



KAIO NIITSU CAMPO

Uso da Extrusão em Canal Angular na Produção da Liga A356 para Tixoconformação

**CAMPINAS
2014**



UNICAMP

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

KAIO NIITSU CAMPO

Uso da Extrusão em Canal Angular na Produção da Liga A356 para Tixoconformação

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, na Área de Materiais e Processos de Fabricação.

Orientador: Prof. Dr. Eugênio José Zoqui

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO
FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELO
ALUNO KAIO NIITSU CAMPO E ORIENTADA
PELO PROF. DR. EUGÊNIO JOSÉ ZOQUI.


.....
ASSINATURA DO ORIENTADOR

**CAMPINAS
2014**

Ficha Catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura
Rose Meire da Silva - CRB 8/5974

C157u

Campo, Kaio Niitsu, 1988-

Uso da extrusão em canal angular na produção da liga A356 para tixoconformação / Kaio Niitsu Campo. – Campinas, SP: [s.n.], 2014.

Orientador: Eugênio José Zoqui.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Ligas de alumínio. 2. Fundição. 3. Ligas de alumínio – Deformação. 4. Recristalização. I. Zoqui, Eugênio José, 1965-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Using of equal channel angular pressing for the production of A356 alloy for thixoforming

Palavras-chave em inglês:

Aluminum alloys

Casting

Aluminum alloys – Deformation

Recrystallization

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora:

Eugênio José Zoqui [Orientador]

Rubens Caram Junior

Estéfano Aparecido Vieira

Data da defesa: 24/02/2014

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Mecânica

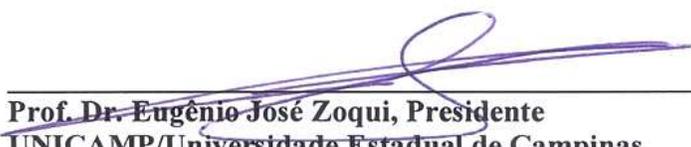
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MANUFATURA E
MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

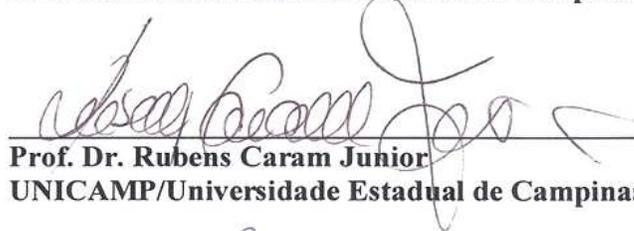
Uso da Extrusão em Canal Angular na
Produção da Liga A356 para Tixoconformação

Autor: Kaio Niitsu Campo
Orientador: Eugênio José Zoqui

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



Prof. Dr. Eugênio José Zoqui, Presidente
UNICAMP/Universidade Estadual de Campinas



Prof. Dr. Rubens Caram Junior
UNICAMP/Universidade Estadual de Campinas



Prof. Dr. Estéfano Aparecido Vieira
IFES/Instituto Federal do Espírito Santo

Campinas, 24 de fevereiro de 2014.

Aos meus pais, Luiz e Silvana.

Agradecimentos

Este trabalho não seria possível sem a colaboração e disposição de várias pessoas. Por isso, gostaria de expressar toda a minha gratidão e apreço por aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para a conclusão de mais uma etapa da minha vida

Primeiramente, agradeço a Deus pela força dada em todos os momentos da minha vida.

Ao Prof. Dr. Eugênio José Zoqui por ter me recebido na UNICAMP e orientado esta dissertação com perspicácia e paciência. Também sou grato pela liberdade de ação que foi decisiva para que este trabalho contribuísse para meu desenvolvimento intelectual e pessoal.

Aos professores da FEM que fizeram parte da minha formação. Em especial, gostaria de agradecer aos professores Sérgio Button e Marcos Akira pelo incentivo, discussões e inestimáveis contribuições ao trabalho.

Aos técnicos de laboratório Eduardo, Fábio, José Luiz, Miro e Zelaya pela ajuda imprescindível na realização de experimentos.

À Claudenete Vieira Leal pelo suporte e paciência com os ensaios de EBSD.

Aos companheiros de laboratório Bruna, Cássia, Davi, Gabriela, Lyah, Lucas, Rodolfo, Tomais e Vanderlei pela amizade, discussões e auxílio na parte experimental.

Ao Marcelino pela amizade, convivência e apoio.

Aos meus amigos de longa data e àqueles que tive a oportunidade de conhecer na UNICAMP por tornarem tudo mais fácil.

A minha família, em especial aos meus pais pelo apoio e amor incondicional.

À Luciana pelo carinho, paciência e compreensão.

À CAPES pelo apoio financeiro.

*“No meio da dificuldade encontra-se
a oportunidade.”*

Albert Einstein

Resumo

Este trabalho investigou o uso da extrusão em canal angular (ECA) na produção de matéria-prima para tixoconformação visando à obtenção de uma rota simples e eficiente na formação de microestruturas globulares. Para tanto, uma liga de alumínio A356 foi submetida a um único passe ECA e, em seguida, reauecida ao estado semissólido a 580°C. Dessa forma, pôde-se determinar a evolução morfológica e os mecanismos envolvidos na formação da pasta metálica, a influência do tratamento isotérmico na evolução microestrutural no estado semissólido, o comportamento de deformação durante a compressão a quente e o comportamento mecânico em tração do material tixoconformado. Os resultados indicaram que apenas um passe ECA foi suficiente para gerar uma pasta metálica refinada e globular apenas com o reauecimento da matéria-prima. O engrossamento da microestrutura durante o tratamento isotérmico foi controlado principalmente pelo mecanismo de *Ostwald ripening*, fato comprovado pelo baixo valor da constante taxa de engrossamento K, o que mostrou a estabilidade dessa pasta no estado semissólido. As amostras exibiram comportamento tixotrópico típico com baixos valores de viscosidade aparente, na faixa de 10^2 a 10^3 Pa.s para as taxas de cisalhamento testadas. Por fim, as amostras tixoconformadas apresentaram valores de ductilidade e resistência à tração superiores aos das amostras fundidas e deformadas por um passe ECA.

Palavras-chave: Metal Semissólido; Tixoconformação; Extrusão em Canal Angular – ECA; Liga de Alumínio A356.

Abstract

This work investigated the use of equal channel angular pressing (ECAP) for the production of raw materials for thixoforming in order to obtain a simple and efficient processing route to generate globular microstructures. Therefore, an A356 aluminum alloy was processed by one ECAP pass, and then reheated to the semisolid state up to 580°C. Thus, it was possible to determine the morphological evolution and mechanisms involved in the formation of the semisolid slurry, the influence of isothermal treatment on microstructural evolution in the semisolid state, the deformation behavior during hot compression tests and the tensile properties of the thixoformed material. The results indicated that a single ECAP pass was sufficient to promote a refined and globular semisolid slurry. Microstructure coarsening during the isothermal treatment was mainly controlled by Ostwald ripening, which was verified by the low rate constant K , showing the stability of the reheated material in the semisolid state. The samples exhibited typical thixotropic behavior with low apparent viscosity ranging from 10^2 to 10^3 Pa.s over the applied shear rates. Finally, the thixoformed samples exhibited values of ductility and tensile strength superior to the as-cast and ECAPed samples.

Keywords: Semisolid Metal; Thixoforming; Equal Channel Angular Pressing – ECAP; A356 Aluminum Alloy.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1. Objetivos.....	2
2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	4
2.1. Processamento semissólido de ligas metálicas	4
2.2. Tixoconformação	5
2.3. Microestrutura de pastas metálicas	8
2.4. Reologia de pastas metálicas	10
2.4.1. Compressão entre placas paralelas	12
2.5. Obtenção da morfologia globular na tixoconformação	14
2.5.1. Processamento durante a solidificação	15
2.5.2. Processamento posterior à solidificação.....	16
2.6. Evolução microestrutural durante o reaquecimento e tratamento isotérmico.....	17
2.7. Método SIMA	21
2.8. Deformação por extrusão em canal angular (ECA).....	26
2.8.1. Influência da rota de processamento	27
2.8.2. Influência do ângulo entre os canais da matriz.....	32
2.8.3. Influência da temperatura e velocidade de deformação	35
2.9. Uso da deformação ECA na produção de matéria-prima para tixoconformação	36
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	38
3.1. Material.....	39
3.2. Produção de lingotes.....	40
3.3. Deformação ECA.....	40
3.4. Caracterização via DSC e Thermo-Calc®	45
3.5. Reaquecimento ao estado semissólido e tratamento isotérmico	45
3.6. Compressão entre placas paralelas.....	47
3.7. Ensaio de tração	48
3.8. Microscopia óptica.....	49

3.9. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	51
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
4.1. Evolução morfológica.....	52
4.1.1. Estrutura fundida	52
4.1.2. Estrutura deformada	53
4.1.3. Reaquecimento ao estado semissólido	55
4.2. Mecanismos de formação da pasta metálica.....	56
4.2.1. Recristalização durante o reaquecimento	56
4.2.1.1. Análise qualitativa	56
4.2.1.2. Análise quantitativa	64
4.2.2. Formação do líquido durante o reaquecimento	69
4.3. Efeito do tratamento isotérmico.....	78
4.4. Comportamento reológico	91
4.5. Comportamento mecânico em tração.....	98
5 CONCLUSÕES.....	105
6 SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS	107
Referências Bibliográficas.....	108

1 INTRODUÇÃO

Tixoconformação é um processo tecnológico que envolve a conformação de ligas metálicas no estado semissólido. O interesse por esse processo é justificado pelas inúmeras vantagens que se pode obter frente aos métodos convencionais de fabricação: menor turbulência durante o preenchimento de matrizes, menor contração durante a solidificação, maior vida útil de matrizes e ferramental, menores cargas envolvidas, entre outros (HIRT e KOPP, 2009).

A primeira constatação de que era possível trabalhar uma liga parcialmente solidificada data da década de 1970. No decorrer de seu doutorado, Spencer (FLEMINGS, RIEK e YOUNG, 1976; FLEMINGS, 1991) percebeu que uma agitação vigorosa durante a solidificação afetava significativamente a morfologia dendrítica da liga. A agitação causa a quebra dos ramos dendríticos de forma que a microestrutura no estado semissólido consista de uma fase primária globular, ou quase-globular, envolta por uma fase líquida que age como lubrificante. Essa microestrutura peculiar faz com que a liga semissólida comporte-se como uma pasta tixotrópica.

Ligas que possuem a transformação sólido-líquido facilmente controlável e uma fase sólida residual formada por partículas de pequeno tamanho e formato globular são consideradas adequadas à tixoconformação. A composição química define a transformação de fase, enquanto a rota de processamento influencia o tamanho e a forma das partículas sólidas.

Atualmente, a morfologia globular pode ser obtida através de diversas rotas (FLEMINGS, 1991; ATKINSON, 2005; HIRT e KOPP, 2009). Uma delas envolve o tratamento termomecânico da matéria-prima, na qual a liga utilizada é deformada e, em seguida, reaquescida ao estado semissólido. Durante o reaquescimento, ocorre recristalização dos grãos deformados que tendem a se globularizar quando o líquido penetra seus contornos.

A deformação da matéria-prima pode ser feita por laminação, forjamento e extrusão. Porém, a homogeneidade e intensidade da deformação que podem induzir a cada passe são limitadas, estimulando o desenvolvimento e a aplicação de novos processos (ASHOURI, 2008;

MORADI, 2010). Recentemente, foram publicados bons resultados de pesquisas que utilizaram a extrusão em canal angular (ECA) em ligas de alumínio (ASHOURI, 2008; MORADI, 2010) e magnésio (CHEN, 2009; ZHAO, 2010) visando a tixoconformação.

O processo ECA foi inventado em 1972 na antiga União Soviética (SEGAL, 1999) e emergiu, na década de 90, como uma promissora técnica capaz de impor grandes deformações homogêneas, podendo gerar grãos ultrafinos em materiais metálicos (SEGAL, 1995; SENKOV, 2005).

A deformação no processo ECA ocorre em matrizes com canais de mesma seção transversal e que se encontram formando um determinado ângulo. Como a seção transversal das amostras mantém-se aproximadamente constante, o procedimento pode ser repetido várias vezes, o que permite maior controle da microestrutura e, conseqüentemente, das propriedades do material (SEGAL, 1995).

1.1. Objetivos

A busca por processos e rotas simples que facilitem a obtenção da morfologia globular tem sido um dos principais desenvolvimentos dos últimos anos no campo da tixoconformação (ZOQUI, PAES e ES-SADIQI, 2002; YAN, 2012; HAGHDADI, 2013; CAMPO, PRONI e ZOQUI, 2013). Nesse sentido, o presente projeto tem como objetivo geral contribuir para o desenvolvimento do uso do processo ECA na produção de matéria-prima para tixoconformação, pois esse ainda é um tema recente e pouco explorado.

Dentre os objetivos específicos, importantes para correlacionar as características do processo com as propriedades obtidas, podem-se citar: (i) determinação da evolução microestrutural durante o reaquecimento ao estado semissólido, e posterior tratamento isotérmico; (ii) determinação do comportamento viscoso da pasta metálica; e (iv) obtenção das propriedades mecânicas do material tixoconformado.

Para esse fim, a liga de alumínio A356 foi selecionada como objeto de estudo por ser amplamente experimentada na tixoconformação, permitindo comparar os resultados aqui obtidos com outros de trabalhos anteriores.

O presente trabalho testará a hipótese de que apenas um passe ECA é capaz de gerar uma pasta metálica com fase sólida globular e refinada.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1. Processamento semissólido de ligas metálicas

Atualmente o termo “processamento semissólido de ligas metálicas” designa uma família de processos tecnológicos do qual a tixoconformação faz parte. Tais processos utilizam o comportamento tixotrópico que o material com uma estrutura não dendrítica (globular) (Figura 2.1) exhibe no estado semissólido.

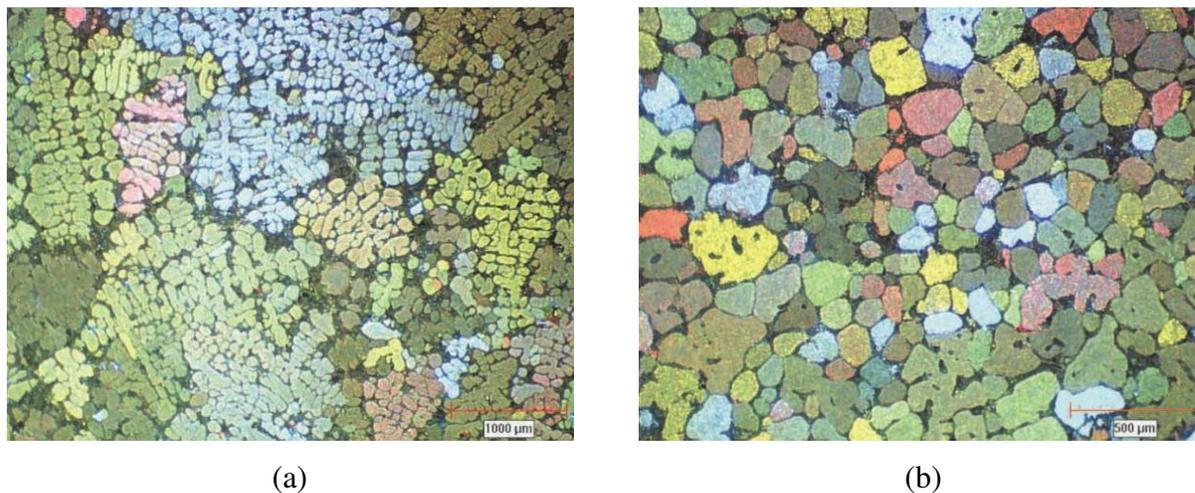


Figura 2.1: Fase primária com morfologia (a) dendrítica; e (b) globular (ZOQUI, 2002).

Em um material tixotrópico a viscosidade é dependente da taxa de cisalhamento e do tempo. Quando uma liga no estado semissólido (pasta metálica) está em repouso (sem cisalhamento), os glóbulos da microestrutura se aglomeram e com o tempo, a viscosidade aumenta. Por outro lado, se a pasta sofre cisalhamento, os aglomerados são desfeitos e a viscosidade diminui com o tempo. Como consequência, a pasta metálica pode ser manuseada como um sólido e, sob processamento, comporta-se como um fluido viscoso (ATKINSON, 2005). O experimento ilustrado na Figura 2.2 demonstra como uma pasta metálica pode ser facilmente deformada.

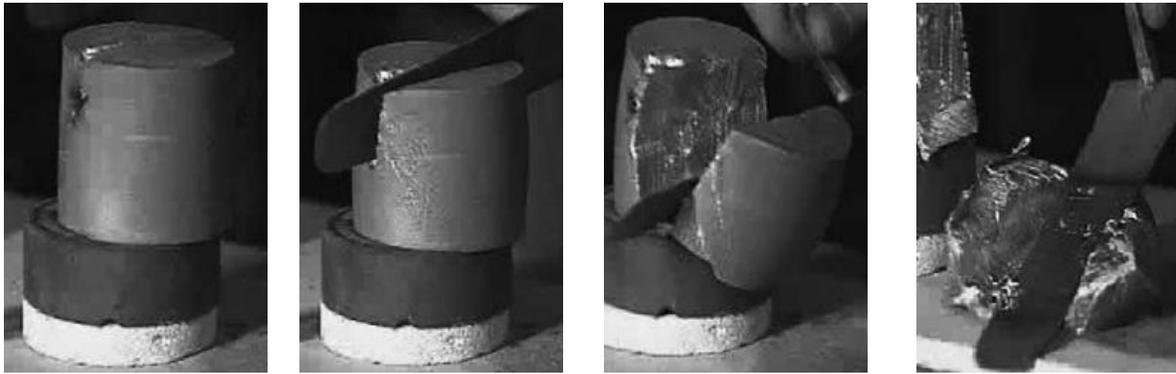


Figura 2.2: Sequência de fotografias mostrando o comportamento tixotrópico de uma pasta metálica (ATKINSON, 2005).

O processamento semissólido de metais tem sido amplamente aceito pela indústria como uma rota viável para a produção de componentes *near net-shape* de ligas de alumínio e magnésio (KAPRANOS, 2000). As indústrias de eletrônicos, aeroespacial e principalmente a automobilística já utilizam componentes fabricados por esse tipo de processamento. Kirkwood e colaboradores (2010) disponibilizam vários exemplos de aplicações, como partes de suspensão e direção, suportes para motores e bicos injetores de combustível para indústrias como Alfa Romeo, Fiat, Volkswagen e Audi. Além de componentes destinados à produção de eletrônicos, como *cases* para computadores, celulares e câmeras.

2.2. Tixoconformação

O estado semissólido de uma liga metálica pode ser obtido a partir do líquido ou do sólido. Diante disso, Flemings (1976) propôs duas rotas básicas conhecidas por: i) reofundição e ii) tixoconformação.

Reofundição designa o processo básico de solidificar não-dendriticamente uma liga até seu estado semissólido e, imediatamente em seguida, preencher um molde com o formato do componente desejado. Por outro lado, tixoconformação envolve a solidificação completa da matéria-prima tratada para posterior reaquecimento ao estado semissólido. Feito isso, dá-se a

conformação por vazamento, forjamento ou injeção, dando origem aos termos “tixofundição”, “tixoforjamento” e “tixoinjeção”, respectivamente (ATKINSON, 2005; HIRT e KOPP, 2009; KIRKWOOD, 2010). A Figura 2.3 ilustra essa classificação.

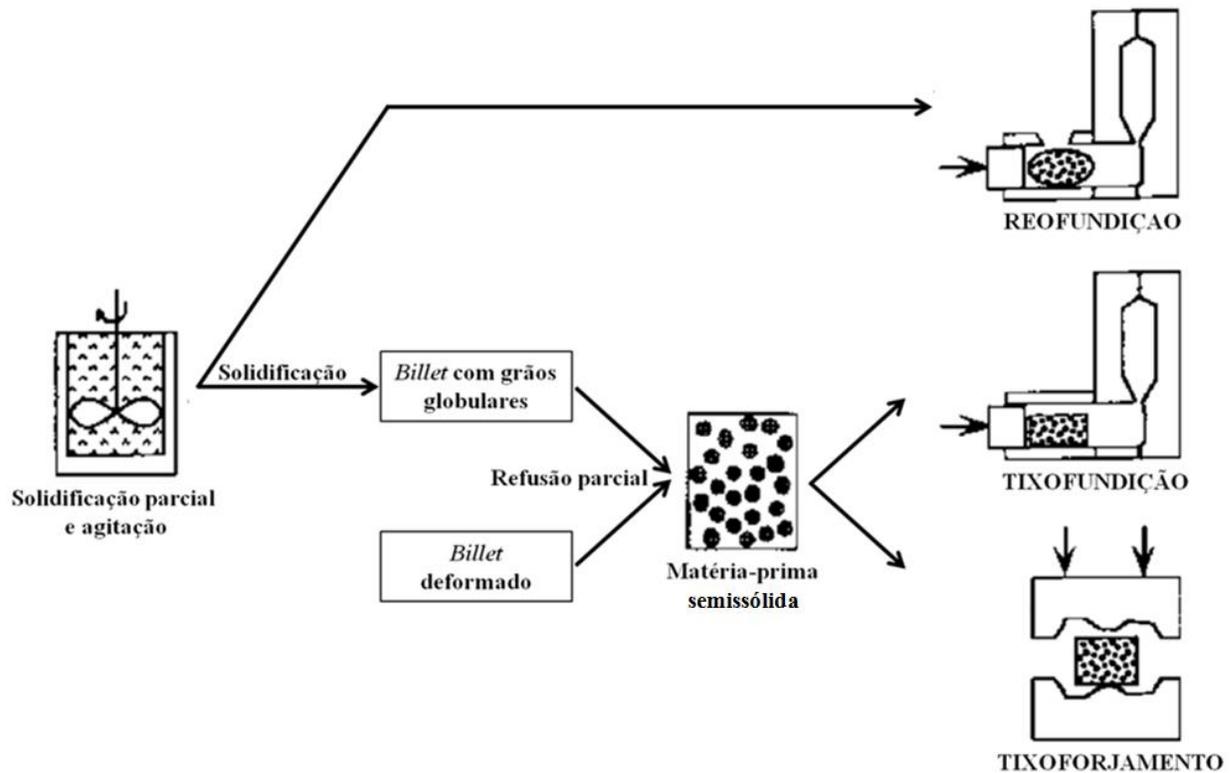


Figura 2.3: Diferentes rotas para o processamento de metais no estado semissólido (adaptado de ATKINSON, 2005).

A reofundição foi muito estudada nos estágios iniciais do desenvolvimento do processamento semissólido por Flemings e colaboradores, mas não tem sido a principal rota utilizada atualmente (KIRKWOOD, 2010). Isso se deve, em parte, ao fato que a tixoconformação é mais interessante do ponto de vista de processo, ou seja, industrialmente é mais simples. Uma empresa pode produzir a matéria-prima e outra realizar a conformação do componente ou peça. No caso da reofundição, a mesma empresa seria obrigada a produzir a matéria-prima e a peça final, o que requer domínio de todo um processo tecnológico, isto é, verticalização da produção, exigindo maiores investimentos e estrutura da empresa, levando a uma menor flexibilidade.

O potencial da tixoconformação como rota viável de fabricação pode ser visto quando comparada a processos convencionais de fabricação (HIRT e KOPP, 2009):

- Fundição: a alta viscosidade da pasta metálica resulta em menor turbulência no preenchimento do molde e menor aprisionamento de gás. A contração volumétrica é reduzida, gerando menor porosidade. Além disso, a menor temperatura do processo aumenta a vida útil de moldes permanentes e diminui o ciclo do processo.
- Forjamento: a tixoconformação requer cargas menores e ainda permite a produção de peças com geometrias mais complexas. Soma-se a isto a redução da usinagem devido à produção *near net-shape* característico da tixoconformação.

