s com a maior altura em relação à largura.

No estudo do perfil de fases formadas em função da profundidade da camada tratada em amostras da liga Al-1,5%Fe tratadas por RSL usando a difração de raios X com ângulo de incidência rasante (DRXIR) para vários ângulos de incidência, variando-se os ângulos de incidência observou-se a presença de fases metaestáveis, por exemplo, Al, AlN, óxidos de alumínio e Fe, sendo a fase Al com os picos mais intensos. Estas fases também foram observadas para ângulos de incidência maiores, mas, porém com o Fe e o AlN sendo os de picos mais intensos. O N mostrou-se em maior concentração na amostra de camada tratada em modo de sobreposição de trilhas, confirmada pela análise de EDS. Deste modo, as características morfológicas e químicas do material base (substrato) e do material tratado por RSL foi completamente alterado.

As vantagens do emprego da técnica de RSL são muitas, mediante este estudo mostrou a presença de fases metaestáveis a amostra tratada, como os óxidos e os nitretos, sendo estas fases propiciam a zona tratada mais homogênea,

refinada e de alta dureza. Devido a esta característica estes materiais tratados pela técnica RSL podem ser considerados inovadores que podem ser usados em maquinarias e equipamentos destinados a indústria aeronáutica, eletrônica e automobilística.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Realizar a dissolução parcial da matriz alumínio a fim de revelar as fases intermetálicas;
2. Fazer à análise de DRXIR, estudando o perfil de fases em relação à profundidade, na amostra tratada pela técnica de revelação de intermetálicos;
3. Realizar a RSL utilizando gases de proteção para verificar a efetividade do processo;
4. Fazer uma comparação do material tratado a laser com a mesma liga anodizada;
5. Fazer o refinamento da estrutura pelo Método de Rietveld.

REFERÊNCIAS

ALS-NIELSEN, J.; MCMORROW, D. **Elements of modern X-ray physics**. John Wiley & Sons, 2011.

ALLEN, C. M. et al. Intermetallic phase selection in 1XXX Al alloys. **Progress in Materials Science**, v. 43, p. 89-170, 1998.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL). **Fundamentos e Aplicações do Alumínio**. São Paulo: ABAL maio 2007. 69p. Disponível em <<http://www.abal.org.br/biblioteca/publicacoes/fundamentos-e-aplicacoes-do-aluminio/>>. Acesso em 26 jun. 2013.

ATKINS, P.; PAULA, J. de. **Físico-química**. v. 1. 8ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. p. 589.

BERTELLI, F. **Simulação numérica e análise experimental do tratamento superficial por refusão a laser de uma liga Al-Fe**. 2009, 80 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

BERTELLI, F. et al. Laser remelting of Al–1.5wt.%Fe alloy surfaces: numerical and experimental analyses. **Optics and Lasers in Engineering**, v. 49, p. 490-497, 2011.

BIAN, H. et al. Alumina-titania ceramics prepared by microwave sintering and conventional pressure-less sintering. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 525, p. 63-67, 2012.

BIRKHOLZ, M. **Thin film analysis by X-ray scattering**. Weinheim: Wiley-VCH, p. 356, 2006.

BOUROUSHIAN, M.; KOSANOVIC, T. **Characterization of Thin Films by Low Incidence X-Ray Diffraction**. Journal of Crystal Structure Theory and Applications, v. 1, 35-39, 2012.

BOROWSKI, J.; BARTKOWIAK, K. Investigation of the influence of laser treatment parameters on the properties of the surface layer of aluminum alloys. **Physics Procedia**, v. 5, p. 449-456, 2010.

CAI, Y.; PAN, Y.; XUE, J.; SU, G.; Surficial phase-identification and structural profiles from weathered natural pyrites: A grazing-incidence X-ray diffraction study. **Applied Surface Science**, n. 255, p. 4066-4073, 2009.