No entanto, como qualquer outro processo de manufatura, a tixoconformação também apresenta algumas desvantagens relacionadas principalmente ao seu desenvolvimento relativamente recente (ATKINSON, 2005; HIRT e KOPP, 2009):

- Alto custo da matéria-prima em vista de poucos fornecedores;
- Necessidade do controle acurado da temperatura, já que a fração líquida e a viscosidade no estado semissólido são fortemente dependentes da temperatura;
- Segregação de líquido devido ao aquecimento não uniforme pode resultar em composição também não uniforme no componente e;
- Propriedades mecânicas inferiores aos componentes feitos por conformação mecânica.

Como visto, a tixoconformação rivaliza com outros processos de fabricação. No entanto, é interessante frisar que essa tecnologia envolve e integra fundamentos de solidificação e deformação de tal forma que é, sob muitos aspectos, análogo tanto à fundição quanto à conformação plástica (LAPKOWSKI, 1998).

2.3. Microestrutura de pastas metálicas

Convencionalmente, estruturas tridimensionais são analisadas através de seções bidimensionais de micrografias. No entanto, um corte bidimensional de um único grão pode gerar entidades aparentemente isoladas que serão consideradas como diferentes grãos em uma análise metalográfica, não refletindo a real complexidade da fase sólida em uma pasta metálica (LOUÉ e SUÉRY, 1995).

Ito e colaboradores (1992) mostraram, por análise sequencial de camadas, a complexidade estrutural da fase primária em uma pasta metálica, na qual se verificam várias interconexões tridimensionais (Figura 2.4). Mais recentemente, análises por raios-X permitiram a observação *in situ* dessa intrincada rede de interconexões no estado semissólido (LIMODIN, 2007).

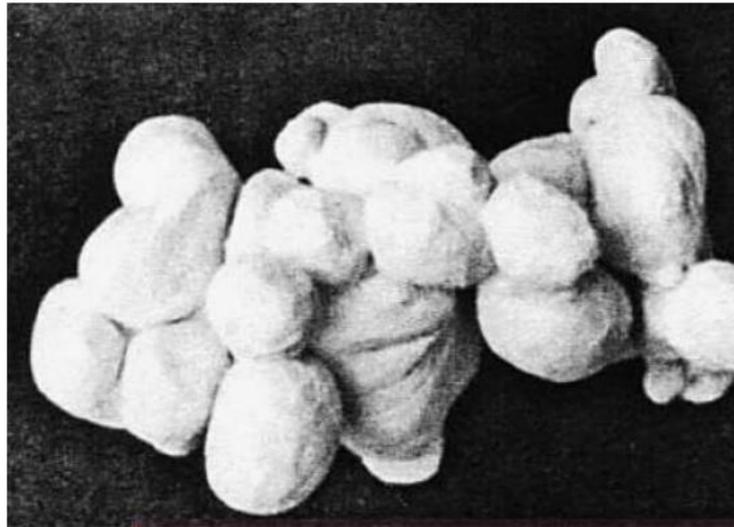


Figura 2.4: Interconexões tridimensionais na fase primária em uma liga Al-Si (ITO, FLEMINGS e CORNIE, 1992).

Portanto, para obter uma análise mais precisa da microestrutura de pastas metálicas, definem-se duas entidades estruturais quando esses materiais são estudados por microscopia óptica. A primeira é denominada “glóbulos” e corresponde a cada fase primária observada isoladamente em uma micrografia convencional (Figura 2.5a), não levando em conta, então, as

interconexões existentes. Por sua vez, a segunda entidade considera as interconexões entre os glóbulos, sendo denominada de “grão”.

Os grãos são determinados pela observação sob luz polarizada de amostras previamente anodizadas. Assim, distinguem-se os grãos através de suas diferentes orientações cristalográficas por meio de diferentes cores (Figura 2.5b). Dessa forma, assume-se que grãos adjacentes de mesma tonalidade pertençam a uma mesma estrutura e os de mesma tonalidade, porém mais distantes entre si, não (PRONI, 2010). Dessa forma, para que uma estrutura seja totalmente globular, o tamanho de grão e de glóbulo deve ser idêntico (ZOQUI, 2003).

A caracterização de ligas de alumínio para tixotrofia utilizando essas duas entidades estruturais tem se mostrado uma valiosa técnica (ZOQUI e ROBERT, 2001; ZOQUI, PAES e ES-SADIQI, 2002; ZOQUI, 2002; ZOQUI, PAES e ROBERT, 2004). A razão entre grão e glóbulo é importante para quantificar as interconexões na estrutura, já que estas têm efeitos deletérios no processamento semissólido, ou seja, modificam o comportamento reológico da pasta metálica aumentando sua viscosidade aparente.

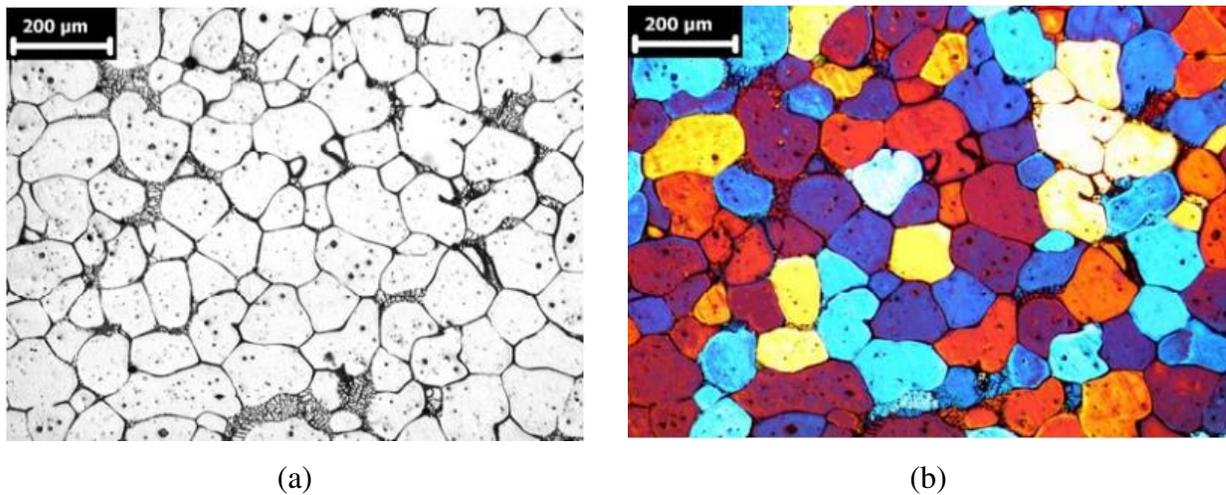


Figura 2.5: (a) Glóbulos; e (b) grãos de uma liga de alumínio AA2011 (PRONI, 2010).

2.4. Reologia de pastas metálicas

Com exceção de altas frações sólidas, o comportamento reológico de pastas metálicas tem sido descrito em termos de viscosidade (KIRKWOOD, 2010).

Viscosidade é uma propriedade usada para caracterizar o escoamento de fluidos. De maneira geral, a viscosidade reflete a maior ou menor facilidade de um fluido escoar. A definição formal dessa propriedade está relacionada com a Lei de Newton, ou seja, na experiência clássica de um fluido entre duas placas, a tensão de cisalhamento é diretamente proporcional à variação da velocidade ao longo da direção normal às placas, sendo a viscosidade a constante de proporcionalidade.

A tensão de cisalhamento é proporcional à taxa de cisalhamento em um fluido Newtoniano. Por sua vez, pastas metálicas são fluidos tixotrópicos (não-Newtonianos), ou seja, a tensão de cisalhamento não é proporcional à taxa de cisalhamento. Nesse caso, a viscosidade é denominada viscosidade aparente e dependente da taxa de cisalhamento, pressão, temperatura e tempo (ATKINSON, 2005).

A viscosidade aparente (ou simplesmente viscosidade) de um fluido tixotrópico diminui com o aumento da taxa de cisalhamento e tempo. Quando não há cisalhamento, com o tempo as partículas sólidas se aglomeram por sinterização e formam uma rede tridimensional, culminando em uma viscosidade alta. Nota-se que a aglomeração é favorável energeticamente pela diminuição da área superficial. Com a aplicação de cisalhamento, os aglomerados são desfeitos até que os glóbulos apresentem um tamanho médio proporcional ao cisalhamento aplicado. Consequentemente, a viscosidade cai e a pasta metálica pode ser conformada (HIRT e KOPP, 2009).

Na realidade, acredita-se que o cisalhamento influencia o balanço entre as taxas de construção e de colapso dos aglomerados de duas maneiras que se contrapõem. Aumentando o cisalhamento, aumenta a possibilidade do contato partícula-partícula, porém o tempo para a formação de um novo contorno diminui. Como a formação de um contorno demanda tempo, o

colapso dos aglomerados é a resultante do balanço entre as taxas de construção e colapso quando cisalhamento é aplicado no sistema (ATKINSON, 2005).

A viscosidade da pasta metálica também depende do tamanho e morfologia das partículas da fase primária e da quantidade de líquido. Em geral, quanto menores e mais próximas à forma de uma esfera forem essas partículas e maior a fração líquida efetiva (não considerando o líquido retido (líquido intragranular), Figura 2.6), menor será a viscosidade. A viscosidade no caso de partículas primárias com estrutura dendrítica é muito alta, pois estas formam um esqueleto rígido a frações sólidas tão baixas quanto 10% a 20% devido à alta quantidade de interconexões tridimensionais em sua estrutura (FLEMINGS, 1991), inviabilizando o seu processamento semissólido.

Os efeitos da taxa de cisalhamento e da fração líquida sobre a viscosidade podem ser observados na Figura 2.7.

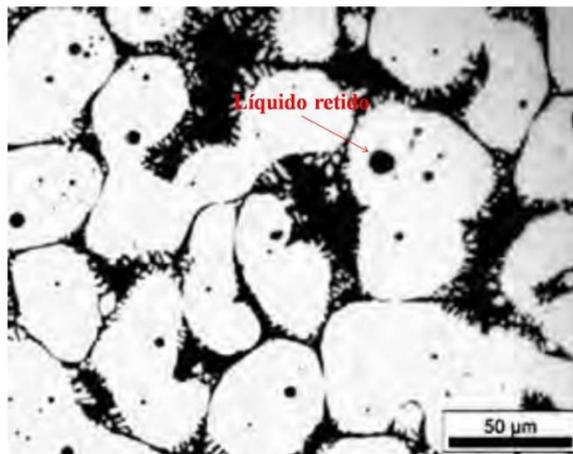


Figura 2.6: Líquido retido (*entrapped liquid*) nos glóbulos de uma liga A356 (HIRT e KOPP, 2009).

Muitos sistemas tixotrópicos exibem reversibilidade, os quais possuem uma viscosidade característica em regime permanente para determinadas taxas de cisalhamento e frações sólidas, independente do histórico de tensões do sistema. No entanto, em pastas metálicas, a evolução da forma e tamanho das partículas em função do tempo e agitação é irreversível. Isso significa que,

nesse caso, a viscosidade medida é dependente do histórico de temperaturas e de tensões do sistema (ATKINSON, 2005).

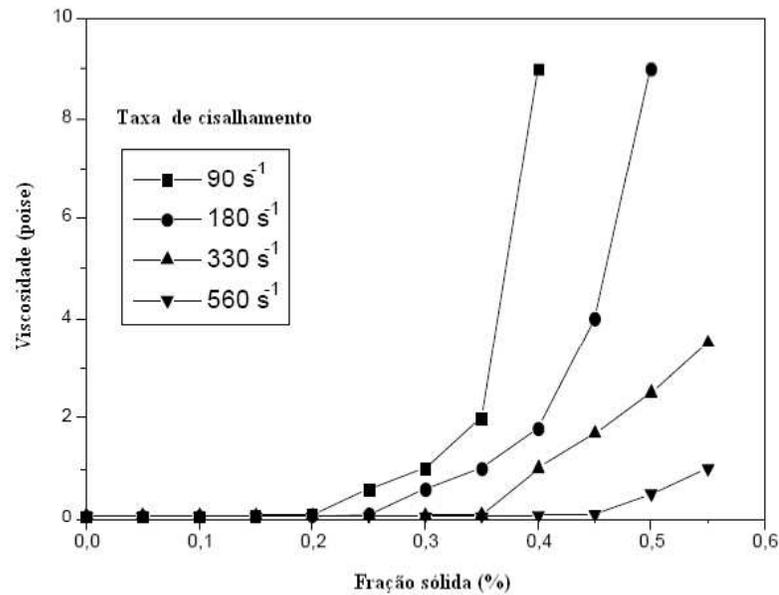


Figura 2.7: Viscosidade de uma liga Pb-15Sn em função da fração sólida e taxa de cisalhamento (adaptado de SPENCER, MEHRABIAN e FLEMINGS, 1972).

2.4.1. Compressão entre placas paralelas

Para a determinação do comportamento reológico de ligas parcialmente solidificadas, viscosímetros do tipo Couette têm sido utilizados desde a descoberta da tixotropia em sistemas metálicos (SPENCER, MEHRABIAN e FLEMINGS, 1972; FLEMINGS, RIEK e YOUNG, 1976). Os primeiros resultados reológicos fazem referência a esse viscosímetro, em que a liga, durante a solidificação, sofre cisalhamento entre dois cilindros concêntricos. No entanto, esses equipamentos determinam a viscosidade em condições tais que não são próximas às das verificadas na aplicação prática (não representam as operações de conformação).

Com relação a ligas parcialmente refundidas, vários métodos foram propostos. Kirkwood (2010) lista os principais: uso de viscosímetros capilares, compressão entre placas paralelas, extrusão direta e indireta e indentação.

O teste de compressão entre placas paralelas tem sido amplamente empregado devido a sua simplicidade. A respeito disso, Laxmanan e Flemings (1980) publicaram o primeiro trabalho completo, no qual derivaram equações para correlacionar a curva tensão *versus* deformação, que é extraída do ensaio, com a viscosidade aparente do material.

Trabalhando com ligas Al-Si-Mg e utilizando as equações apresentadas por Laxmanan e Flemings (1980), Paes e Zoqui (2005) reportaram viscosidades na faixa de $4 \cdot 10^5$ a $5 \cdot 10^6$ Pa.s para taxas de cisalhamento de 1 a 3 s^{-1} . Tais valores são equivalentes àqueles encontrados para se obter uma peça de vidro (FLEMINGS, 1991), mostrando que o material semissólido exibe alta conformabilidade.

Kang e colaboradores (1999) e Atkinson (2005) discutiram o mecanismo de deformação durante uma compressão rápida (Figura 2.8). No início do processo (de A até B), há aumento da tensão para quebrar os aglomerados e deformar o sólido inicialmente formado junto às placas. Com a continuação da deformação, há aumento da taxa de deformação, ou seja, do cisalhamento. Quanto maior o cisalhamento, menor os aglomerados, por isso a queda da tensão (região C). Concomitantemente a isso, há expulsão ou segregação do líquido para a superfície da amostra. Com a expulsão do líquido e o aumento de sólido resultante da solidificação do material perto das placas, a tensão volta a subir (de D até E).

Como dito, acredita-se que o pico em B está relacionado com o esqueleto tridimensional formado pela aglomeração das partículas sólidas. A altura desse pico diminui com a temperatura em vista da maior fração líquida e maior globularização da fase primária. Na prática, operações de tixoconformação com sucesso envolvem uma temperatura em que não haja pico, ou esse seja diminuto (ATKINSON, 2005).

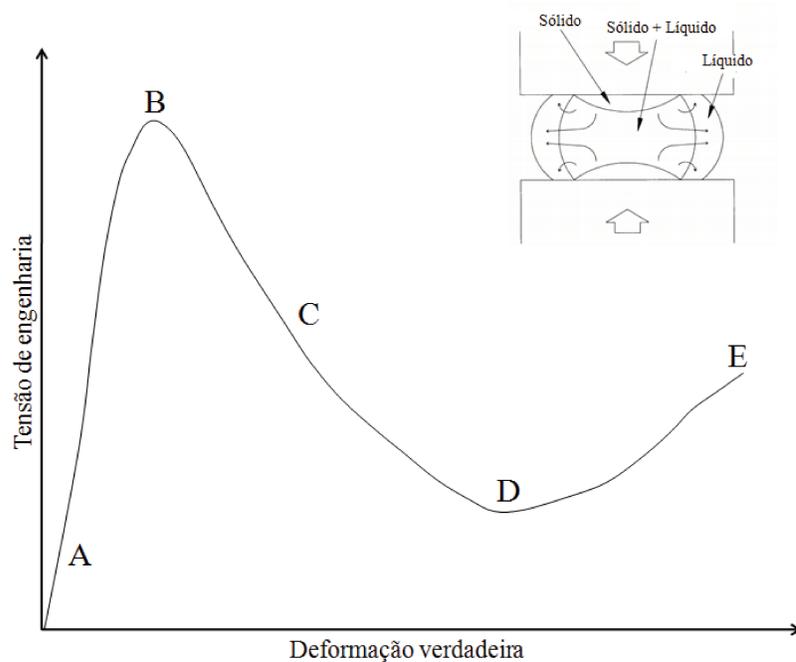


Figura 2.8: Curva típica de tensão-deformação e mecanismo de deformação durante a compressão rápida de pastas metálicas (adaptado de KANG, CHOI e KIM, 1999).

2.5. Obtenção da morfologia globular na tixoconformação

A morfologia globular da fase primária é primordial à tixoconformação. O desempenho das pastas metálicas durante o processamento é fortemente dependente de sua morfologia e tamanho (ZOQUI e ROBERT, 2001). Desse modo, compreender os mecanismos básicos de obtenção da fase primária permite estabelecer relações entre os parâmetros de processamento e a microestrutura final obtida.

Várias rotas de processamento foram propostas e testadas para alcançar microestruturas com morfologia globular para tixoconformação (CAMPO, PRONI e ZOQUI, 2013). Essas rotas baseiam-se no condicionamento da matéria-prima durante ou após a solidificação.

2.5.1. Processamento durante a solidificação

É fato que se um material, apresentando uma microestrutura não globular, for mantido isotermicamente no estado semissólido por um período de tempo razoável, as partículas irão se globularizar em vista da redução da energia superficial, ou seja, a globularização é um fenômeno energeticamente favorável (FAN, 2002). Dessa forma, a globularização parcial (formação de rosetas) durante a solidificação pode ser considerada suficiente, pois a tixoconformação requer um reaquecimento posterior, implicando na continuidade desse fenômeno na fase primária (ZOQUI, 2001).

O tratamento da matéria-prima durante a solidificação pode ocorrer através da manipulação da nucleação ou do crescimento do sólido. A interferência na nucleação visa promover uma intensa taxa de nucleação a fim de se obter um sólido com granulometria fina. Geralmente se promove uma nucleação extensiva no líquido através do uso de nucleantes (MOHANTY e GRUZLESKI, 1995), da aplicação de altas taxas de resfriamento (ANNAVARAPU e DOHERTY, 1995) e por meio de um estímulo dinâmico (DOBATKIN e ESKIN, 1996).

A interferência no crescimento se dá através de fortes correntes cisalhantes através de uma agitação vigorosa durante a solidificação. Essas correntes inibem ou suprimem o crescimento dendrítico por provocarem a separação de braços dendríticos da dendrita original (multiplicação cristalina) que, então, podem crescer isoladamente, dando origem a um único grão. Flemings (1991) aponta os principais mecanismos propostos para a multiplicação cristalina:

- Fratura dos braços dendríticos como resultado da força imposta pelo fluxo do líquido;
- Refusão das raízes dos braços dendríticos através do acúmulo de soluto (*ripening*) que é acelerado pelo fluxo do líquido. Esse fenômeno é intensificado pela turbulência gerada pela convecção térmica e tensão imposta ao braço devido ao dobramento que este sofre pela turbulência, ou ainda por uma maior concentração de soluto na região da raiz dendrítica;

- Recristalização devido à deformação imposta aos braços dendríticos. O líquido penetra os contornos dos novos grãos gerados que ficam na região da raiz dendrítica.

O mais provável é que todos os mecanismos acima ocorram simultaneamente, já que os mesmos não são excludentes entre si.

A agitação é o modo mais comum de impor correntes cisalhantes no líquido, tendo um papel fundamental na multiplicação cristalina e nos mecanismos de engrossamento. A ação da agitação na multiplicação cristalina vai além do desprendimento dos braços dendríticos e transporte dos mesmos para o interior do líquido, ela também é responsável pela redução dos gradientes térmicos no líquido, o que facilita a sobrevivência dos braços desprendidos. Além disso, por envolverem transferência de massa, os mecanismos de engrossamento também são favorecidos pela agitação.

Impõe-se agitação no líquido por diversas formas, dentre as quais se destacam a agitação mecânica e a agitação eletromagnética. A agitação de origem mecânica é caracterizada por um inconveniente que pode inviabilizar a sua aplicação: o contato direto do banho líquido com o agitador pode contaminar a liga. Diferentemente, as correntes elétricas induzidas pelo campo magnético promovem uma forte agitação sem o contato entre o agitador e o banho na agitação eletromagnética (VIVÉS, 1992). No entanto, a profundidade de aplicação do campo magnético é limitada, portanto, a espessura do lingote que se pode obter também é limitada. Além disso, a microestrutura final não é totalmente globular como a que se obtém por agitação mecânica, pois esta apresenta uma maior severidade na agitação (HIRT e ZILLGEN, 1996).

2.5.2. Processamento posterior à solidificação

A obtenção de uma estrutura não-dendrítica, a partir de ligas metálicas solidificadas convencionalmente, pode ser alcançada a partir de tratamentos termomecânicos. Essa rota consiste na deformação plástica do material que, durante o estágio de reaquecimento, recristaliza-se.

Há autores que dividem o tratamento termomecânico em dois processos similares. Caso a deformação ocorra a morno, o processo é denominado método RAP (do inglês, *recrystallisation and partial melting*); caso a deformação ocorra em duas etapas, a primeira a quente e a segunda a frio, método SIMA (do inglês, *strain induced melt activated*) (ATKINSON, 2005; KIRKWOOD, 2010). Outros autores não fazem distinção entre esses dois procedimentos, utilizando somente a sigla SIMA como referência para o tratamento termomecânico¹ (TZIMAS e ZAVALIANGOS, 2000; HIRT e KOPP, 2009).

2.6. Evolução microestrutural durante o reaquecimento e tratamento isotérmico

O reaquecimento ao estado semissólido é uma etapa crítica na tixoconformação. O objetivo desse estágio é obter uma fração sólida controlada e assegurar globularização das partículas que ainda não forem totalmente esféricas.

Por outro lado, o tratamento isotérmico não só deve garantir as transformações morfológicas para a globularização completa do material, mas ser o mais curto possível para evitar crescimento excessivo de grão, pois grãos grosseiros resultam em propriedades mecânicas inferiores no produto final.

Os mecanismos de coalescência e *Ostwald ripening* têm sido apontados como responsáveis pela evolução morfológica durante o tratamento isotérmico (FLEMINGS, 1991; FAN, 2002; KIRKWOOD, 2010).

Ostwald ripening envolve a dissolução no meio líquido de braços dendríticos menores e sua incorporação, através de difusão, em braços maiores. Consequentemente, há redução do número de braços dendríticos e aumento da distância entre eles. Termodinamicamente, a força motriz para esse fenômeno é o fato de partículas maiores serem mais favoráveis energeticamente do que partículas pequenas em razão de sua menor energia superficial. A Figura 2.9 apresenta três

¹ Como a própria literatura não é definitiva em relação aos termos RAP e SIMA, prefere-se, no presente estudo, adotar a sigla SIMA para se referir ao tratamento termomecânico da matéria-prima para tixoconformação.

modelos para o *Ostwald ripening*, dois propostos por Kattamis, Coughin e Flemings (1967) e o terceiro, por Kahlweit (1968).

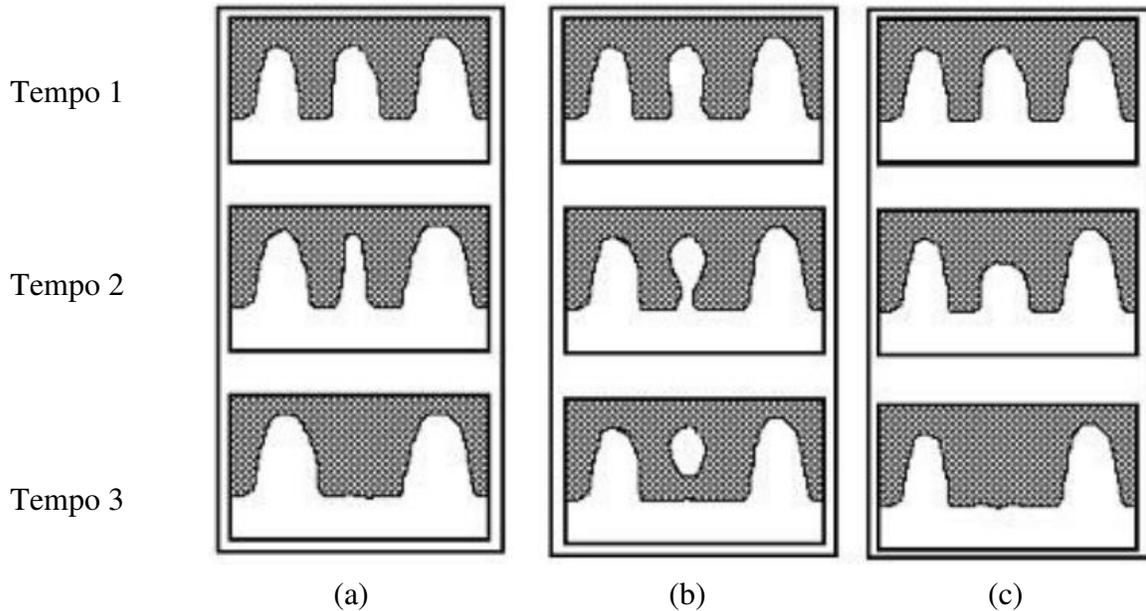


Figura 2.9: Modelos propostos para o fenômeno de *Ostwald ripening*: (a) e (b) Kattamis, Coughin e Flemings (1967); e (c) Kahlweit (1968) (ZOQUI, 1995).

Por sua vez, o engrossamento por coalescência se dá pela aproximação e união de braços dendríticos, que se tornam apenas um de maior dimensão. O contato e aglomeração entre dois braços pode ter origem na aproximação física das superfícies ou devido à deposição de soluto em regiões com raio de curvatura negativo (regiões côncavas). Existem dois modelos para a coalescência, um proposto por Young (1992) e Kirkwood (1994) e outro, por Genda (1987). A Figura 2.10 apresenta um esquema geral dos modelos de engrossamento dendrítico por coalescência.

O modelo proposto por Genda (1987) é mais aceito para o caso de metais semissólidos por explicar a presença de líquido retido no interior dos glóbulos. A quantidade e morfologia de líquido retido variam de acordo com a liga e o método de preparação do material, porém a sua presença tem sido constantemente reportada (ZOQUI, 1995).

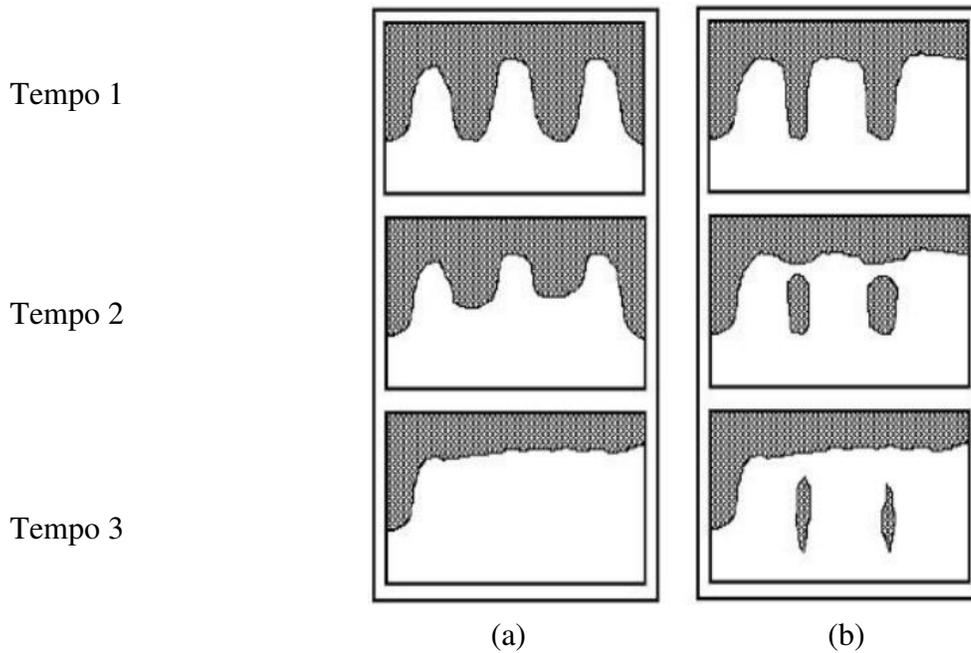


Figura 2.10: Modelos propostos para o fenômeno de coalescência: (a) Young (1992) e Kirkwood (1994); e (b) Genda (1987) (ZOQUI, 1995).

Loué e Suéry (1995) publicaram um artigo sobre a evolução microestrutural de uma liga Al-7SiMg (A356/A357) durante tratamento isotérmico a 580°C. O material foco de estudo foi produzido por vazamento em molde permanente com e sem agitação eletromagnética (Figura 2.11).

Nas amostras que sofreram agitação eletromagnética, o sólido rapidamente atingiu uma morfologia globular e, com o prolongamento do tratamento isotérmico, observou-se engrossamento desses glóbulos. Nota-se que a fase líquida foi em sua maior parte intergranular. Por outro lado, as amostras sem agitação apresentaram engrossamento da estrutura dendrítica com muita fase líquida intragranular, ou seja, alta quantidade de líquido retido.

A evolução da área superficial da interface sólido-líquido praticamente não apresentou diferença entre as amostras. Em ambos os casos, a área decaiu com o tempo de espera do tratamento, reforçando que a força motriz para a globularização seja a diminuição da área superficial. Contrariamente a esse resultado, as medidas do número de glóbulos por unidade de área mostraram que, para a microestrutura dendrítica, o número de grãos permaneceu

praticamente constante, enquanto que, para a amostra com agitação, esse número caiu continuamente com o prosseguimento do tratamento isotérmico.

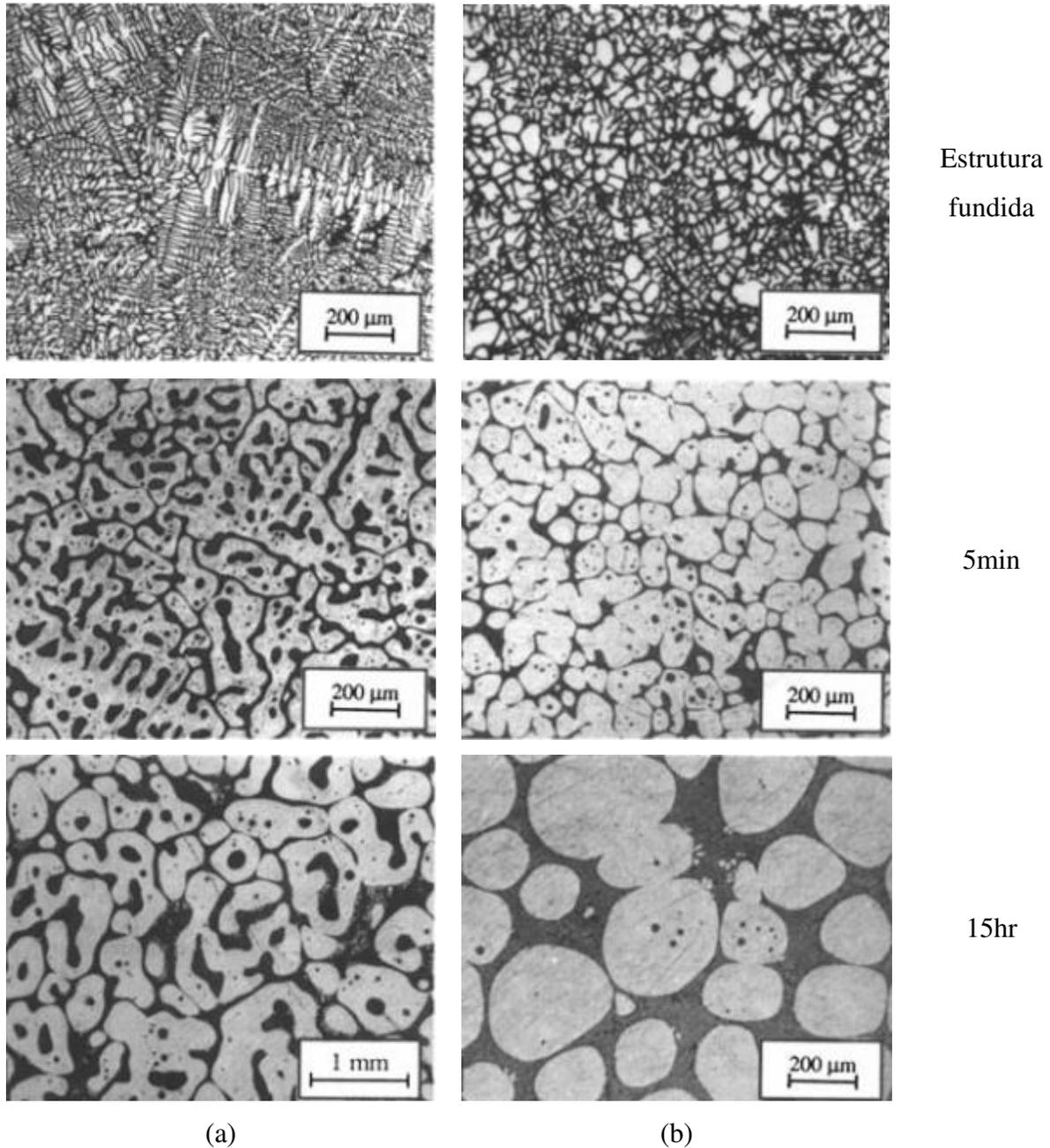


Figura 2.11: Evolução microestrutural durante tratamento isotérmico, com tempos de espera de 5min e 15hr, para uma liga Al-7SiMg vazada em molde permanente (a) sem; e (b) com agitação eletromagnética (LOUÉ e SUÉRY, 1995).

A partir desses resultados, os autores discutiram os mecanismos da evolução morfológica durante o tratamento isotérmico e subsequente tempo de espera. Tem-se que o engrossamento ocorre, a princípio, com a coalescência dos braços dendríticos. Como os braços dendríticos de um mesmo grão apresentam a mesma orientação cristalina, a coalescência ocorre muito rapidamente no início. No caso da amostra dendrítica, a coalescência é responsável pela grande quantidade de líquido retido, enquanto que, para a amostra com agitação, esse mecanismo causa a formação de glóbulos mais regulares.

Após esse rápido engrossamento por coalescência, inicia-se o mecanismo de engrossamento por difusão de sólido (*Ostwald ripening*). Como os glóbulos não são globulares, o engrossamento levará à diminuição do espaçamento livre médio na fase sólida até que se tornem, eventualmente, globulares. Assim, a continuação do engrossamento resultará na dissolução dos glóbulos menores e incorporação desses nos glóbulos maiores.

Fan (2002) resumiu os principais trabalhos encontrados na literatura acerca da evolução morfológica durante o tratamento isotérmico. Os resultados sugerem que para altas frações sólidas, o mecanismo de coalescência tem maior contribuição no engrossamento da microestrutura, enquanto que, para altas frações líquidas, *Ostwald ripening* é o mecanismo dominante. Quanto ao efeito da morfologia inicial da fase primária, tem-se que independentemente da morfologia a fase sólida sempre evoluirá para uma morfologia globular. No entanto, a cinética é fortemente dependente da morfologia inicial. Quanto menos globulares forem as partículas, maior será a taxa de globularização, porém maior também é o tempo para atingirem total globularização.

2.7. Método SIMA

Deformação plástica ocorre quando há mudança dimensional permanente em um sólido devido à aplicação de forças que excedem o limite elástico do material. A maior parte da energia gasta na deformação se dissipa na forma de calor, mas uma fração finita (em torno de 10%) é armazenada no metal como energia de deformação associada aos defeitos cristalinos criados pela

deformação. A quantidade de energia retida depende do processo de deformação e de outras variáveis, tais como composição química, velocidade e temperatura (REED-HILL, 1982; HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

Como a energia livre de metais deformados é maior do que na condição recozida, eles podem amolecer espontaneamente. Assim, tem-se que a energia de deformação armazenada no cristal é a força motriz para o recozimento. No entanto, esse processo depende da mobilidade atômica, que é ativada pela temperatura (REED-HILL, 1982).

O recozimento pode ser dividido em três estágios diferentes nos quais a energia de deformação é totalmente liberada (REED-HILL, 1982). Verificou-se que a maior parte da liberação de energia ocorre simultaneamente com o crescimento de um arranjo totalmente novo de cristais, livres de deformação e que crescem à custa dos cristais deformados. Esse processo é conhecido por “recristalização” e pode ser entendido como sendo um realinhamento dos átomos dentro dos cristais envolvendo, assim, o movimento dos contornos de grão.

O estágio do recozimento anterior à recristalização é chamado de “recuperação”. Na recuperação, as propriedades físicas e mecânicas tendem a retornar aos seus valores originais através da reorganização (poligonização) e aniquilação de algumas discordâncias. Conseqüentemente, a escala de mudanças é pequena e a microestrutura permanece aparentemente inalterada se observada através de um microscópio óptico.

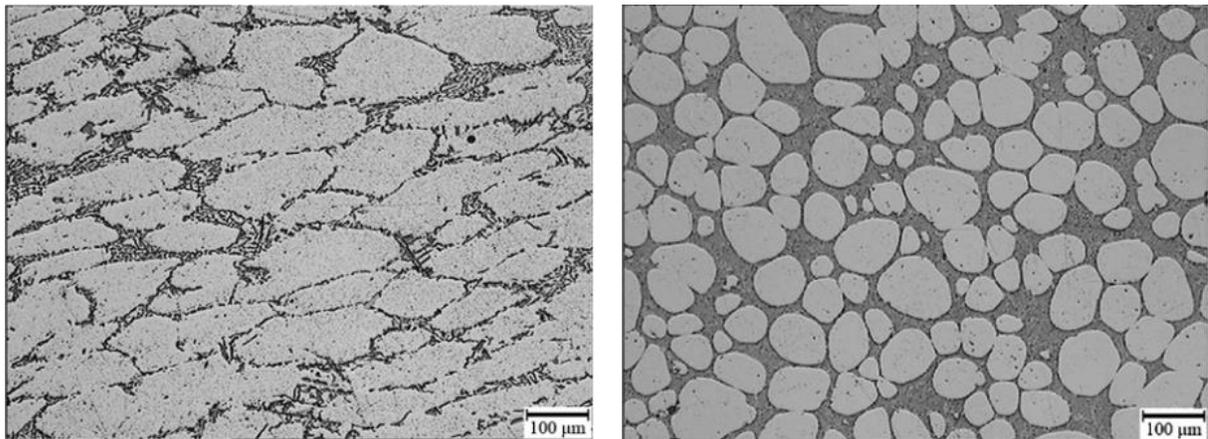
Por fim, o terceiro estágio é o “crescimento de grão”. O crescimento ocorre quando a exposição a altas temperaturas continua após o término da recristalização, culminando no crescimento competitivo de grãos recristalizados.

O método SIMA para obtenção de matéria-prima para tixoconformação faz uso do exposto acima para produzir grãos globulares. Quando uma matéria-prima dendrítica é deformada, os grãos são encruados e energia de deformação é armazenada. Durante o reaquecimento ao estado semissólido, a energia é liberada durante a recuperação e, posteriormente, com a recristalização. Como a recristalização envolve a nucleação e crescimento de um arranjo totalmente novo de cristais, estes já possuem uma morfologia globular.

Esse método conta com duas vantagens características. Primeiramente, não há necessidade de tratamentos especiais no metal líquido em solidificação. Segundo, algumas ligas já são fornecidas na condição extrudada, ou seja, deformadas (ZHAO, 2010). Por outro lado, a principal desvantagem consiste no fato que a deformação não é constante ao longo da seção transversal, limitando o diâmetro do lingote que se pode obter (ATKINSON, 2005).

Tzimas e Zavaliangos (2000) examinaram a microestrutura formada em ligas produzidas para tixoconformação por agitação eletromagnética, pelo processo Osprey e pelo método SIMA. Foi reportado que somente as ligas produzidas pelo processo Osprey e pelo método SIMA resultaram em uma microestrutura equiaxial, adequadas à tixoconformação. A Figura 2.12 apresenta um exemplo de globularização que o método SIMA permite alcançar.

Economicamente, o método SIMA não pode competir com a agitação eletromagnética para as ligas de alumínio, desde que há a necessidade de uma etapa a mais (deformação) durante o processamento da matéria-prima. No entanto, para aços, o método SIMA tem obtido resultados mais favoráveis quando comparado a outras rotas (HIRT e KOPP, 2009).



(a)

(b)

Figura 2.12: Globularização durante o reaquecimento de uma liga A356.2 preparada pelo método SIMA: (a) microestrutura deformada; e (b) microestrutura globular (YAN, 2012).

Utilizando o método SIMA, Loué e Suéry (1995) mostraram que uma redução de 25% da seção levou a um tamanho de grão de 55 μm no material reaquecido, não importando o tamanho

de grão inicial. Além disso, maiores reduções (maior quantidade de deformação) não resultaram em menores tamanhos de grão. A evolução do fator de forma mostrou que o material produzido pelo método SIMA atingiu globularização mais rapidamente do que a matéria-prima produzida por agitação eletromagnética, tendo a coalescência um papel significativo no mecanismo de engrossamento.

Resultados semelhantes foram reportados por Tzimas e Zavaliangos (2000). No entanto, como nesse estudo o material foi deformado a morno, grãos maiores foram gerados (90 μm).

Zoqui e Robert (2001) propuseram um mecanismo para a evolução da estrutura dendrítica deformada em globular. Para isso, os autores utilizaram uma liga Al-4,5p.%Cu-0,2p.%Si-0,3p.%Fe com quatro tamanhos de grão iniciais e laminaram a frio para exibirem 20 e 40% de deformação verdadeira. Esses materiais foram isotermicamente tratados por 5 minutos a 635°C para a contagem dos tamanhos de grão e glóbulo, conforme visto na Tabela 2.1.

Tabela 2.1: Tamanho médio de grão/glóbulo (μm) para as estruturas fundidas e semissólidas da liga Al-4,5p.%Cu (Adaptado de ZOQUI e ROBERT, 2001).

Fundido	Semissólido		Semissólido (20% de deformação prévia)		Semissólido (40% de deformação prévia)	
Tamanho de grão	Tamanho de grão	Tamanho de glóbulo	Tamanho de grão	Tamanho de glóbulo	Tamanho de grão	Tamanho de glóbulo
39 \pm 5	76 \pm 9	24 \pm 6	33 \pm 4	28 \pm 4	16 \pm 3	16 \pm 3
69 \pm 7	101 \pm 19	59 \pm 16	37 \pm 5	34 \pm 5	18 \pm 2	18 \pm 2
95 \pm 10	118 \pm 24	93 \pm 15	45 \pm 7	39 \pm 6	19 \pm 2	19 \pm 2
125 \pm 15	165 \pm 47	132 \pm 22	58 \pm 5	43 \pm 5	25 \pm 2	25 \pm 2

A observação da Tabela 2.1 mostra que os tamanhos de grão médios das amostras semissólidas oriundas do material deformado foram consideravelmente menores do que os das amostras não deformadas. Além disso, o material com 20% de deformação apresentou tamanhos de grão e taxas de crescimento, com relação ao material inicial, maiores do que no caso do material com 40% de deformação, sugerindo que um comportamento intermediário pode ser esperado para pequenas deformações. Ainda pode ser visto que os glóbulos e os grãos na pasta

metálica apresentaram tamanhos médios similares, ou seja, um glóbulo individual representa um único grão.

A partir desses resultados, os autores apresentaram o mecanismo de evolução morfológica, esquematizado na Figura 2.13.

Durante o reaquecimento da liga, ocorre recristalização das dendritas deformadas. Quando a temperatura ultrapassa a temperatura *solidus*, o líquido que é formado pela fusão do eutético molha os contornos dos grãos com alta energia, levando ao destacamento dos novos e pequenos grãos recristalizados, que são os glóbulos da pasta metálica. A condição para que o molhamento ocorra é $\gamma_{sl} \leq 2\gamma_{cg}$ (sendo γ_{sl} a energia da interface sólido/líquido; e γ_{cg} a energia do contorno de grão).

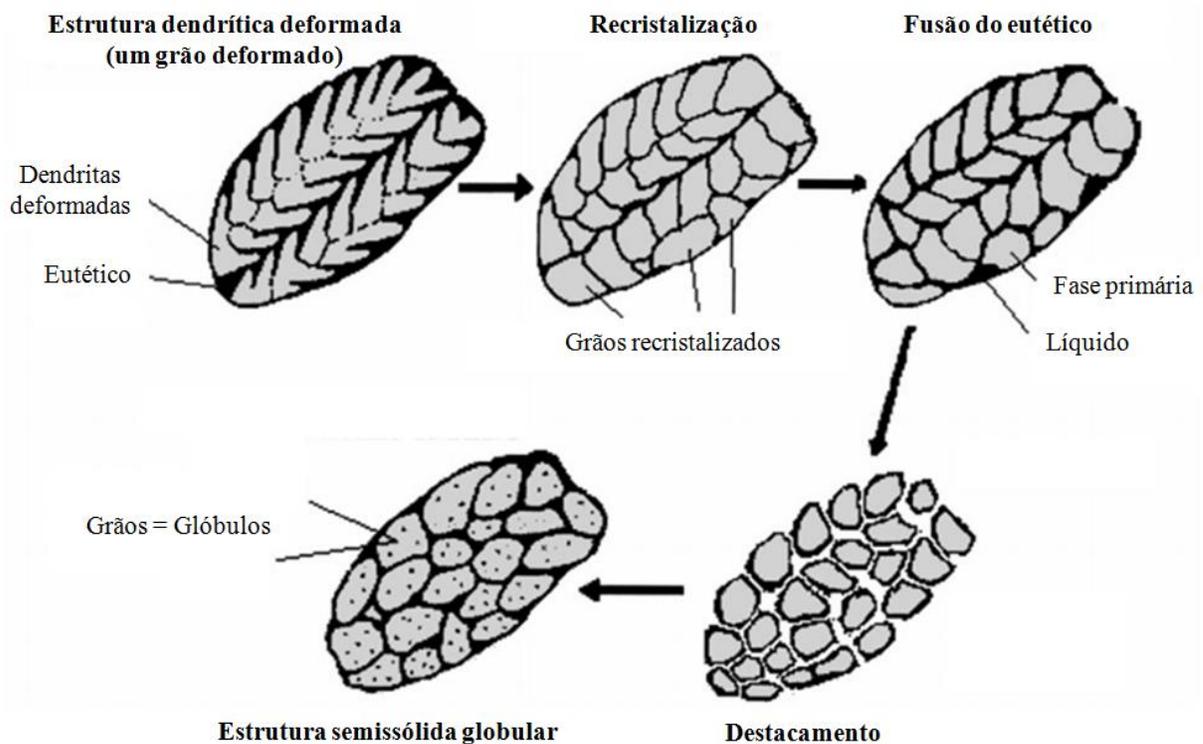


Figura 2.13: Esquema do mecanismo proposto da evolução de uma estrutura dendrítica deformada em globular (adaptado de ZOQUI e ROBERT, 2001).