CALLISTER Jr, W. D. **Materials Science and Engineering: An Introduction**, 7th edition, John Wiley & Sons, Inc., United States of America, 2007.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica: Estrutura e propriedades das ligas Metálicas**. v. 1. 2 ed. São Paulo: McGraw-Hill, p. 266, 1986.

CHEN, Z.; PRUD'HOMME, N.; WANG, B.; JI, V.; **Residual stress gradient analysis with GIXRD on ZrO₂ thin films deposited by MOCVD**, Surface and Coatings Technology, n. 206, p. 405-410, 2011.

CHONG, P. H. et al. Large area laser surface treatment of aluminium alloys for pitting corrosion protection. **Applied Surface Science**, v. 208-209, p. 399-404, 2003.

CULLITY, B. D. **Elements of x-ray diffraction**, 2nd edition, Addison-Wesley, Reading, Mass., 1978.

CULLITY, B. D; STOCK, S. R. **Elements of x-ray diffraction**, 3rd edition, Addison-Wesley, Reading, Mass., 2001.

DAUDT, N. F. **Influência dos parâmetros de processo na deposição de nitreto de titânio por plasma em gaiola catódica**. 2012. 122 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia dos Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal. 2012.

DOVE, J. E.; FROST, J. D.; DOVE, P. M. Geomembrane microtopography by atomic force microscopy. **Geosynthetics International**, v. 3, p. 227-245, 1996.

DOWS, R. T.; HALL-WALLACE, M. The American Mineralogist Crystal Structure Database. **American Mineralogist**, v. 88, p. 247-250, 2003. Disponível em: <<http://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php>>. Acesso em 30 mar. 2015.

EASTWOOD, D. S. **Grazing Incidence X-ray Scattering from Magnetic Thin Films and Nanostructures**. 2009. 215 f. Tese (Doutorado em Filosofia), Universidade de Durham. Reino Unido. 2009. Disponível em: <<http://etheses.dur.ac.uk/27/>>. Acesso em: 29 out. 2014.

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. 2 ed. Campinas: UNICAMP, 2007. 400 p.

GAŚIOR, W.; DEBSKI A.; MOSER, Z. Formation enthalpy of intermetallic phases from Al-Fe system measured with solution calorimetric method. **Intermetallics**, n. 24, 2012, p. 99-105.

GOULART, P. R. et al. Cellular Growth During Transient Directional Solidification of Hypoeutectic Al-Fe Alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 470, p. 589-599, 2009a.

GOULART, P. R. et al. Investigation of Intermetallics in Hypoeutectic Al-Fe Alloys by Dissolution of the Al Matrix Intermetallics. **Journal of Alloys and Compounds** v. 17, p. 753-761, 2009b.

GOULART, P. R. **Caracterização da microestrutura de solidificação de ligas Al-Fe e correlação com propriedades mecânicas**. 2010, 160f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2010.

GREMAUD, M.; CARRARD, M.; KURZ, W. The microstructure of rapidly solidified Al-Fe alloys subjected to laser surface treatment, **Acta Metallurgica et Materialia**, v.38, n.12, p.2587-2599, 1990.

GRUM, J.; STURM, R. A new experimental technique for measuring strain and residual stresses during a laser remelting process. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 147, n. 3, p. 351-358, 2004.

GRUM, J.; STURM, R. SUŠNIK, J. Influence of Laser Surface Remelting on Al-Si Alloy Properties. **Journal of Mechanical Engineering**, v. 58, n. 10, p. 614-620, 2012.

FINGER, L. W.; HAZEN, R. M. Crystal structure and compression of ruby to 46 kbar. **Journal of Applied Physics**, v. 46, n. 9. 5823-5826, 1978. Disponível em <<http://bdec.dotlib.com.br/>>. Acesso em: 30 mar. 2015.

HATCH, J. E. Properties of pure aluminum. In: Aluminum Properties and Physical Metallurgy. Ohio, ASM International, 1984, p. 1-24.