2.8. Deformação por extrusão em canal angular (ECA)

A deformação por extrusão em canal angular tem sido usada para impor grandes deformações e produzir refino microestrutural em materiais metálicos. Nesse processo a amostra é pressionada contra uma matriz que possui canais de mesma seção transversal e que se encontram segundo um ângulo Φ , normalmente de 90° ou 120° (Figura 2.14). Essa configuração de canais faz com que o material que passe por eles seja deformado por cisalhamento simples sem que sua seção transversal seja significativamente alterada (SEGAL, 1995).

A manutenção da seção transversal durante repetidos passes propicia uma grande vantagem em relação aos processos convencionais de deformação, nos quais o material sempre tem suas dimensões reduzidas, possibilitando deformações equivalentes (ϵ) de no máximo ~ 5 , quando se trabalha com folhas ou filamentos que não têm propósitos estruturais. Diferentemente, o processo ECA pode ser repetido diversas vezes, o que gera níveis de deformação crescentes e extremamente elevados, podendo chegar a 10 ou mais (GHOLINIA, PRANGNELL e MARKUSHEV, 2000). Além disso, a deformação é distribuída mais homogênea na seção transversal do material.

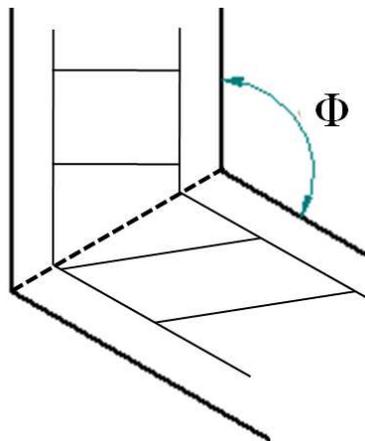


Figura 2.14: Esquema mostrando os canais utilizados na deformação ECA.

A configuração da matriz, principalmente descrita pelo ângulo Φ , assim como a dinâmica da deformação, que envolve as possíveis rotas de processamento, permitem desenvolver

diferentes microestruturas e texturas com a variação da magnitude e características de deformação. Dessa forma, diversos metais e ligas têm sido investigados quanto ao efeito do processo ECA nas suas microestruturas e propriedades (GHOLINIA, PRANGNELL e MARKUSHEV, 2000; ZHAO, 2010; JIANG, WANG e QU, 2013; LIN, 2013).

2.8.1. Influência da rota de processamento

Há quatro rotas fundamentais para a deformação ECA. Tais rotas são representadas esquematicamente na Figura 2.15 e descritas a seguir (NAKASHIMA, 2000):

- Rota A: não há rotação da amostra em torno de seu eixo longitudinal durante passes consecutivos;
- Rota B_A: rotação de 90° em sentidos alternados entre cada passe;
- Rota B_C: rotação de 90° no mesmo sentido entre cada passe;
- Rota C: rotação de 180° no mesmo sentido entre cada passe.

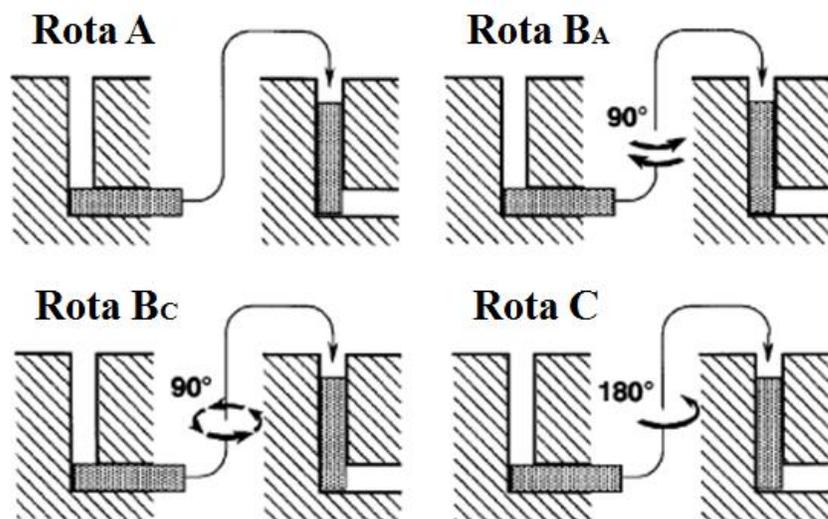


Figura 2.15: Rotas fundamentais para o processo ECA (adaptado de NAKASHIMA, 2000).

Segal (1995) percebeu que a rota de deformação influencia fortemente o plano e direção de cisalhamento. Nesse sentido, Gholinia, Prangnell e Markushev (2000) realizaram um estudo bastante abrangente, no qual o efeito das diferentes rotas foram avaliados em ligas Al-Mg e Al-Mn a partir de uma matriz com ângulo Φ de 120° .

O efeito do cisalhamento obtido nas diferentes rotas pode ser visualizado com base na distorção de elementos cúbicos (Figura 2.16). Para a rota A, a deformação simplesmente aumenta em um único plano a cada passe. A rota B_A gera uma deformação que aumenta alternadamente em dois planos ortogonais, onde a deformação em cada plano é metade da obtida em A. Por sua vez, a rota B_C tem a deformação revertida como a que ocorre na rota C, porém a reversão ocorre a cada quatro ciclos e não sequencialmente.

Como esperado da análise acima, os autores observaram que em cada caso a distorção dos grãos originais corresponde à deformação dos elementos cúbicos apresentados na Figura 2.16.

Detalhes da evolução microestrutural foram revelados por EBSD (do inglês, *electron back scattered diffraction*). Os resultados obtidos de amostras submetidas a 16 passes ECA mostraram que a rota A gerou a microestrutura mais uniforme, com o menor tamanho de grão e alta fração de contornos de alto ângulo ($>15^\circ$). Além disso, os grãos submicrométricos foram alongados na direção de deformação. A rota C causou heterogeneidade microestrutural, com a presença de grãos equiaxiais grandes contendo uma distribuição não uniforme de alguns grãos finos. Para a rota B_A , os resultados mostraram uma microestrutura semelhante à de A, porém com menor refinamento dos grãos. As amostras submetidas à rota de processamento B_C apresentaram menor tamanho de grão do que as amostras deformadas por B_A . Por outro lado, ambas as rotas geraram quantidades similares de contornos de alto ângulo.

Dos resultados expostos acima, os autores classificaram a rota A como a mais eficiente em termos de tamanho de grão final, ou seja, foi a mais eficaz na formação de grãos submicrométricos. Isso foi atribuído a não reversão da deformação com os passes. Seguindo a classificação, teve-se que a rota B_C apresentou melhores resultados do que B_A e C, respectivamente. A rota C teve os piores resultados por causa da reversão da deformação a cada passe, o que impediu o surgimento de novos contornos de alto ângulo.

Contrariamente, outras investigações empregando matrizes ECA com o ângulo Φ de 90° reportaram que os melhores resultados, em termos de refino microestrutural, foram obtidos quando a rota B_C foi utilizada. Iwahashi et al. (1998) mostraram tal controversa a partir de um Al de alta pureza. Nesse estudo, a rota B_C foi a mais eficiente, sendo seguida pela C. Opostamente ao estudo de Gholinia Prangnell e Markushev (2000), a rota A foi a menos eficaz.

No caso do trabalho de Iwahashi et al. (1998), os subgrãos, que são formados por contornos de baixo ângulo, evoluíram mais rapidamente para contornos de alto ângulo a partir da rota B_C . Os autores atribuíram esse resultado à dualidade dos planos de cisalhamento na rota B_C , que fazem que subgrãos se formem em dois conjuntos diferentes de planos durante os sucessivos passes. Entre as rotas A e C, a evolução dos contornos de baixo para alto ângulo foi mais intensa em C, já que a deformação ocorre em um único plano de cisalhamento.

García-Infanta et al. (2008) estudaram a influência das rotas A e B_C em uma liga Al-7%Si (A356) também utilizando uma matriz de 90° . Depois de um único passe (Figura 2.17), a predominância de uma única cor e respectivas tonalidades indicaram que a microestrutura era formada por discordâncias e subgrãos. Depois de quatro passes seguindo a rota A, os subgrãos se alongaram em estruturas lamelares separadas por contornos de alto e baixo ângulo, apresentando uma microestrutura não-isotrópica. Quanto às amostras processadas pela rota B_C , as microestruturas encontradas se apresentaram mais fragmentadas e isotrópicas quando comparadas às de A. A fragmentação foi evidente pelas várias cores observadas em todos os planos. Por sua vez, as amostras obtidas após oito passes pela rota B_C resultaram em uma microestrutura equiaxial e com uma grande quantidade de contornos de alto ângulo distribuídos homogeneamente pelos três planos. Esses resultados concordaram com os obtidos por Iwahashi e colaboradores (1998).

Outras investigações contemplam dados similares aos dos trabalhos discutidos acima, mostrando que a rota empregada é determinante na formação da microestrutura (STOLYAROV, 2001; ZHENG, 2003; HUANG, 2004; TONG, 2010). Portanto, a partir disso, a melhor rota em termos de refinamento de grão em matrizes com Φ de 120° é a rota A, enquanto a C é a menos eficiente. Já para uma matriz de ângulo Φ de 90° , a rota mais apropriada é a B_C .

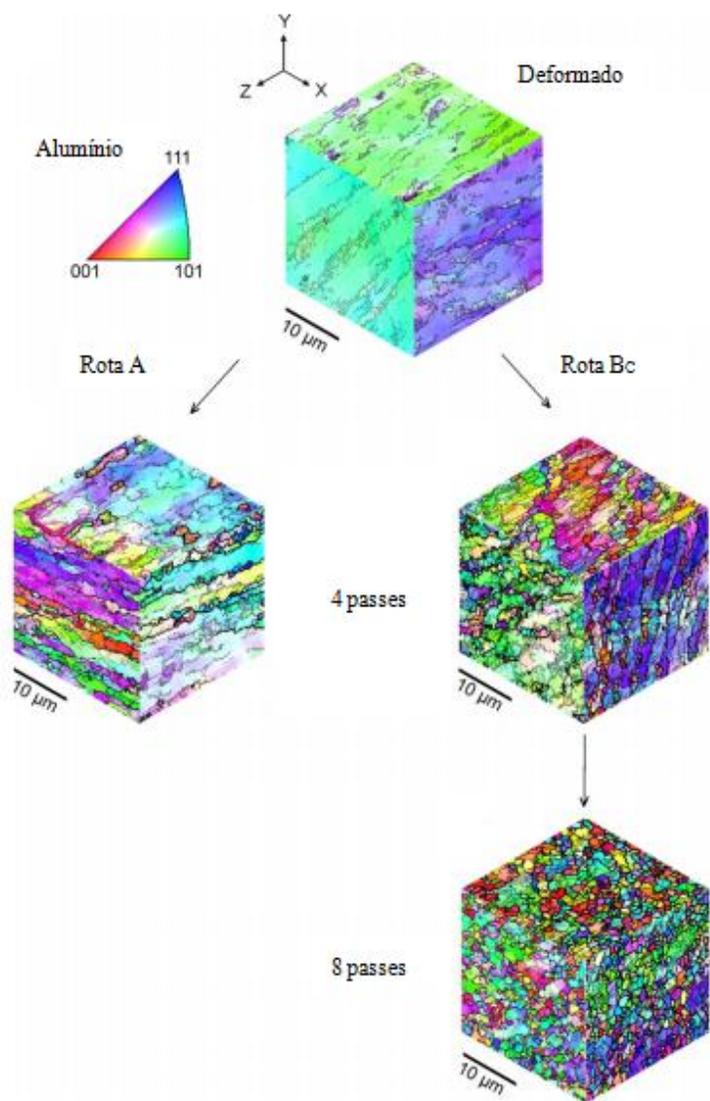


Figura 2.17: Mapas isométricos de IPF (do inglês, *inverse pole figure*) de uma liga Al-7%Si sujeito a diversos passes ECA pelas rotas A e Bc (adaptado de GARCÍA-INFANTA, 2008).

2.8.2. Influência do ângulo entre os canais da matriz

Como visto na seção anterior, o ângulo Φ tem grande efeito no refino microestrutural, assim como na homogeneidade da deformação. Soma-se a isso o fato de que o ângulo entre os canais da matriz também define a magnitude de deformação.

Visando entendê-la, a magnitude de deformação pode ser obtida através de tratamentos analíticos derivados da geometria dos canais (Figura 2.18).

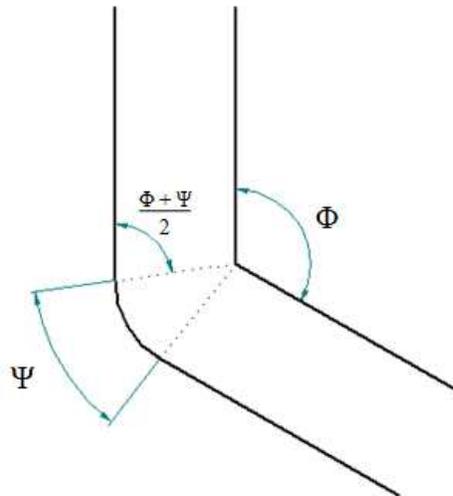


Figura 2.18: Caso geral para ângulos da matriz, no qual ψ é um ângulo arbitrário entre $\psi = 0$ e $\psi = \pi - \Phi$.

O ângulo Ψ pode reduzir a pressão de trabalho e melhorar as condições de atrito no canto exterior do canal, mas também interfere na magnitude de deformação (SEGAL, 2003). Iwahashi et al. (1996) calcularam a magnitude da deformação para todos os casos limites de ψ . Para a condição em que $\psi = 0$, o grau de deformação cisalhante é dado por:

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\Phi}{2}\right)$$

Equação 2.1

Para $\psi = \pi - \Phi$, a deformação de cisalhamento se resume a:

$$\gamma = \Psi$$

Equação 2.2

Finalmente, o caso geral, como apontado na Figura 2.18, é dado pela seguinte equação:

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \csc\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right)$$

Equação 2.3

A partir dessas equações, Iwahashi et al. (1996) foram capazes de desenvolver uma expressão para a deformação equivalente (ε) após um único passe:

$$\varepsilon = \left\{ \left[2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \csc\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right] / \sqrt{3} \right\}$$

Equação 2.4

Desde que a mesma deformação é acumulada em cada passe ECA, a deformação total após N passes é dada pela multiplicação da Equação 2.4 por N .

Objetivando entender a influência dos ângulos da matriz no desenvolvimento de grãos ultrafinos em materiais metálicos, Nakashima et al. (1998) testaram várias configurações utilizando Φ variando de 90° a $157,5^\circ$, e Ψ de 10° a 30° (Figura 2.19). Os resultados obtidos a partir desse procedimento experimental estão dispostos na Figura 2.20, onde se encontram as microestruturas juntamente com os padrões de difração de amostras deformadas por 4, 6, 9 e 19 passes em matrizes com ângulos de 90° , $112,5^\circ$, 135° e $157,5^\circ$, respectivamente. Isso permitiu que todas as amostras tivessem o mesmo nível de deformação equivalente total (~ 4).

A observação desses resultados sugere que o nível total de deformação não é a principal variável na formação de uma microestrutura ultra refinada. O fator mais importante é a

deformação que é acumulada a cada passe. Isso significa que, apesar de ser relativamente fácil atingir grandes deformações através de sucessivos passes em matrizes com grandes ângulos Φ , não serão gerados grãos extremamente refinados por esse procedimento.

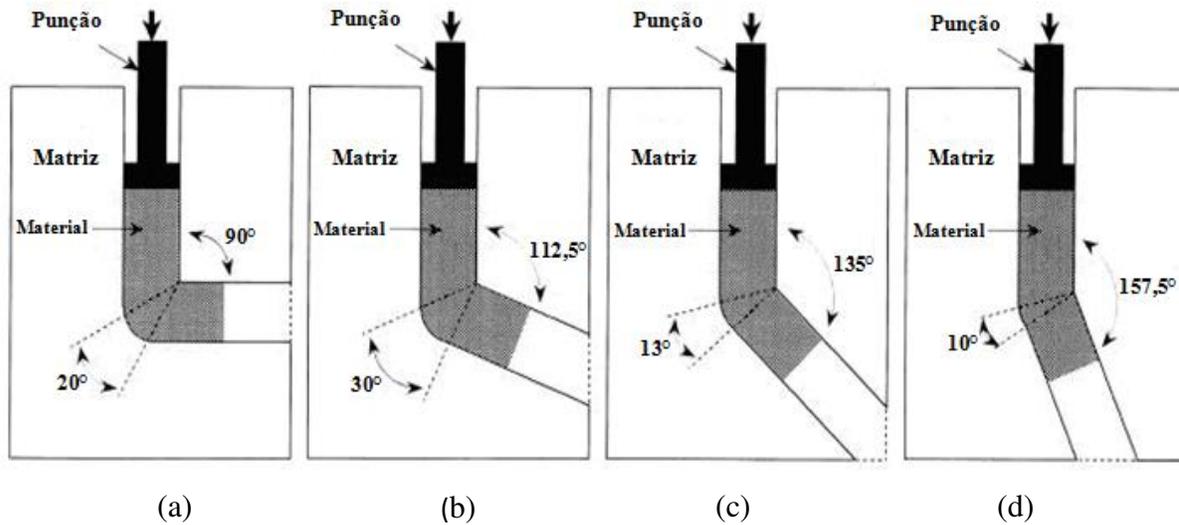


Figura 2.19: Matrizes ECA com diferentes valores do ângulo Φ : (a) 90° ; (b) $112,5^\circ$; (c) 135° ; e (d) $157,5^\circ$ (adaptado de NAKASHIMA, 1998).

Na Figura 2.20, observa-se que uma microestrutura ultra refinada foi desenvolvida para a matriz com Φ de 90° , com grãos equiaxiais separados por contornos de alto ângulo. Isso pode ser confirmado pelo padrão de difração que consiste de anéis concêntricos, diferente dos “spots” pouco difusos para a matriz com Φ de $157,5^\circ$, que indica contornos de baixo ângulo.

Do trabalho de Nakashima e colaboradores (1998), fica claro que quanto menor for o ângulo entre os canais da matriz, maior será o refino que se pode obter. Porém, quanto menor for esse ângulo, maior será a pressão necessária para deformar o material, ou seja, essa operação exigirá um equipamento mais robusto.

Como exposto, o processo ECA permite uma grande gama de combinações de parâmetros que irão influenciar diferentemente a deformação imposta. Por um lado, isso mostra a flexibilidade do processo em produzir materiais com propriedades específicas. Por outro lado, tais combinações podem elevar o custo de produção da matéria-prima. Por exemplo, quanto maior o número de passes utilizado, maior será o custo de produção, já que há a necessidade de

usinagem do material entre cada passe e, evidentemente, há um maior gasto energético devido aos vários passes.

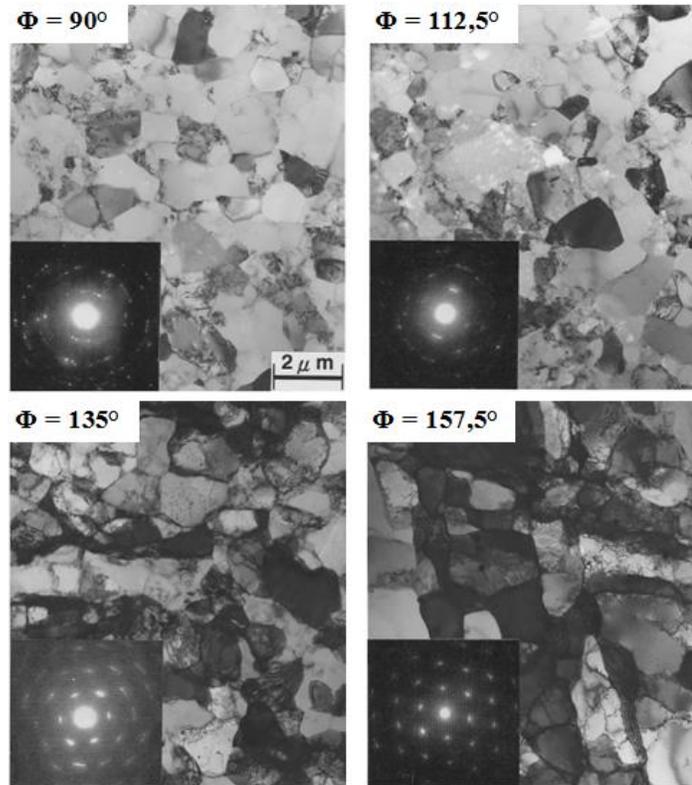


Figura 2.20: Micrografias eletrônicas de transmissão e padrões de difração de amostras com deformação de ~ 4 produzidas nas matrizes esquematizadas na Figura 2.19 (adaptado de NAKASHIMA, 1998).

2.8.3. Influência da temperatura e velocidade de deformação

A deformação ECA pode ser conduzida a frio, a morno ou a quente. Diante disso, Yamashita et al. (2000) investigaram a deformação do Al puro e duas de suas ligas em temperaturas de até 300°C . Como resultado, foi observado que o tamanho médio de grão aumentou com o aumento da temperatura. Mazurina et al. (2008) classificaram as mudanças microestruturais em três fases, independentemente da temperatura de deformação: (1) formação

de bandas de deformação; (2) desenvolvimento de grandes bandas e fragmentação dos grãos; (3) rápido surgimento de novos grãos. Os autores perceberam que os estágios 1 e 2 são pouco influenciados pela temperatura, enquanto que a fase 3 é significativamente afetada por temperaturas elevadas. Eles concluíram que o aumento na temperatura de deformação leva à diminuição da fração de novos grãos e o aumento do tamanho dos mesmos na fase 3.

O efeito da velocidade de deformação foi estudado por BERBON e colaboradores (1999). Nessa investigação, os autores deformaram Al puro e Al-1%Mg utilizando velocidades de punção variando de 10^{-2} até 10 mm/s. Os resultados mostraram que a velocidade de deformação não teve influência significativa no tamanho de grão de equilíbrio. Contudo, a velocidade afetou a natureza da formação microestrutural de tal forma que a recuperação das amostras ocorreu mais facilmente a baixas velocidades de deformação. Outras investigações concordam com esses resultados (YAMAGUCHI, 1999).

2.9. Uso da deformação ECA na produção de matéria-prima para tixoconformação

A maioria dos trabalhos publicados desse tema envolve o uso de ligas de magnésio. Nesse sentido, Chen e colaboradores (2009) obtiveram glóbulos de 157 μm em uma liga ZW21 submetida a 4 passes ECA pela rota B_C e, então, reaquecida por 30 minutos a 645°C. Os autores dividiram a evolução microestrutural em cinco estágios: (i) engrossamento e recristalização das dendritas primárias; (ii) separação da estrutura; (iii) engrossamento das partículas poligonais; (iv) globularização das partículas poligonais; e (v) engrossamento das partículas globulares. Os autores também avaliaram a influência das rotas na microestrutura no estado semissólido. As rotas cresceram em eficiência com A, C, B_A e B_C, com o aumento da fase líquida.

Em 2010, Zhao et al. determinaram as propriedades mecânicas em tração de componentes tixoforjados de uma liga de magnésio ZK60+RE (com a adição de terra rara) tratada por 2 passes ECA. Os componentes tixoforjados mostraram aumento significativo das propriedades mecânicas em relação às amostras fundidas e, ao mesmo tempo, apresentaram propriedades semelhantes às amostras submetidas a 2 passes ECA.

Ashouri e colaboradores (2008) foram os primeiros a publicarem um trabalho sobre o uso do processo ECA para produção de matéria-prima tixotrópica. Nessa investigação, os autores estudaram o efeito do processo ECA no tamanho e morfologia das partículas no estado semissólido de uma liga A356 de Al. As amostras foram deformadas aplicando múltiplos passes utilizando a rota Bc em uma matriz de 90°. Depois de 20 minutos de aquecimento isotérmico a 580°C, todas as amostras (1,2 e 4 passes) apresentaram tamanho médio de grão abaixo de 90 µm e fator de forma por volta de 0,9, sendo que o ideal é 1.

A Figura 2.21 apresenta as microestruturas típicas obtidas após o reaquecimento ao estado semissólido das diversas amostras produzidas. Percebe-se que não houve diferença muito grande nos tamanhos de glóbulos das amostras que sofreram 1 (Figura 2.21a) e 4 passes (Figura 2.21c). Diante desse fato, os autores consideraram que 1 passe já foi suficiente para gerar uma boa matéria-prima para os processos de tixoconformação, considerando o binômio qualidade-custo.

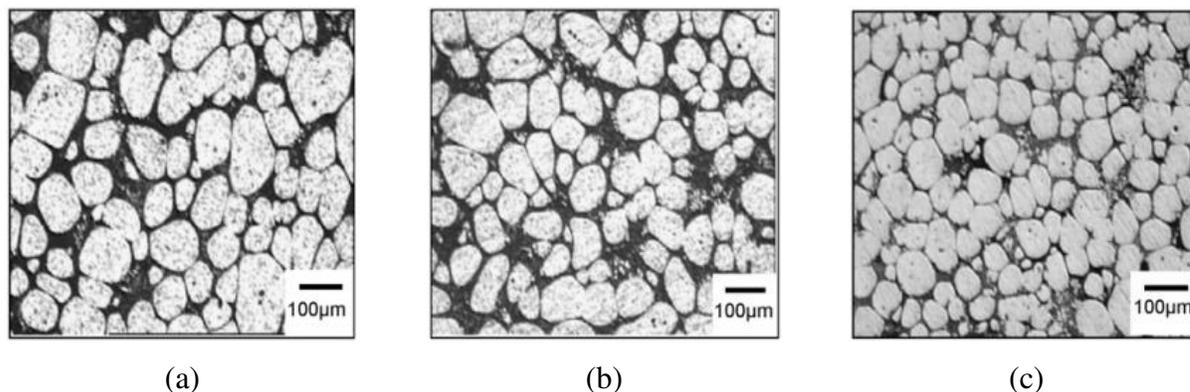


Figura 2.21: Microestruturas de amostras reaquecidas (580°C, 20min) depois de (a) 1 passe; (b) 2 passes; e (c) 3 passes (ASHOURI, 2008).

Embora a utilização do processo ECA para a produção de matéria-prima para tixoconformação seja viável, ainda há poucos trabalhos acerca disso. Assim, o verdadeiro potencial e implicações do uso do processo ECA para a tixoconformação ainda não foram totalmente verificados. Dessa forma, torna-se necessário um maior número de investigações para eliminar lacunas ainda existentes: ampliar as ligas utilizadas, correlacionar a morfologia com a viscosidade da pasta metálica e analisar as propriedades mecânicas do produto tixoconformado.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Este trabalho foi conduzido de tal forma a utilizar uma rota simples que envolvesse um único passe ECA para a produção de matéria-prima para tixoconformação. Nesse sentido e visando desenvolver um processo semi-contínuo, a estratégia inicial consistiu em vaziar o metal líquido diretamente no canal de entrada da matriz ECA e deformar o material solidificado em seguida. No entanto, após várias tentativas (não discutidas aqui), e utilizando diferentes ligas de Al, nenhum resultado positivo foi alcançado. A aderência do material na parede do canal inviabilizou o processo de deformação por exigir forças muito elevadas. Dessa maneira, foi necessária a produção de lingotes e a preparação destes previamente à deformação.

A primeira fase experimental foi composta da seleção do material para o estudo e determinação das condições ótimas de deformação. A liga de alumínio A356 foi escolhida como material representativo baseado na sua importância comercial e científica. Quanto ao processo ECA, procurou-se obter as seguintes condições: (i) temperatura de trabalho baixa visando poupar energia e desgaste dos componentes do sistema de deformação; e (ii) velocidade alta de trabalho para aumentar a produtividade e reduzir o resfriamento do lingote pela matriz.

Em seguida, a investigação dos mecanismos de globularização durante o reaquecimento ao estado semissólido foi feita através da análise da recristalização do material, via difração de elétrons retroespalhados (EBSD); e formação do líquido, através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), calorimetria exploratória diferencial (DSC) e simulação termodinâmica (*software* Thermo-Calc[®]).

Por sua vez, avaliou-se a influência do tratamento isotérmico por microscopia óptica (metalografia convencional e colorida) e o comportamento reológico por compressão entre placas paralelas. Enfim, as propriedades mecânicas do material tixoconformado foram determinadas mediante ensaio de tração.

A Figura 3.1 apresenta um diagrama esquemático da abordagem experimental simplificada utilizada neste estudo.

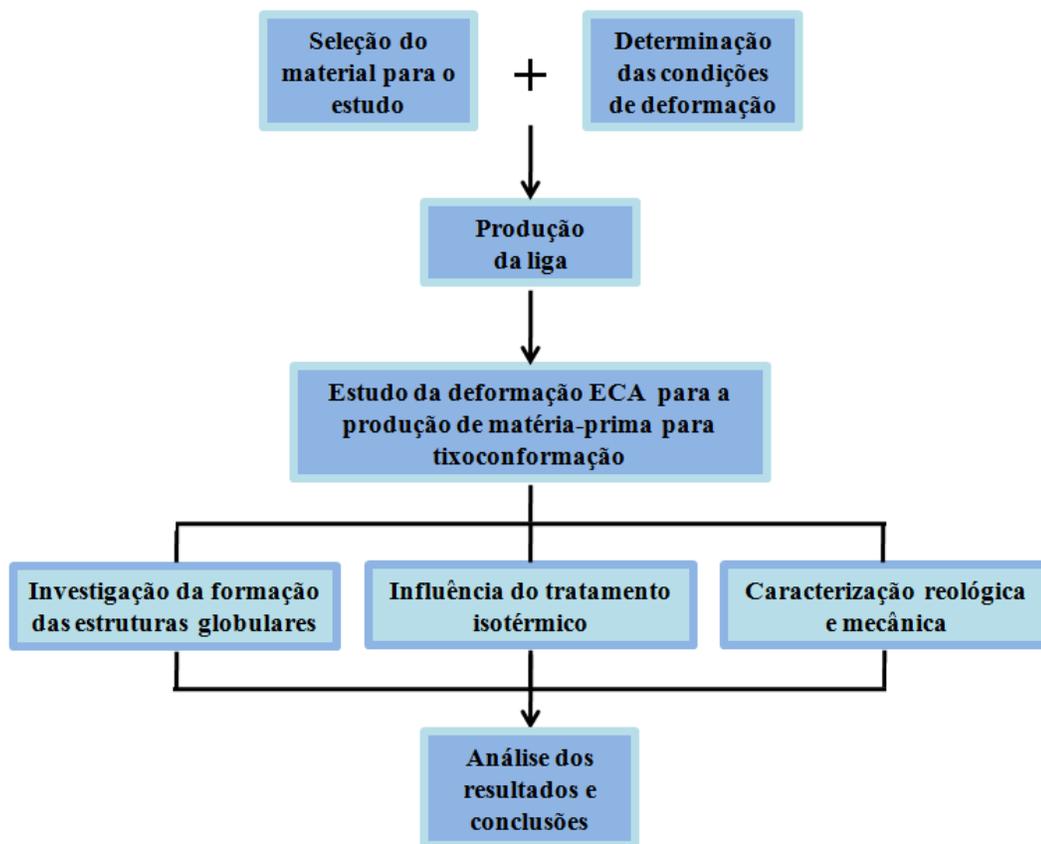


Figura 3.1: Abordagem experimental simplificada do presente estudo.

3.1. Material

A composição química do material como fornecido foi determinada por um espectrômetro de emissão óptica (Tabela 3.1).

Tabela 3.1: Composição química da liga de alumínio A356 (%-peso).

Elemento	Si	Mg	Cu	Fe	Zn	Mn	Ti	Outros (cada)	Outros (total)	Al
A356	6,96	0,38	0,08	0,19	0,02	<0,01	<0,01	<0,01	0,01	Balanço

3.2. Produção de lingotes

A liga como fornecida foi refundida em um forno poço resistivo e, então, vazada em um sistema de produção de lingotes composto de um cilindro de cobre (lingoteira) refrigerado por água. Lingotes cilíndricos com cerca de 250 mm de comprimento e 30 mm de diâmetro foram produzidos. A temperatura de vazamento utilizada foi de 670°C e o fluxo de água para a refrigeração da lingoteira, de 10 l/min.

A composição química de amostras aleatórias dos lingotes foi determinada a fim de verificar se houve alteração composicional durante a refusão. Os resultados mostraram que não houve alteração significativa e, portanto, a composição é a mesma da apresentada na Tabela 3.1.

Para realizar o processo ECA e eliminar partes indesejáveis, o topo e a base dos lingotes foram cortados de forma a terem um comprimento final de 145 mm, sendo, por fim, usinados até um diâmetro de 29,5 mm.

3.3. Deformação ECA

A deformação ECA foi realizada em uma matriz bipartida feita em aço H13, temperado e revenido, provida de canais cilíndricos com seções transversais de 30 mm e que se encontram formando um ângulo Φ de 120° e um ângulo externo Ψ de 0°.

Uma prensa hidráulica com capacidade de 50 tons e operando com velocidade máxima de ~7 mm/s foi utilizada para impor um único passe ECA em lingotes lubrificados com MoS₂. A deformação equivalente resultante desse passe é de 0,67 de acordo com a Equação 2.4.

A Figura 3.2 é um desenho esquemático da matriz juntamente com suas dimensões. Percebe-se que após a região em que ocorre a deformação o diâmetro do canal de saída foi levemente aumentado a fim de diminuir o atrito e, conseqüentemente, a força exigida para o

processo. A Figura 3.3 exibe o sistema de prensagem montado com a matriz fechada e posicionada na prensa juntamente com uma cinta metálica de reforço, e também uma foto da matriz aberta com uma amostra tendo iniciado o processo de deformação.

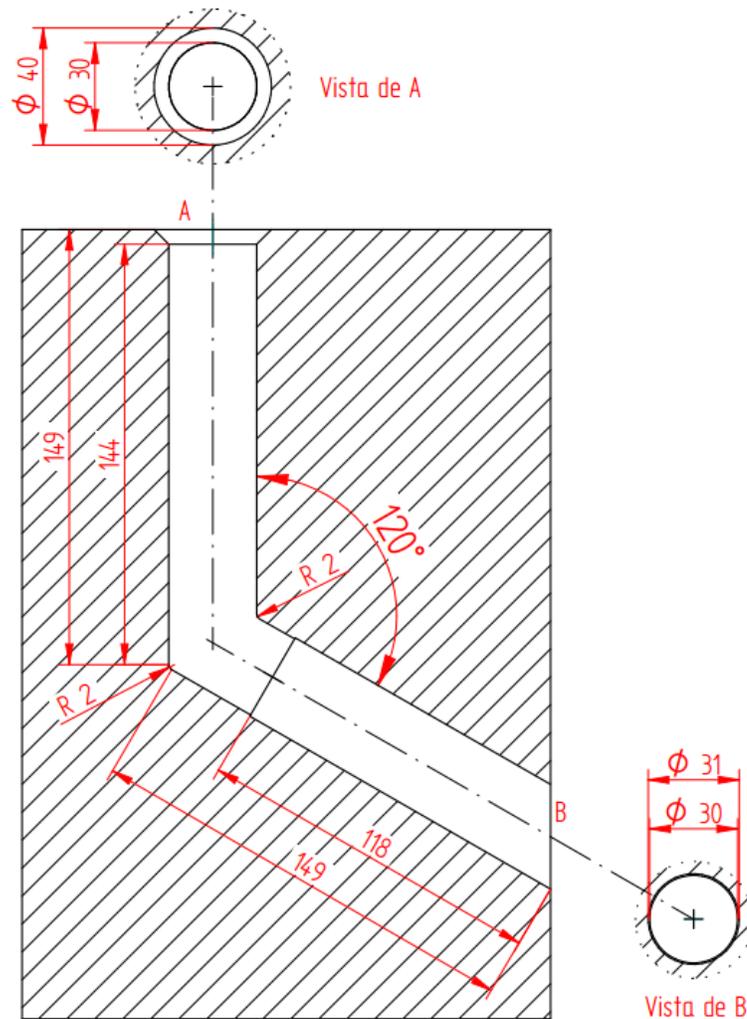


Figura 3.2: Desenho esquemático da matriz com suas dimensões.

Utilizando a matriz ECA com as características descritas acima, combinada com a velocidade de deformação (~7 mm/s), não foi possível deformar o material a temperatura ambiente sem o surgimento de trincas (Figura 3.4a).

A formação de trincas, e conseqüente fratura do material, deve-se ao teor relativamente elevado de Si (7%) que diminui a ductilidade da liga A356. Para aumentá-la, pode-se elevar a

temperatura de deformação, diminuir a velocidade do processo e/ou realizar um tratamento térmico pré-deformação para modificar a morfologia do eutético.

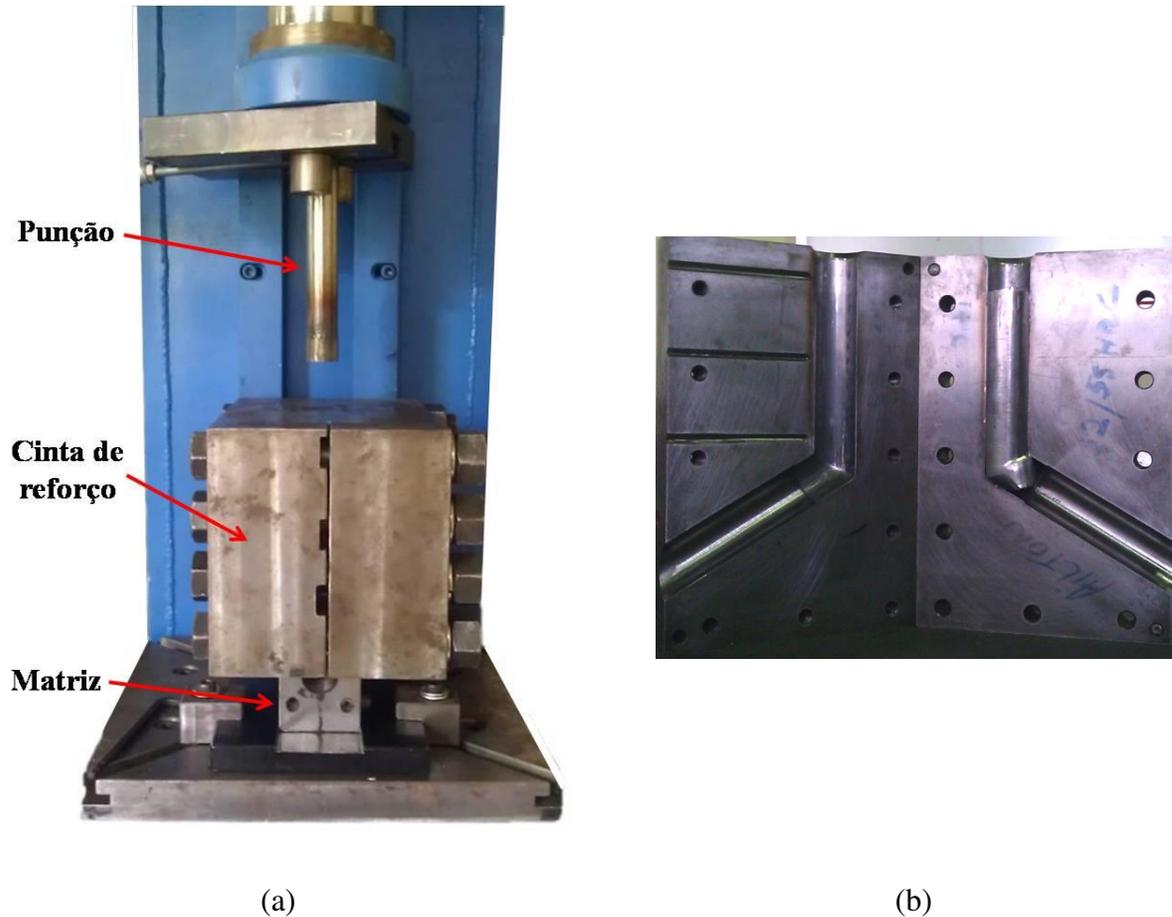


Figura 3.3: Fotos do (a) arranjo experimental montado, com destaque para o punção e a cinta de reforço que envolve a matriz; e da (b) matriz aberta com uma amostra tendo iniciado o processo de deformação.

Como esse trabalho é de interesse tecnológico, a velocidade de trabalho deveria ser a mais elevada possível. Por outro lado, desejou-se avaliar a influência da deformação ECA na morfologia bruta de solidificação do eutético. Portanto, a temperatura foi o único parâmetro alterado.

Visando aumentar a energia livre do material, pré-requisito do método SIMA, a liga deve ser deformada a uma temperatura baixa o suficiente para evitar recozimento durante o processo

de deformação. Ademais, do ponto de vista do processo, desejar-se-ia uma temperatura de trabalho baixa para economizar energia e aumentar a vida útil da matriz. Em razão disso, lingotes foram deformados em diversas temperaturas (Figura 3.4) para se determinar a temperatura ideal de trabalho, no qual não houvesse o surgimento de trincas e, ao mesmo tempo, armazenasse deformação suficiente como força motriz para a recristalização.

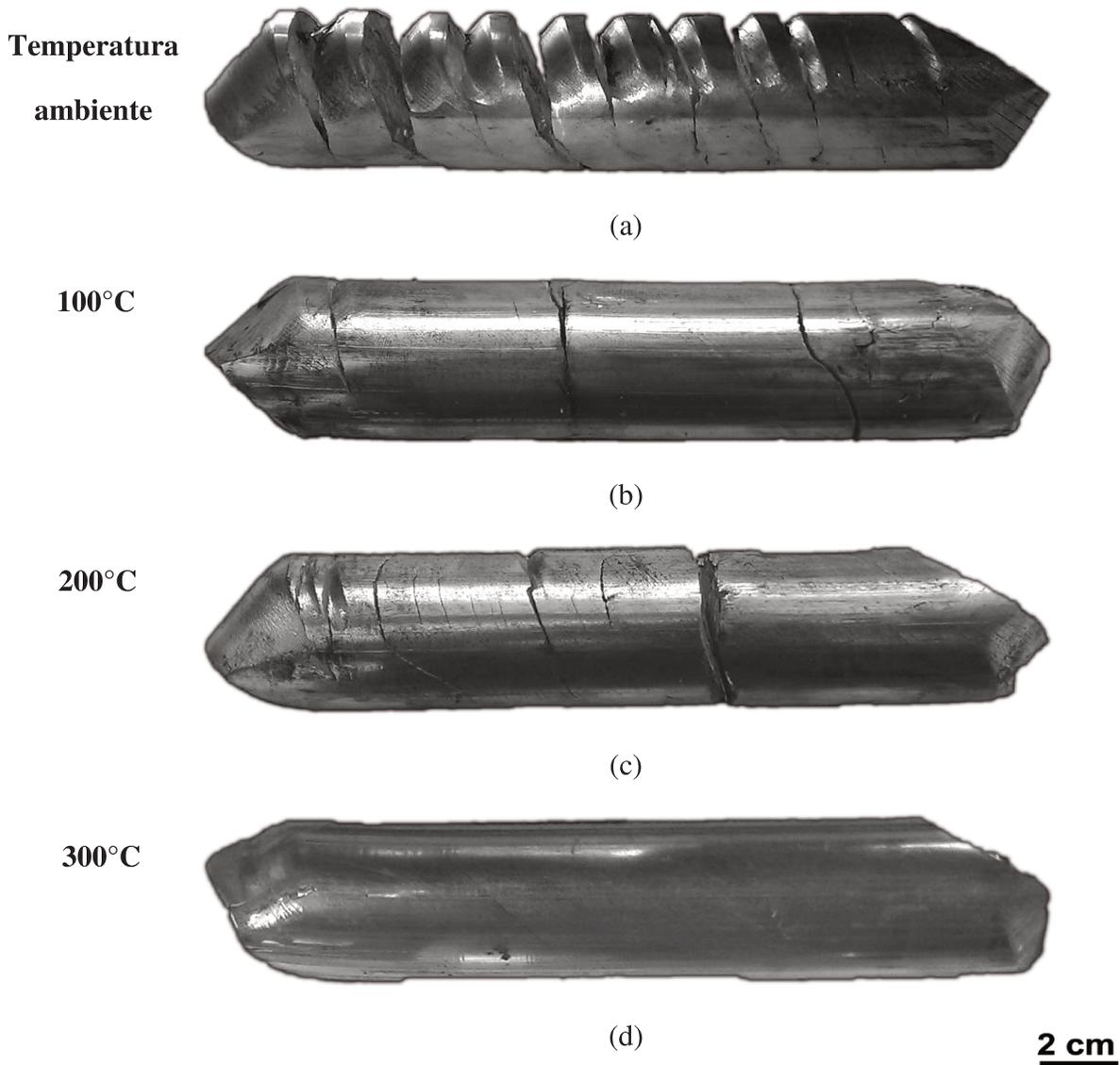


Figura 3.4: Material deformado a diversas temperaturas: (a) temperatura ambiente; (b) 100°C; (c) 200°C; e (d) 300°C.

As Figuras 3.4b e c mostram que as temperaturas de 100 e 200°C, respectivamente, não foram suficientes para suprimir a formação de trincas, porém nota-se uma redução significativa destas quando comparados ao material deformado a temperatura ambiente.

O pré-aquecimento do lingote a 300°C foi suficiente para evitar trincas superficiais, conforme visto na Figura 3.4d. Como se sabe, a matéria-prima para tixoconformação pode conter trincas ou vazios internos, já que durante o processo de reaquecimento haverá caldeamento desses defeitos. No entanto, trincas superficiais irão oxidar durante o reaquecimento e, com a conformação, esses óxidos se acomodarão no interior do produto resultante, afetando as propriedades mecânicas do mesmo. Dessa forma, os lingotes produzidos foram aquecidos a 300°C e em seguida deformados.

A temperatura de trabalho de 300°C pode ser considerada suficiente para armazenar uma quantidade significativa de trabalho a frio, pois ela é menor do que 330°C, o que é referido como uma temperatura de recozimento típica para a liga A356 (TZIMAS e ZAVALIANGOS, 2000).

A Figura 3.5 apresenta um desenho esquemático ilustrando a orientação das amostras após o processo de deformação.