HENKE, B. L.; GULLIKSON, E. M.; DAVIS J. C. *X-ray interactions: photoabsorption, scattering, transmission, and reflection at E=50-30000 eV, Z=1-92*. **Atomic Data and Nuclear Data Tables**, v. 54, n. 2, p. 181-342, 1993. Disponível em: <<http://www.cxro.msd.lbl.gov/>>. Acesso em: 29 out. 2014.

INSTITUTE NATIONAL OF STANDARDS AND TECHNOLOGY – NIST. **XCOM**: Photon Cross Sections Data Base. Disponível em <<http://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/html/xcom1.html>>. Acesso em: 03 ago. 2014.

KALITA, S. J. Microstructure and corrosion properties of diode laser melted friction stir weld of aluminum alloy 2024 T351. **Applied Surface Science**, v. 257, n. 9, p. 3985-3997, 2011.

KATTNER, U. R.; BURTTON, B. P., Binary alloy diagrams. In: ASM HANDBOOKS. Alloy Phase Diagrams. Ohio, ASM International, 1992. v. 3, p. 44.

LEE, J. D. **Química inorgânica não tão concisa**. 8 ed.; tradução da 5 ed. Inglesa; Henrique E. Tomas, Koiti Araki, Reginaldo C. Rocha – São Paulo: Blucher, 2009.

LIMA, S. C. **Desenvolvimento de um sistema de nitretação a plasma e investigação da influência da temperatura e composição da atmosfera na nitretação da liga Ti-6Al-4V**. 2010, 95 f. Dissertação (Mestrado em Física). Instituto de Física. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2010.

LOW, M. **Determinação do estágio inicial da recristalização em ligas de alumínio por difração de raios X**. 2000, 113 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear - Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

MAILLET, H. **O laser**: princípios e técnicas de aplicação. São Paulo: Manole, 1987.

MAJUMDAR, J. D.; MANNA, I. Laser processing of materials. **Sadhana**, v. 28, n. 3-4, p. 495-562, 2003.

MAJUMDAR, D.; MANNA, I. Laser material processing. **International Materials Reviews**, 2011, v. 56, n. 5-6, p. 341-388.

MICENE, K. T. **Caracterização, estudo do comportamento eletroquímico e simulação numérica da liga hipereutética Al-2%Fe tratadas por refusão a laser**. 2014, 136 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências de Materiais). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2014.

MONDOLFO, L. F. **Aluminum alloys: structure and properties**. 9. ed. London: Butterworths, 1976, p. 971.

OLIVEIRA, J. C. P. T. de. **Evolução da Microestrutura e da Textura Durante a Laminação a Frio e a Recristalização do Alumínio com Diferentes Níveis de Pureza**. 2009, 261 f. Tese (Doutorado em Engenharia). Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

OLIVEIRA, A. C. **Soldagem de alumínio estrutural aeronáutico utilizando laser a fibra de alta potência**. 2011, 152 f. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica), Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2011.

PARIONA, M. M. et al. Yb-fiber laser beam effects on the surface modification of Al-Fe aerospace alloy obtaining weld fillet structures, low fine porosity and corrosion resistance. **Surface & Coatings Technology**, v. 206, p. 2293–2301, 2012a.

PARIONA, M. M. et al. AFM study of the effects of laser surface remelting on the morphology of Al-Fe aerospace alloys. **Materials Characterization**, v. 74, p. 64-76, 2012b.

PARIONA, M. M. et al. Influence of laser surface treated on the characterization and corrosion behavior of Al-Fe aerospace alloys. **Applied Surface Science**, v. 276, p. 76-85, 2013.

PODSKOCOVA, J. et al. Characterization of polyelectrolyte microcapsules by confocal laser scanning microscopy and atomic force microscopy. **Laser Physics**, v. 15, p. 545-551, 2005.

PECHARSKY, V. K.; ZAVALIJ, P. Y. **Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials**. New York: Springer, 2005. 713 p.