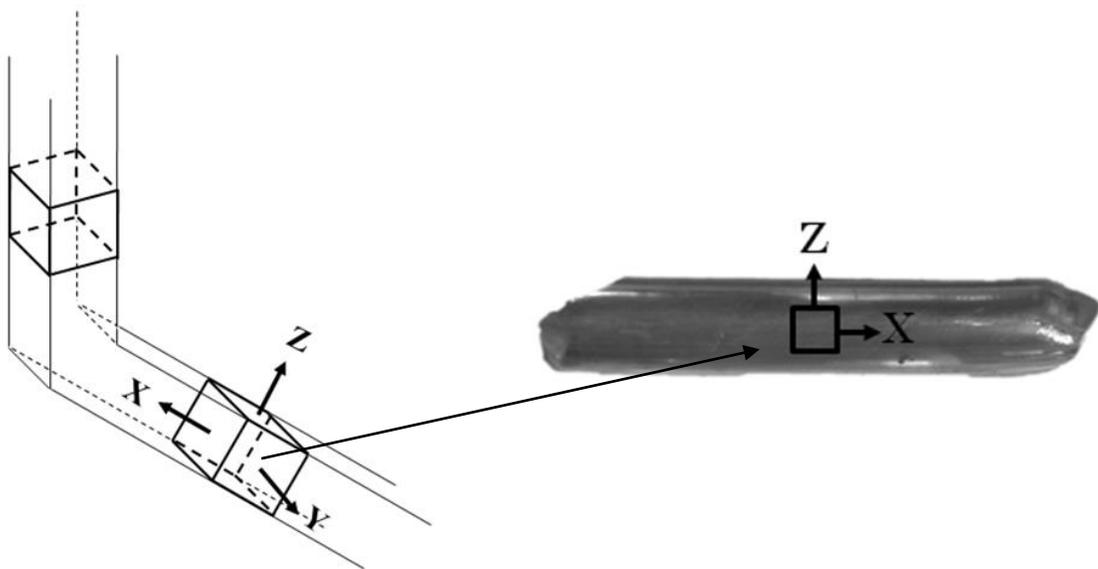


Figura 3.5: Desenho esquemático da orientação das amostras após o processo ECA.

Utilizando o elemento de volume destacado na Figura 3.5, definem-se as seguintes orientações e nomenclaturas:

- Plano X: plano transversal da amostra (plano perpendicular a direção x);
- Plano Y: plano de fluxo longitudinal perpendicular a direção y (plano lateral);
- Plano Z: plano de fluxo longitudinal perpendicular a direção z (plano superior).

3.4. Caracterização via DSC e Thermo-Calc®

As transformações de fase que ocorrem durante o reaquecimento ao estado semissólido foram estudadas por DSC (do inglês, *differential scanning calorimetry*) e por simulação termodinâmica.

Análises de DSC foram feitas em um equipamento NETZSCH modelo STA 409C. O aquecimento foi feito a diversas taxas (5, 10, 15, 20 e 25°C/min) até uma temperatura de 700°C. A curva de fração líquida *versus* temperatura foi obtida pela integração parcial do termograma gerado pelo ensaio no trecho correspondente aos picos da transformação (LIU, ATKINSON e JONES, 2005).

Simulações termodinâmicas utilizando o *software* Thermo-Calc® foram efetuadas. Em tais simulações foi considerada a composição obtida na Tabela 3.1 e condições de solidificação/fusão fora do equilíbrio a partir do modelo de Scheil.

3.5. Reaquecimento ao estado semissólido e tratamento isotérmico

Os tarugos resultantes da deformação ECA tiveram suas pontas descartadas. Em seguida, amostras cilíndricas de 20 mm de altura por 30 mm de diâmetro foram retiradas. Essas amostras

foram reaquecidas até a temperatura de 580°C, na qual a fração líquida esperada é de 55%. Após atingir essa temperatura, as amostras foram tratadas isotermicamente pelos tempos de espera de 0, 30, 60, 90, 210 e 600s, sendo imediatamente resfriadas em água.

Um sistema indutivo 25 kWatts/8 kHz Norax foi utilizado para o reaquecimento das amostras. A taxa de aquecimento imposta simulou a mesma comumente empregada em processos de tixocformação (ZOQUI, 2002). Da temperatura ambiente até 500°C, uma taxa média de aproximadamente 95°C/min foi utilizada; de 500°C até 560°C, 60°C/min; de 560°C até 570°C, 20°C/min e de 570°C até 580°C, 7°C/min de tal forma que o tempo total de reaquecimento para todas as amostras foi de 480-500s.

Um termopar do tipo K foi inserido no meio das amostras para acompanhar e controlar a temperatura durante o processo. A partir disso, pôde-se verificar o perfil de temperatura típico durante o reaquecimento conforme apresentado na Figura 3.6.

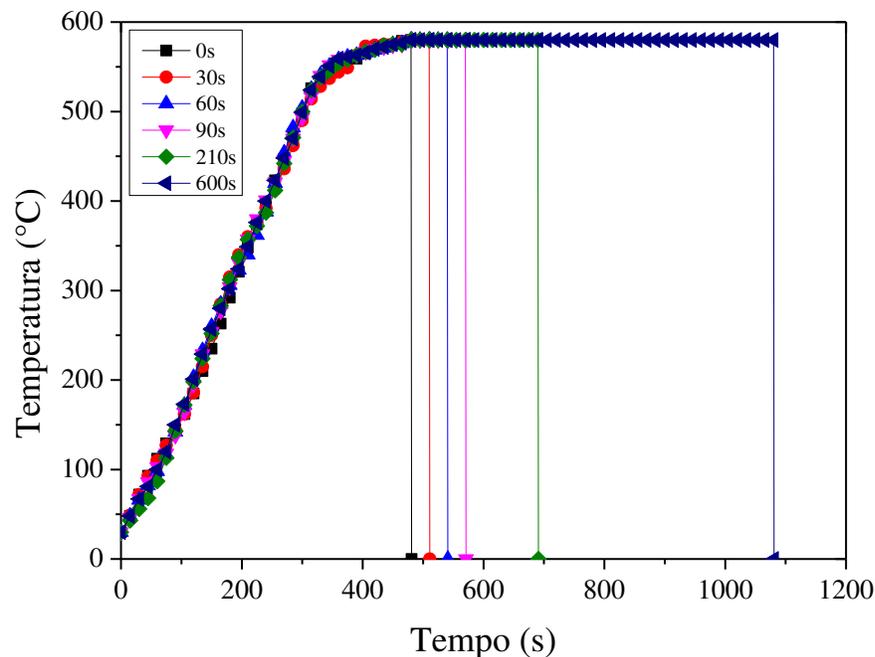


Figura 3.6: Perfil de temperatura típico das amostras durante o reaquecimento ao estado semissólido.

O uso de pequenas taxas de aquecimento no fim do reaquecimento deve-se às transformações de fase que ocorrem entre 560°C e 580°C. As fusões do eutético ternário Al-Si-Mg e do eutético binário Al-Si são transformações endotérmicas e, por isso, demandam maior tempo para a continuidade do aumento da temperatura (ZOQUI, 2002).

Amostras também foram retiradas antes de atingir a temperatura de 580°C a fim de avaliar a mudança microestrutural e formação do líquido durante o reaquecimento. Certas temperaturas foram escolhidas, sendo elas: 400°C, 500°C, 550°C, 560°C e 570°C. Quando a temperatura atingiu esses determinados valores, as amostras foram imediatamente resfriadas em água.

3.6. Compressão entre placas paralelas

A compressão entre placas paralelas foi realizada utilizando uma prensa mecânica com capacidade de 20 kN, trabalhando com uma velocidade de 125 mm/s. Amostras com 30 mm de altura por 30 mm de diâmetro foram retiradas de tarugos após a deformação ECA. Essas amostras foram reaquecidas até o estado semissólido da mesma maneira e condições usadas no tratamento isotérmico. Após atingirem a temperatura de 580°C e decorridos o tempo de espera de cada condição específica, foi imposta uma deformação de engenharia da ordem de 0,8. A temperatura de reaquecimento e o tempo de espera foram controlados por intermédio de um termopar do tipo K inserido no centro das amostras. Os ensaios foram replicados 3 vezes para cada condição.

Os resultados oriundos desse ensaio foram força (F - [N]), deslocamento (H - [m]) e tempo (t - [s]). Esses dados puderam ser convertidos em tensão verdadeira (σ - [MPa]) e deformação de engenharia (e) através das seguintes equações:

$$\sigma = \left(\frac{FH_0}{V} \right) (1-e) = \frac{FH}{V}$$

Equação 3.1

$$e = 1 - \left(\frac{H}{H_0} \right)$$

Equação 3.2

em que V é o volume da amostra. Da mesma maneira, viscosidade aparente (μ - [Pa.s]) e taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$ - [s^{-1}]) foram determinadas por:

$$\mu = - \left(\frac{2\pi FH^5}{3V^2 \partial H / \partial t} \right)$$

Equação 3.3

$$\dot{\gamma} = - \left(\sqrt{\frac{V}{\pi}} \right) \left(\frac{\partial H / \partial t}{2H^{2,5}} \right)$$

Equação 3.4

3.7. Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina universal de ensaios MTS modelo 810, em temperatura ambiente e a uma velocidade constante de 0,02 mm/s. Os corpos de prova foram extraídos e usinados a partir de amostras deformadas por compressão entre placas paralelas (Figura 3.7). Os corpos de prova foram do tipo gravata com comprimento útil e seção iguais a 13 mm e 6x2 mm², respectivamente. Nota-se que a parte útil do corpo de prova foi extraída da região central do material deformado. Para cada condição foram ensaiados 3 corpos de prova.

Visando uma comparação, materiais nas condições como fundido e após o passe ECA também foram ensaiados. O eixo longitudinal dos corpos de prova do material deformado por

ECA foi feito de modo a coincidir com o eixo do tarugo inicial (direção x, vide Figura 3.5) para que a face maior do corpo de prova do tipo gravata correspondesse ao plano Y.

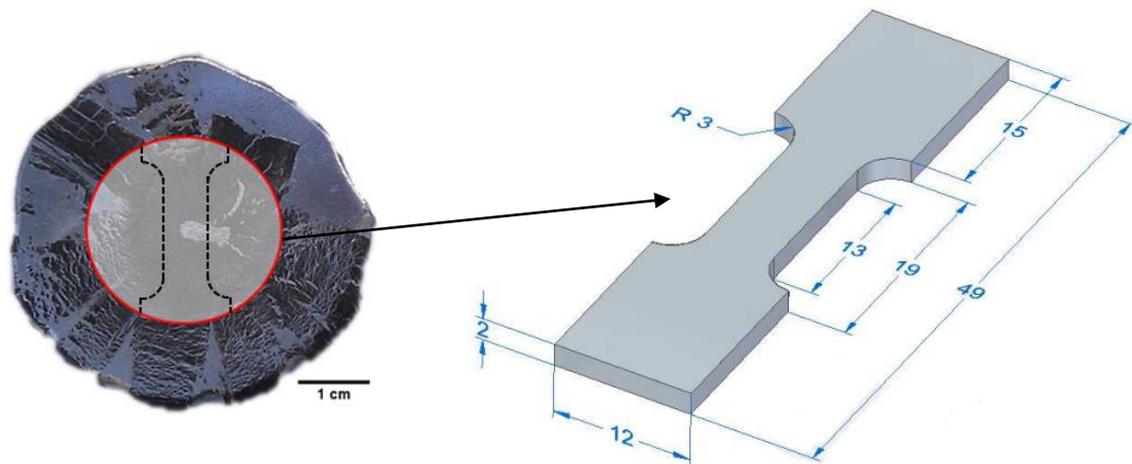


Figura 3.7: Corpo de prova para ensaio de tração e região do material deformado no estado semissólido de onde foi extraído.

3.8. Microscopia óptica

A preparação de amostras para microscopia óptica consistiu de lixamento e polimento. Para a etapa de lixamento, utilizou-se lixas de SiC com granulometrias de 220, 320, 400, 600, 1200, 1500 e 2000. Após o lixamento, as amostras foram polidas com pasta de diamante (6, 3, 1 e 0,25 μm). Previamente à metalografia convencional, as amostras foram atacadas quimicamente por solução aquosa de HF a 1% por volta de 5s. Por sua vez, as mesmas amostras foram atacadas eletroliticamente em uma solução aquosa de HBF_4 a 2%, utilizando tensão de 40 V, por cerca de 210s para serem examinadas sob luz polarizada. Observações foram feitas em todas as direções (planos X, Y e Z) e na região central das amostras para as condições como fundida, como deformada, durante reaquecimento e reaquecida. Para as amostras conformadas por compressão

entre placas paralelas, cortes da seção paralela ao eixo de compressão foram preparadas para microscopia óptica.

Um *software* analisador de imagens (ImageJ 1.40g) foi usado para a contagem do tamanho (diâmetro equivalente (D_{eq})) e fator de forma (circularidade (C)) dos glóbulos nas amostras reaquecidas através das seguintes equações:

$$D_{eq} = 2 \sqrt{\frac{A_{\alpha}}{\pi}}$$

Equação 3.5

$$C = \frac{4\pi A_{\alpha}}{P^2}$$

Equação 3.6

Nessas equações, A_{α} e P representam a área e perímetro de um glóbulo, respectivamente. Visando obter um resultado estatisticamente coerente, 1000 glóbulos foram levados em consideração para o cálculo desses valores.

A área superficial da interface sólido-líquido por unidade de volume (S_v) foi calculada a partir de 4 regiões diferentes (micrografias) para as amostras reaquecidas usando a equação:

$$S_v = \left(\frac{4}{\pi}\right) \left(\frac{L_{\alpha,l}}{A}\right)$$

Equação 3.7

em que $L_{\alpha,l}$ representa o comprimento da interface sólido-líquido e A, a área total da fase sólida da seção sendo examinada.

Por sua vez, a relação grão/glóbulo foi determinada por meio do método dos interceptos linear. Nesse caso, não se utilizou o diâmetro equivalente por impossibilidade do *software*

identificar o que é grão conforme discutido na seção 2.2. Foram utilizadas 5 regiões para cada condição das amostras reaquecidas e 10 linhas em cada região. Ademais, o tamanho de grão e o espaçamento interfásico da amostra como fundida também foram calculados pelo método dos interceptos.

3.9. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As observações foram realizadas em um microscópio ZEISS modelo EVO MA15 operado a 20 kV. Para tal, amostras foram preparadas utilizando o mesmo procedimento descrito na seção anterior para microscopia óptica (lixamento e polimento), porém adicionou-se um polimento vibratório de acabamento com sílica coloidal 0,01 μm . Para melhor observação das partículas de Si, as amostras foram atacadas com o reagente de Keller (2 ml HF, 3 ml HCl, 5 ml HNO₃, 90 ml H₂O destilada) por 30s previamente ao MEV.

Difração de elétrons retroespalhados (EBSD, de *electron back scattered diffraction*) foi conduzida considerando apenas o Al e utilizando *step sizes* de 1 μm . Devido aos limites impostos pela resolução angular, apenas contornos com desorientação $>1^\circ$ foram detectados. Dessa forma, mapas de 300x300 μm^2 foram gerados e refinados de acordo com os procedimentos descritos por Hurley e Humphreys (2002).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para facilitar a apresentação e análise dos resultados, a presente seção foi dividida em: (i) evolução morfológica na obtenção da pasta metálica; (ii) mecanismos de formação da pasta metálica, assunto que envolve o estudo da recristalização e formação do líquido; (iii) influência do tratamento isotérmico na evolução microestrutural no estado semissólido; (iv) comportamento de deformação durante a compressão a quente e, por fim, (v) comportamento mecânico em tração do material comprimido no estado semissólido (tixoconformado).

4.1. Evolução morfológica

4.1.1. Estrutura fundida

A microestrutura da liga A356 fundida (Figura 4.1a) exibe uma estrutura hipoeutética típica como resultado da solidificação. Pode-se observar dendritas da fase primária (α -Al) e uma rede interdendrítica constituída pelo eutético Al-Si. O crescimento dendrítico é evidente, porém, devido à alta taxa de solidificação imposta pelo molde metálico utilizado, o espaçamento interdendrítico é relativamente pequeno, da ordem de 30 μm . Micrografias com luz polarizada típicas (Figura 4.1b) revelam grãos equiaxiais relativamente grosseiros, com tamanho médio de 500 μm .

Das imagens isométricas da microestrutura (Figura 4.1), pode-se ver que não há diferenças significativas entre os planos X, Y e Z, sugerindo homogeneidade estrutural no material de base do presente estudo.

O aquecimento a 300°C para a realização da deformação ECA não provocou qualquer modificação na microestrutura da liga. Como esperado, a exposição a essa temperatura não foi

suficientemente longa para causar qualquer mudança como crescimento de grão ou modificação da morfologia do eutético. Assim, a microestrutura pré-deformação é exatamente a mesma daquela apresentada na Figura 4.1.

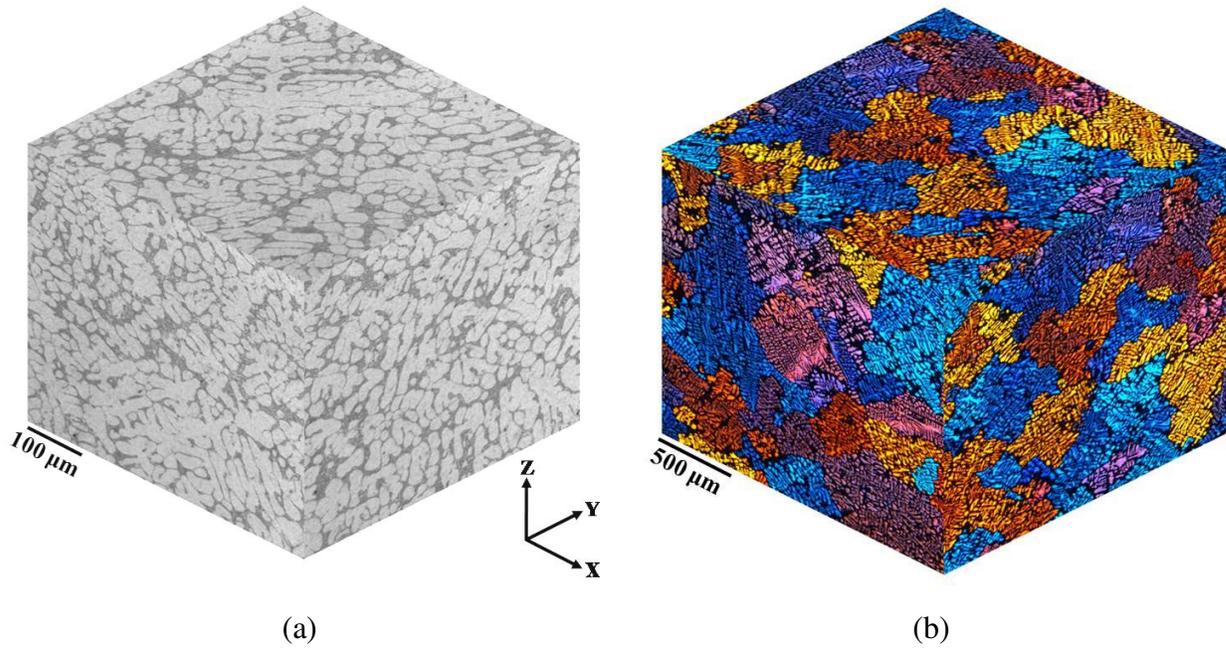


Figura 4.1: Imagens isométricas da microestrutura da liga A356 como fundida: (a) micrografia convencional; e (b) micrografia sob luz polarizada.

4.1.2. Estrutura deformada

A estrutura dendrítica inicial sofreu grande mudança quando submetida à deformação plástica imposta pelo passe ECA (Figura 4.2). Quanto ao plano Y, os grãos foram alongados formando um ângulo de aproximadamente 45° com a direção de extrusão (direção x). As dendritas, também alongadas, se tornaram mais finas, diminuindo a distância entre a fase primária e o eutético. Observa-se que, no plano X, as dendritas também sofreram afinamento, porém, elas, assim como os grãos, não são alongadas, mas apresentam uma morfologia achatada. Diferentemente, o plano Z não apresentou nenhuma diferença morfológica significativa, tanto as dendritas quanto os grãos são consistentes com os do material fundido (Figura 4.1).

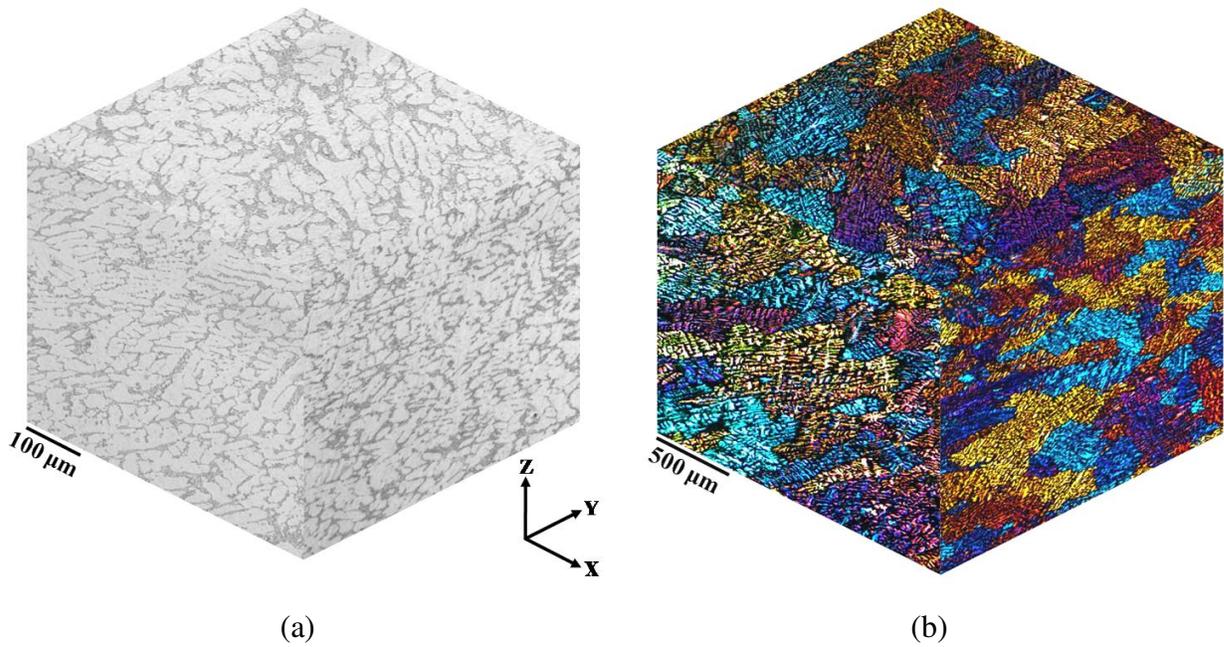


Figura 4.2: Imagens isométricas da microestrutura da liga A356 como deformada: (a) micrografia convencional; e (b) micrografia sob luz polarizada.

Esses resultados são coerentes com o modelo teórico que considera os diferentes planos de cisalhamento envolvidos durante a deformação (Tabela 4.1).

Tabela 4.1: Efeito do cisalhamento de um passe ECA em uma matriz com $\Phi = 120^\circ$ (adaptado de FURUKAWA, 1998).

Rota	Plano	Número de passes									
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	
A	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	
	Z	□	□	□	□	□	□	□	□	□	

Após a passagem pela matriz ECA e usando a rota A (mais eficiente para uma matriz de 120°), um elemento de volume cúbico, visto aqui pelas faces paralelas aos planos ortogonais X, Y e Z, é distorcido de acordo com a Tabela 4.1. O elemento cúbico é comprimido quando

observado pelo plano X porque o corte paralelo a esse plano é perpendicular à direção de fluxo, o qual intercepta somente uma fração do cubo original. Por outro lado, nenhuma deformação é observada no plano Z, mesmo com o aumento do número de passes. O plano Y é alongado na direção de deformação e tende a se tornar cada vez mais fino com a sequência de passes.

4.1.3. Reaquecimento ao estado semissólido

A Figura 4.3 mostra que o reaquecimento ao estado semissólido foi suficiente para promover globularização eficiente da fase sólida. No geral, a microestrutura obtida por metalografia convencional (Figura 4.3a) apresenta glóbulos pequenos, porém pode-se notar a presença de partículas pequenas e isoladas no eutético, assim como partículas grandes devido à coalescência de dois ou mais glóbulos. Com relação aos grãos, as micrografias coloridas (Figura 4.3b) relevam que poucos glóbulos adjacentes têm cores de tonalidade semelhante, indicando que há poucas interconexões tridimensionais.