PINTO, M. A. et al. Microstructural and hardness investigation of an aluminum-cooper alloy processed by laser surface melting. **Materials Characterization**, v. 50, p. 249-253, 2003.

RAMS, J. et al. Surface treatment of aluminum matrix composites using a high power diode laser. **Surface and Coatings Technology**, v. 202, p. 1199-1203, 2007.

RENAUD, G.; LAZZARI, R.; LEROY, F. Probing surface and interface morphology with grazing incidence small angle x-ray scattering. **Surface Science Reports**. v. 64, p. 255-380, 2009.

SILVA, A. L. V. da; BOARI, J. L.; TABELINI, S. R. Resistividade Elétrica: Ensaio de cobre recozido conforme a norma International Annealed Copper Standard (IACS). **Metrologia & Instrumentação**, São Paulo, p. 84-86, jul. 2010. Disponível em: <<http://banasmetrologia.com.br/wp-content/uploads/2012/02/Resistividade-EI%C3%A9trica.pdf>>. Acesso em: 30 mar. 2015.

SILVA, L. V. **Estudos dos mecanismos envolvidos em processos de endurecimento superficial a laser de ligas a base de alumínio**. 2011. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear - Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

SIMEONE et al. Grazing incidence X-ray diffraction for the study of polycrystalline layers. **Journal of Thin Solid Films**, v. 530, p. 9-13, 2013.

SINGH, M.; LOW, I. M.; Depth-profiling of phase composition and preferred orientation in a graded alumina/mullite/aluminum-titanate hybrid using X-ray and synchrotron radiation diffraction, **Materials Research Bulletin**, n. 37, p.1279-1291, 2002.

SOUZA, S. A. **Ensaaios Mecânicos de Materiais Metálicos**. Edgard Blucher LTDA, 3ª ed, 1974.

STEEN, W. M. **Laser material processing**. London: Springer-Verlag, 1996.

SUNDMANN, B. et al. An assessment of the entire Al-Fe system including D03 ordering. **Acta Materialia**, v. 57, p. 2896-2908, 2009.

TELEGINSKI, V. **Resistência à corrosão e simulação numérica da temperatura e tensões induzidas na refusão superficial a laser da liga aeroespacial Al-1,5%Fe**. 2012, 93 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências de Materiais). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2012.

THE CENTER FOR X-RAY OPTICS - CXRO. **X-Ray The Properties of the Elements**. Disponível em: <http://henke.lbl.gov/optical_constants/pert_form.html>. Acesso em: 29 out. 2014.

VOLLSTÄDT, H. et al. High Pressure Synthesis of Rocksalt Type of AlN. **Proc. Japan Acad**, v. 66, Ser. B, p. 7-9, 1990. Disponível em < <http://bdec.dotlib.com.br/>>. Acesso em: 30 mar. 2015.

ZHOU, R.-S.; SNYDER, R. L. Structures and transformation mechanisms of the η , γ , and θ transition aluminas. **Acta Crystallographica**, Section B 17, p. 617-630, 1991. Disponível em <<http://bdec.dotlib.com.br/>>. Acesso em: 30 mar. 2015.

YAO, Y. et al. Microstructural evolution and mechanical properties of Ti–Zr beta titanium alloy after laser surface remelting. **Journal of Alloys and Compounds**. v. 583 p. 43-47, 2014.

YILBAS, B. S. et al. Laser treatment of aluminum surface: analysis of thermal stress field in the irradiated region. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, p.77-88, 2009.

WATKINS, K. G.; MCMARRON, M. A.; STEEN, W. M. Microstructure and corrosion properties of laser surface processed aluminum alloys: a review. **Materials Science and Engineering**, v. 231, p. 55-61, 1997.

WULFF, H.; QUAAS, M.; STEFFEN, H.; Investigation of plasma deposited ITO films by GIXR and GIXRD, **Thin Solid Films**, n. 355-356, p. 395-400, 1999.