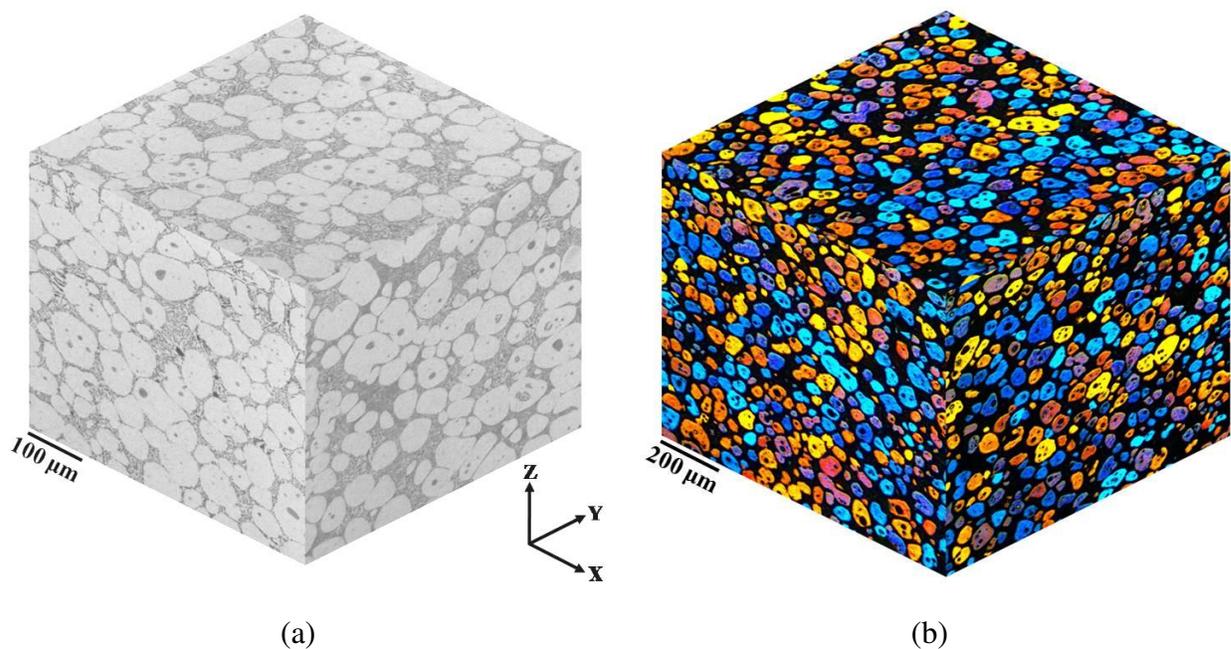


Figura 4.3: Imagens isométricas da microestrutura da liga A356 após o reaquecimento ao estado semissólido a 580°C: (a) micrografia convencional; e (b) micrografia sob luz polarizada.

Tanto a imagem isométrica formada por micrografias convencionais quanto a formada por micrografias coloridas salientam que não há diferença microestrutural significativa entre os planos X, Y, Z, refletindo a homogeneidade do material no estado semissólido. Isso é corroborado pelo fato que também não foi observada nenhuma diferença morfológica entre a base e o topo do tarugo quando este foi reaquecido a 580°C. Nem sempre essa uniformidade microestrutural entre os diferentes planos é encontrada quando se trabalha com o método SIMA. Tzimas e Zavaliangos (2000) reportaram que uma liga Al-7,2%Si (semelhante a uma liga A356) laminada a morno exibiu glóbulos com tamanhos diferentes com relação à direção transversal e longitudinal quando amostras foram reaquecidas a 590°C. Os autores atribuíram essa diferença aos possíveis efeitos de uma textura cristalográfica induzida pela laminação.

Como não houve diferença entre os planos X, Y, Z, as análises subsequentes deste trabalho serão apresentadas somente a partir do plano Y. Nesse plano, as dendritas foram deformadas mais severamente em comparação aos outros planos, X e Z (MORADI, 2010). Sendo assim, o plano Y tem maior força motriz para o processo de recristalização e foi o que sofreu maior mudança durante o processo de reaquecimento.

4.2. Mecanismos de formação da pasta metálica

4.2.1. Recristalização durante o reaquecimento

4.2.1.1. Análise qualitativa

Como supracitado, a recristalização é o principal mecanismo na formação de partículas globulares quando se trabalha com o método SIMA. Conseqüentemente, a recristalização dos grãos deformados durante o reaquecimento determina a distribuição e o tamanho dos glóbulos na pasta metálica.

Apesar da importância da recristalização para os processos de tixoconformação, pouca atenção tem sido dada ao seu mecanismo e cinética. Isso ocorre principalmente devido ao fato de que a recristalização se dá sob uma condição não isotérmica, dificultando sua análise e descrição matemática. Porém, a seguir é apresentado um esforço que visa contribuir para entender, pelo menos qualitativamente, a recristalização da liga aqui utilizada.

A Figura 4.4 exibe o mapa de IPF (do inglês, *inverse pole figure*) que apresenta a orientação cristalográfica da fase primária da liga A356 após um passe ECA. Além disso, contornos de baixo (desorientação $\theta < 15^\circ$) e alto ângulo (desorientação $\theta \geq 15^\circ$) estão representados no mapa por linhas brancas e pretas, respectivamente.

Percebe-se da Figura 4.4 partes de dendritas deformadas (o material deformado apresenta grãos muito grandes) com diferentes orientações cristalográficas, que podem ser vistas a partir das diferentes tonalidades de cores. Também é possível observar aglomerados de partículas de Si entre regiões de α -Al.

A análise de contornos na Figura 4.4 deixa evidente que a microestrutura apresenta uma subestrutura formada por células ou subgrãos. A recuperação, que ocorre anteriormente à recristalização, não é uma mudança microestrutural pontual, mas uma série de eventos que vão desde a formação de células até o crescimento de subgrãos (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004). Subgrãos são formados pela aniquilação de discordâncias redundantes que configuram os emaranhados presentes nas paredes das células, ou seja, subgrãos apresentam contornos mais regulares e delineados.

Em alguns casos, a recuperação dinâmica durante a deformação ocorre de tal maneira que as discordâncias já se reorganizam na forma de subgrãos bem desenvolvidos logo após a deformação. Os fatores que tendem a promover a formação de subgrãos ao invés de células são: alta energia de falha de empilhamento, grande deformação e alta temperatura de deformação (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004). A liga A356 utilizada aqui tem como característica alta energia de falha de empilhamento (MORADI, 2010) e foi deformada a uma temperatura relativamente alta, logo, conclui-se que a subestrutura da Figura 4.4 é provavelmente formada por subgrãos. Corroboram com isso os numerosos trabalhos que reportaram a presença de subgrãos

em ligas de Al deformadas já em temperatura ambiente (HUANG e HUMPHREYS, 2000; HUANG, HUMPHREYS e FERRY, 2000; HURLEY e HUMPHREYS, 2002; HUMPHREYS e HATHERLY, 2004). Mais especificamente, Moradi e colaboradores (2010) encontraram subgrãos em uma liga de alumínio A356 deformada por um passe ECA (matriz com Φ de 90°) também em temperatura ambiente.

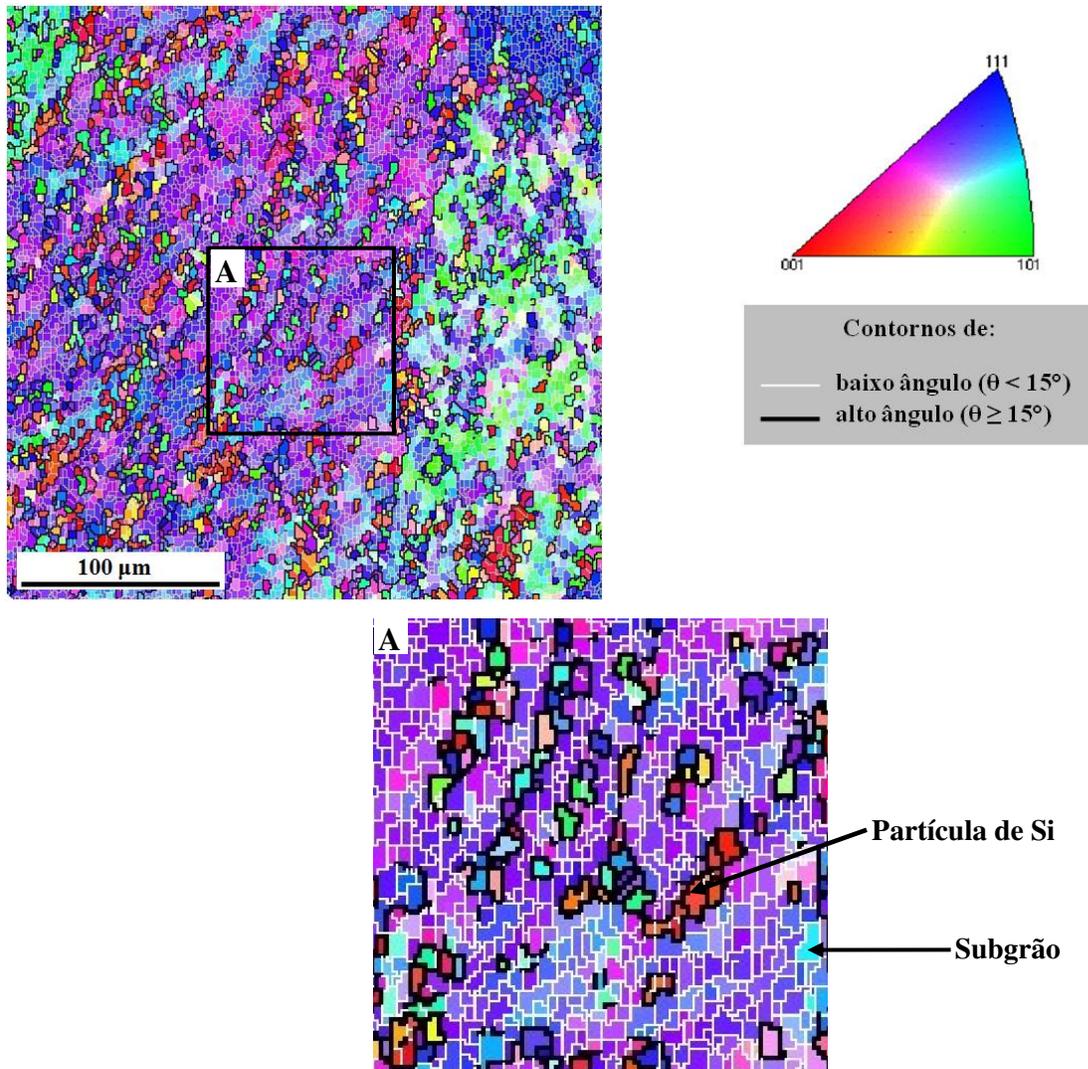


Figura 4.4: Mapa de IPF e contornos da liga A356 após 1 passe ECA, mostrando a formação de subgrãos nas dendritas deformadas.

A energia interna armazenada de uma subestrutura recuperada como a da apresentada na Figura 4.4 ainda é alta quando comparada a de um material totalmente recristalizado. Dessa

forma, o sistema ainda pode reduzir sua energia interna pelo engrossamento de sua subestrutura, o que leva a uma redução da área dos contornos de subgrão.

Dois mecanismos diferentes foram propostos para explicar o engrossamento da subestrutura: (i) migração dos contornos de subgrão e (ii) rotação e coalescência de subgrãos (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

A subestrutura de subgrãos pode ser interpretada como sendo similar à microestrutura formada por grãos em um material totalmente recristalizado e, por sua vez, o engrossamento por migração de contornos de baixo ângulo é muitas vezes similar ao processo de crescimento de grão que ocorre após a recristalização primária. Por outro lado, o crescimento de subgrãos por rotação e coalescimento sugere que um subgrão pode rotacionar por processos de difusão de contornos até que esteja com uma orientação próxima a do subgrão adjacente. Assim, a coalescência dos dois subgrãos envolvidos faz com que eles se tornem um de maior dimensão.

A Figura 4.5 ilustra a microestrutura da amostra durante o reaquecimento a 400°C, que é a temperatura relativa à metade do processo de reaquecimento. Parte dos contornos de baixo ângulo desapareceu e a densidade de subgrãos diminuiu, enquanto que a orientação da matriz em volta permaneceu praticamente inalterada, porém, em algumas regiões, essa evolução levou a formação de contornos de alto ângulo pelo aumento do ângulo de desorientação. Os resultados obtidos referentes à mudança na subestrutura sugerem que o mecanismo predominante de crescimento de subgrãos foi a rotação e coalescência, um processo de recristalização descontínuo (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004).

O crescimento de subgrãos em regiões preferenciais levou a formação de contornos de alto ângulo, fenômeno que é conhecido na literatura por recristalização *in situ* (MORADI, 2010). Por esse processo, a microestrutura foi dividida em regiões cercadas por contornos de alto ângulo e com orientação aleatória (grãos recristalizados). Sendo assim, tem-se que a amostra da Figura 4.5 atingiu a temperatura de recristalização e, por isso, mudanças consideráveis na microestrutura deformada ocorreram (Figura 4.4).

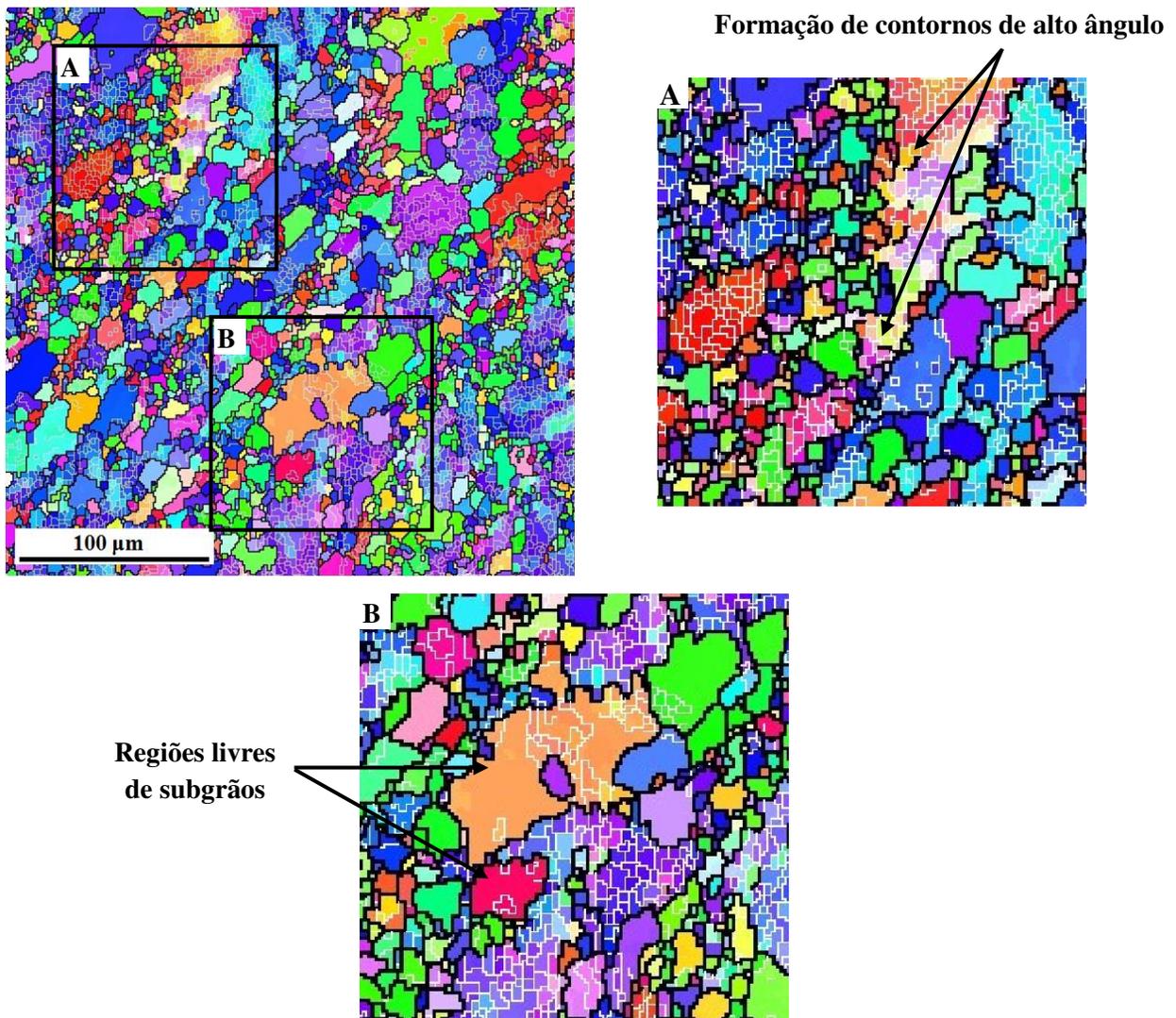


Figura 4.5: Mapa de IPF e contornos da liga A356 durante o reaquecimento ao estado semissólido a 400°C, mostrando a formação de contornos de alto ângulo e diminuição da densidade de subgrãos.

Ainda pode-se notar da Figura 4.5 que muitos grãos pequenos foram formados próximos as partículas de Si. Isso se deve ao fato que essas partículas tendem a agir como barreiras ao movimento de discordâncias, o que diminui a mobilidade dos contornos, impedindo-os de crescer.

A recristalização deve continuar com o reaquecimento, já que ainda pode ser observada a existência de contornos de baixo ângulo e subgrãos remanescentes.

A continuidade da diminuição dos contornos de baixo ângulo pode ser vista na Figura 4.6, que trata de uma amostra retirada a 500°C durante o reaquecimento. Mais uma vez percebe-se a presença de contornos de baixo ângulo, porém em menor quantidade do que na Figura 4.5. Os contornos de alto ângulo estão mais bem definidos e sua formação também diminuiu.

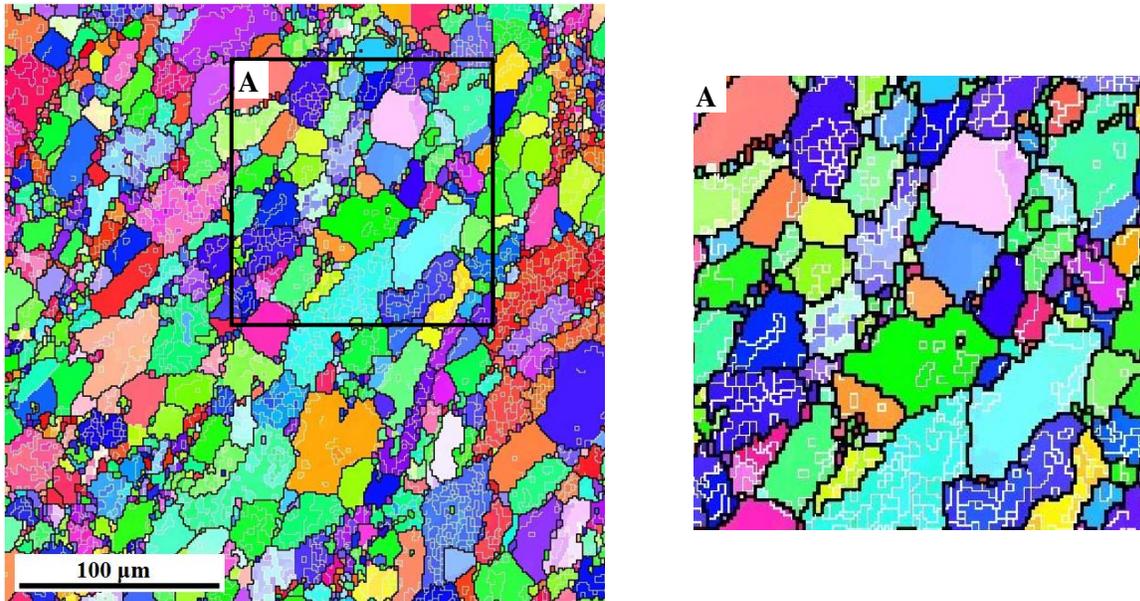


Figura 4.6: Mapa de IPF e contornos da liga A356 durante o reaquecimento ao estado semissólido a 500°C, mostrando a diminuição de contornos de baixo ângulo e de subgrãos.

Quando a amostra atinge 550°C (temperatura anterior a formação de líquido), sua microestrutura consiste de grãos formados por contornos de alto ângulo (Figura 4.7b), quase que totalmente livres de subestrutura. É evidente que os grãos recristalizados nuclearam-se na direção paralela a direção de deformação, no entanto, grãos mais equiaxiais foram encontrado aqui do que os reportados por Moradi et al. (2010). Algumas regiões ainda apresentam contornos de baixo ângulo que devem permanecer na microestrutura até a nucleação da fase líquida, já que não há força motriz para a evolução desses em contornos de alto ângulo.

Tanto a Figura 4.7a quanto a 4.7b mostram partículas de Si retidas no interior de grãos da fase α , sugerindo que de certa forma elas podem servir como sítios de nucleação de grãos recristalizados. No entanto, quando o material estiver no estado semissólido, essas partículas se transformarão em líquido retido, o qual não contribui para o escoamento da pasta metálica.

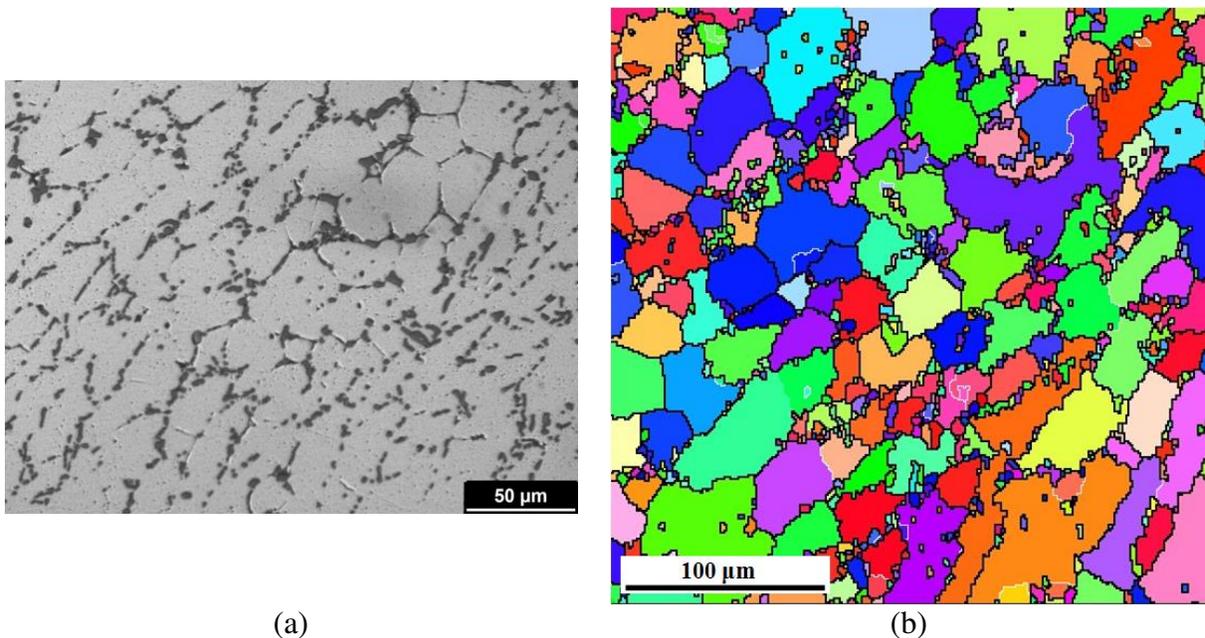


Figura 4.7: Microestrutura da liga A356 durante reaquecimento ao estado semissólido a 550°C:
(a) microscopia óptica e (b) mapa de IPF e contornos.

O mecanismo de formação de grãos com contornos de alto ângulo na microestrutura deformada durante o reaquecimento ao estado semissólido pôde ser explicado pelas observações via EBSD. Para melhor visualizá-lo, o esquema desse mecanismo pode ser visto na Figura 4.8 e explicado conforme Moradi et al. (2010).

A Figura 4.8a apresenta a microestrutura poligonal formada por subgrãos de tamanho homogêneo (linhas pretas representam contornos de baixo ângulo). Com o aumento da temperatura (Figura 4.8b), dá-se início ao engrossamento da subestrutura por coalescência de dois ou mais subgrãos. Dessa forma, parte dos subgrãos evolui para formar contornos de alto ângulo em algumas regiões preferenciais. Estes apresentam diferentes orientações com maior ângulo do que as regiões adjacentes (linhas vermelhas), que aumenta a desorientação dos contornos anexando subgrãos coalescidos.

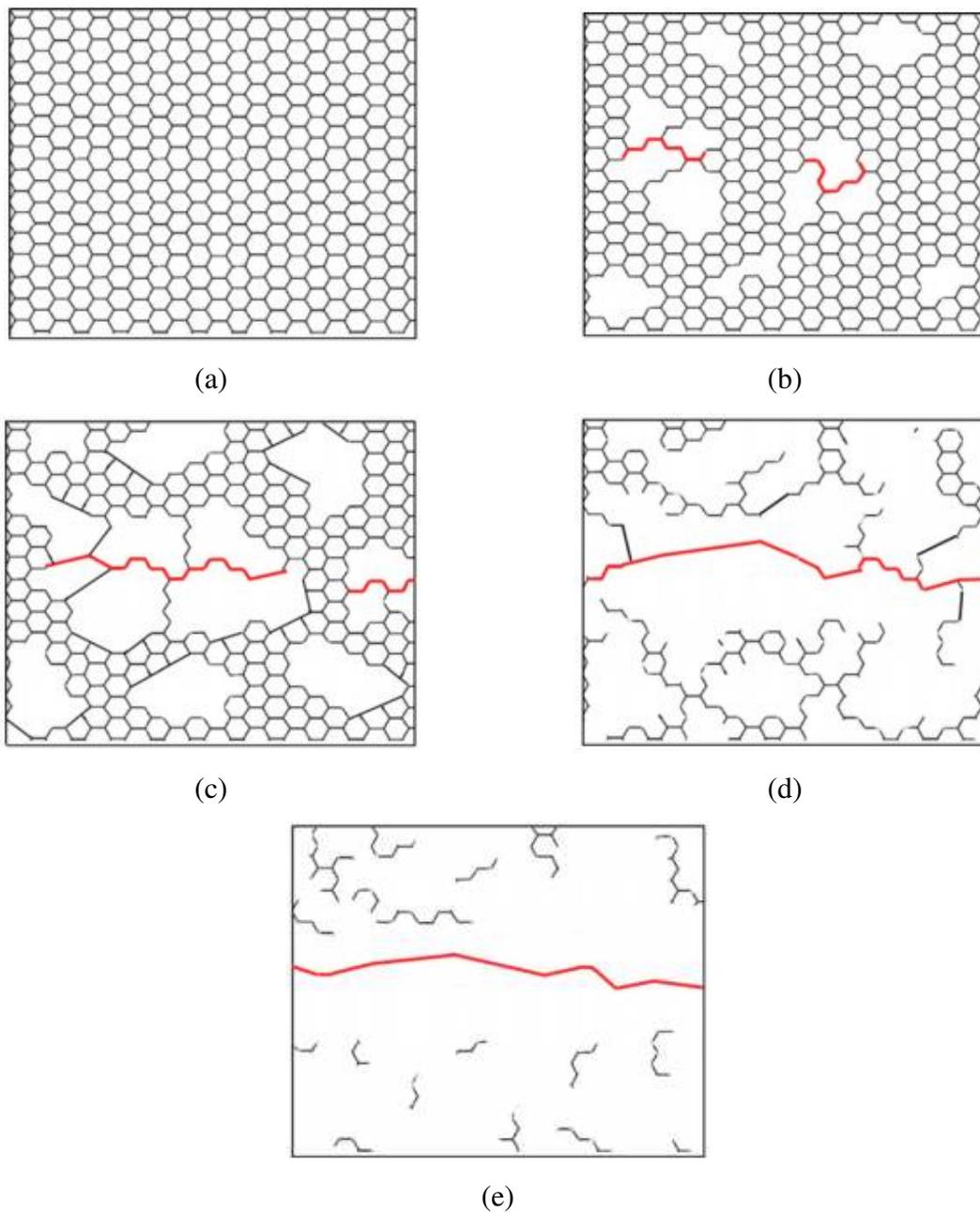


Figura 4.8: Esquema do mecanismo de formação de contornos de alto ângulo durante o aquecimento ao estado semissólido para a liga A356: (a) subgrãos compostos de contornos de baixo ângulo; (b) formação de contornos de alto ângulo pela diminuição da densidade de subgrãos; (c)-(e) conclusão gradual de contornos de alto ângulo; migração de contornos serrilhados e mudança para uma forma retilínea; desaparecimento de subgrãos principalmente ao redor de contornos de alto ângulo (linhas pretas e vermelhas representam contornos de baixo e alto ângulo, respectivamente) (MORADI, 2010).

Aumentando a temperatura e o tempo de exposição a ela, os contornos de alto ângulo migram e tornam-se linhas retas. Enquanto isso, em outras regiões o engrossamento dos subgrãos por coalescência continua. Novos contornos de alto ângulo são criados perto de contornos que foram formados nas etapas iniciais da formação de contornos de alto ângulo. De fato, no processo de coalescência, os subgrãos tendem a mudar suas orientações para regiões com grande desorientação (Figura 4.8c). Por fim, as próximas etapas da evolução microestrutural que completam a formação dos contornos de alto ângulo estão dispostas nas Figuras 4.8d-e. O desaparecimento da subestrutura é acompanhado pela completa formação de contornos de alto ângulo.

4.2.1.2. Análise quantitativa

Da análise via EBSD foi possível determinar o tamanho médio dos subgrãos como sendo 3,7 μm . O tamanho médio de subgrão é proporcional à energia de deformação armazenada, ou seja, vai depender da quantidade de deformação e da temperatura em que ela é realizada. Moradi et al. (2010), que deformaram uma liga A356 por um passe ECA, reportou tamanho médio de subgrão de 1,5 μm , lembrando que os autores utilizaram uma matriz ECA de 90° e a deformação ocorreu a temperatura ambiente. Huang e Humphreys (2000) reportaram tamanhos de subgrão, em monocristais de Al-0,05%Si de alta pureza, de 1,2, 0,9 e 4,4 μm relativos a amostras com redução de 30% e 70% a temperatura ambiente e 70% a 350°C, respectivamente.

A Figura 4.9 exhibe a distribuição do tamanho de grão (determinado pelo diâmetro equivalente (Equação 3.5)) para amostras retiradas durante o reaquecimento a 400°C, 500°C e 550°C, considerando apenas os contornos de alto ângulo e excluindo as partículas de Si. Para as amostras retiradas a 400°C (Figura 4.9a), percebe-se uma alta frequência de grãos pequenos que foram nucleados preferencialmente em regiões próximas às partículas de Si, por isso um tamanho médio de 13 μm . Com a continuidade do reaquecimento, o crescimento desses grãos fez com que o tamanho médio subisse para 17 μm e 20 μm para as amostras retiradas a 500°C e 550°C, respectivamente. Esses valores são menores do que aqueles apresentados por Moradi e

colaboradores (2010), 25 μm e 37 μm para amostras retiradas a 450°C e 570°C, respectivamente. Consequentemente, o tamanho médio de glóbulo obtido a 580°C aqui é menor do que o reportado por Ashouri e colaboradores (2008) (o trabalho de Moradi et al. (2010) é uma continuação do de Ashouri et al. (2008)), mesmo utilizando 4 passes ECA em uma matriz de 90°.

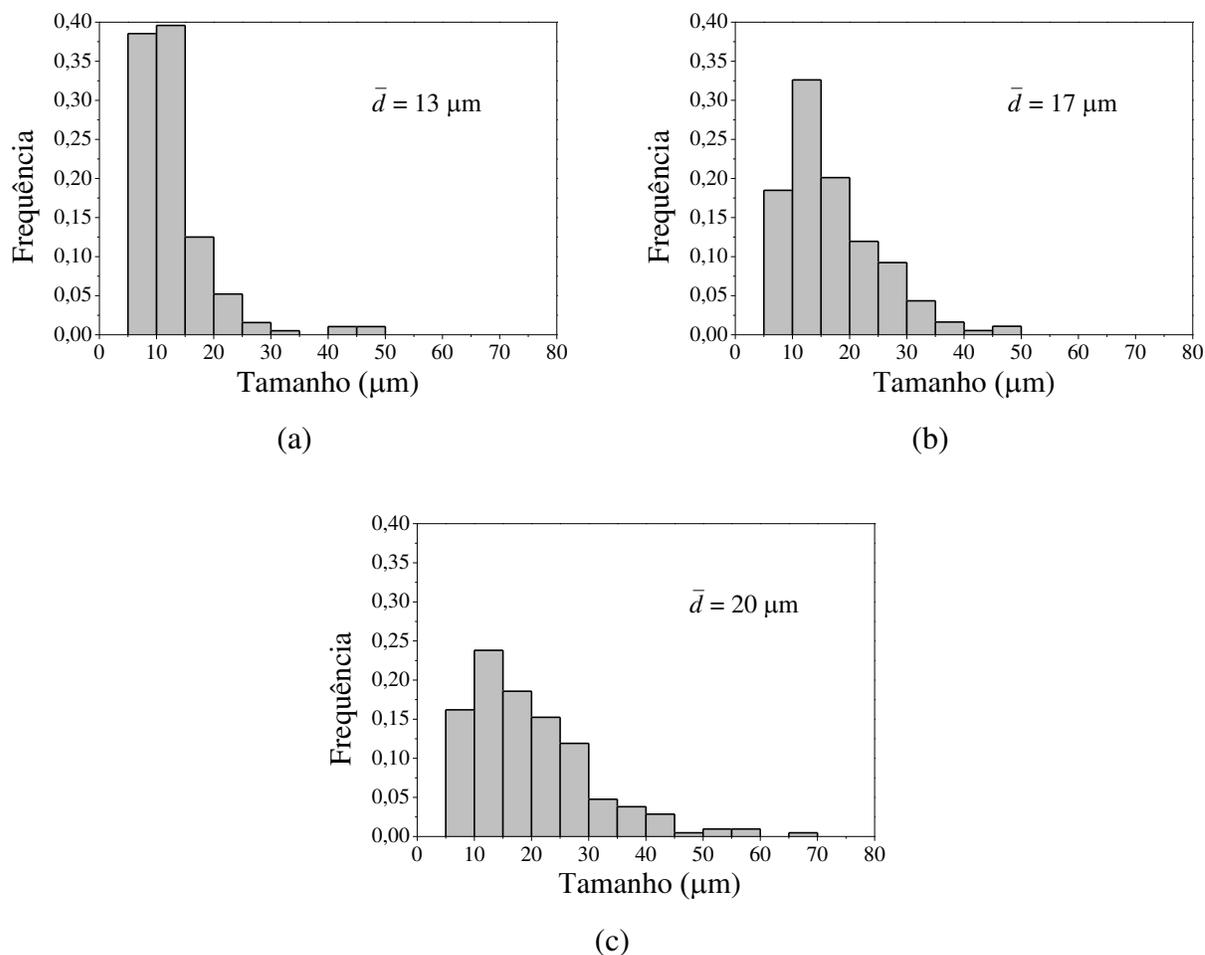
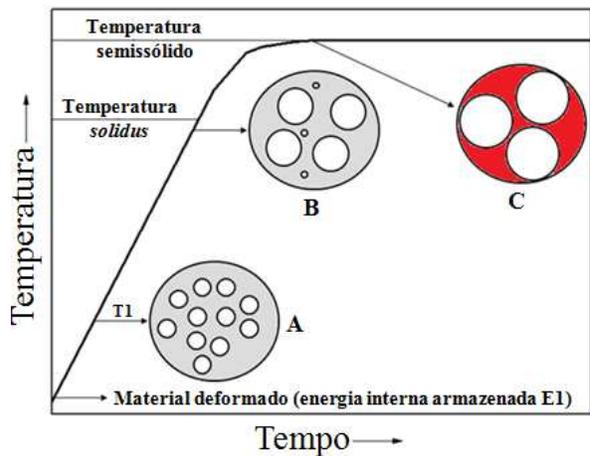


Figura 4.9: Distribuição do tamanho de grão de amostras retiradas durante o reaquecimento ao estado semissólido a: (a) 400°C; (b) 500°C e (c) 550°C.

A provável razão para tal discrepância tem a ver com o comportamento de recristalização durante o reaquecimento ao estado semissólido. O mecanismo proposto com intuito de elucidar tal disparidade é apresentado na Figura 4.10 e explicado a seguir.

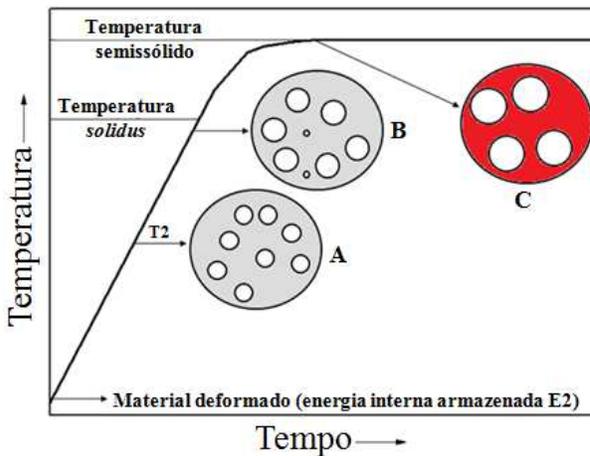


A – Começo da recrystalização
 B – Estrutura pré semissólida
 C – Estrutura semissólida

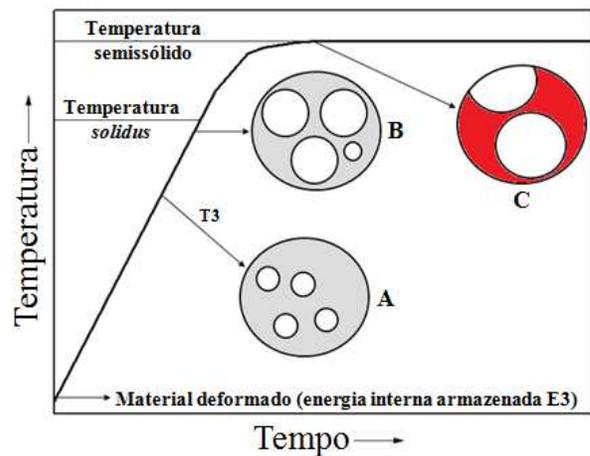
$$E1 > E2 > E3$$

$$T1 < T2 < T3$$

(a)



(b)



(c)

Figura 4.10: Esquema do mecanismo proposto para a recrystalização durante o reaquecimento ao estado semissólido para ligas com: (a) alta energia armazenada; (b) baixa energia armazenada e (c) um caso intermediário.

É bem conhecido que a recrystalização prossegue mais rapidamente em ligas com maiores energias de deformação armazenada, isto é, ligas severamente deformadas a baixas temperaturas. Nesse caso (Figura 4.10a), muitos grãos recrystalizados são nucleados a temperaturas mais baixas durante o processo de reaquecimento. Com a continuação do reaquecimento, esses novos grãos livres de deformação crescem anteriormente à formação do líquido a fim de diminuir a área superficial. Uma vez que os grãos recrystalizados aparecem a temperaturas mais baixas, tem tempo suficiente para crescerem considerado um ciclo de aquecimento mais longo, o que resulta em partículas relativamente grandes no estado semissólido.

Por outro lado, em ligas com baixo grau de deformação (Figura 4.10b), a recristalização ocorre a temperaturas mais próximas da temperatura *solidus*. No entanto, devido à baixa energia interna armazenada, a taxa de recristalização também é baixa e, portanto, poucos grãos recristalizados podem crescer. Dessa forma, partículas grosseiras são encontradas no estado semissólido. Com base nisso, o melhor cenário para obter partículas pequenas no estado semissólido consiste de uma elevada taxa de recristalização tão próximo quanto possível da temperatura *solidus* (Figura 4.10c). Assim, compreender o efeito da temperatura, nível de deformação e taxa de deformação sobre a cinética de recristalização é de extrema importância para alcançar partículas finas no estado semissólido com o menor gasto de energia possível.

HASSAS-IRANI (2013) reportou resultados com relação a uma liga A356 que exemplificam o mecanismo discutido acima. Tem-se da Figura 4.11 que uma matéria-prima com 45% de deformação (caso intermediário) gerou menor tamanho de glóbulo na pasta metálica do que uma matéria-prima pouco deformada (30%) ou bastante deformada (60%).

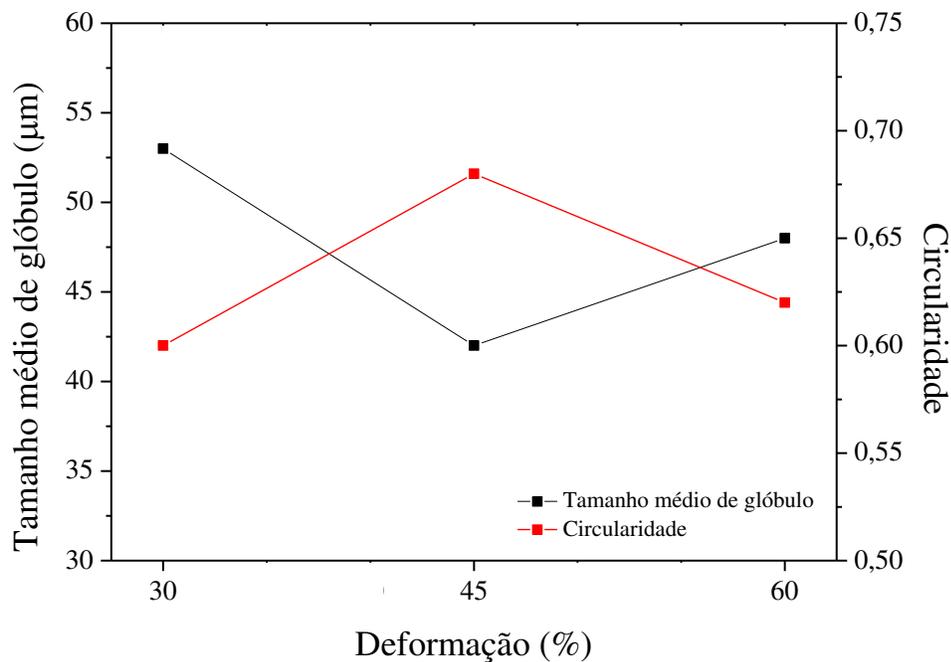


Figura 4.11: Variação do tamanho de glóbulo e circularidade de acordo com a quantidade de deformação de uma liga A356 no estado semissólido preparada pelo método SIMA (adaptado de HASSAS-IRANI, 2013).

À vista disso, tem-se que a energia interna armazenada relativa ao processo de deformação utilizado na presente investigação foi suficiente para nuclear muitos grãos recristalizados a uma temperatura mais perto da *solidus* do que aquela reportado por Ashouri et al. (2008), levando a pasta metálica obtida aqui a apresentar tamanhos de grão e/ou glóbulo menores no estado semissólido.

Moradi et al. (2010) tentaram descrever a cinética de recristalização através da equação:

$$D^2 - D_0^2 = 2\gamma Mt$$

Equação 4.1

em que D_0 e D são o tamanho de subgrão com desorientação θ antes e após o recozimento por um tempo t . Nessa equação, γ é a energia do contorno e M é a mobilidade dos contornos expressa por:

$$M = M_0 e^{-Q/RT}$$

Equação 4.2

A Equação 4.2 mostra a dependência da mobilidade com a temperatura e a relação entre mobilidade e energia de ativação, sendo M_0 uma constante. Por sua vez, γ é representado por:

$$\gamma = \gamma_m \frac{\theta}{\theta^*} \left[1 - \ln \left(\frac{\theta}{\theta^*} \right) \right]$$

Equação 4.3

em que θ^* é a desorientação que um contorno é considerado de alto ângulo (15°), e γ_m é a energia de uma contorno de alto ângulo. Porém, a Equação 4.1 relaciona-se à recristalização e ao crescimento de subgrão/grão para condições isotérmicas, o que não corresponde ao reaquecimento para os processos de tixoconformação. Além disso, grande parte dos trabalhos envolvendo crescimento de subgrão utilizou metais de elevada pureza ou ligas monofásicas, conforme apontado por Humphreys e Hatherly (2004). Tem-se que as partículas de Si podem afetar a cinética de recristalização, já que interferem na mobilidade dos contornos. Além disso,

acima de 450°C a dissolução de Si começa a se tornar importante e, então, a afetar a mobilidade dos contornos (KLIAUGA e FERRANTE, 2005; MORADI, 2010).

Deve-se aos fatos citados acima o insucesso da tentativa de descrever a cinética de recristalização utilizando a Equação 4.1, que superestimou o tamanho de grão médio tanto para o trabalho de Moradi et al. (2010) quanto para o presente estudo. Portanto, fica claro a necessidade de ampliar o conhecimento a respeito da recristalização no método SIMA a fim de estabelecer um modelo que descreva adequadamente a cinética de recristalização, podendo, assim, levar a um controle mais preciso do tamanho dos glóbulos/grãos da pasta metálica produzida por meio dessa rota.

4.2.2. Formação do líquido durante o reaquecimento

A tixoconformabilidade de uma dada liga metálica depende da combinação de um critério microestrutural com um termodinâmico (FLEMINGS, 1991; KIRKWOOD, 1994; HIRT e KOPP, 2009; KIRKWOOD, 2010). O critério microestrutural já foi discutido e envolve a obtenção de uma estrutura não-dendrítica nas partículas sólidas da pasta metálica. Por sua vez, o critério termodinâmico foi bem descrito por Liu, Atkinson e Jones em 2005. De maneira geral, ligas que possuem duas fases distintas, geralmente 50% de uma fase primária e 50% de um eutético, que será líquido durante o processamento semissólido, devem exibir bom comportamento durante a tixoconformação, como é o caso da liga A356. Porém, a cinética do reaquecimento ao estado semissólido pode afetar fortemente o desempenho da liga na tixoconformação desde que a fração líquida esperada seja ou não atingida à temperatura de processamento estabelecida. Por isso, entender a transformação sólido-líquido é importante tanto para trabalhos fundamentais como tecnológicos.

A Figura 4.12 apresenta a morfologia do eutético Al-Si da liga fundida juntamente com seus constituintes. Observações metalográficas e análises de EDS sugerem que as fases minoritárias presentes no eutético sejam precipitados de Mg_2Si e $\pi-Al_8FeMg_3Si_6$. A fase π se encontra como partículas alongadas de tonalidade cinza claro e na forma de agulha entre

partículas de Si, sendo destacadas pelas setas vermelhas na Figura 4.12a. Porém, devido a seu pequeno tamanho, foi difícil distinguir os precipitados de Mg_2Si das partículas de Si apenas por micrografia convencional.

Detalhes da morfologia do Si foram revelados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A Figura 4.12b mostra o aspecto geral do eutético encontrado na liga, na qual se podem observar partículas irregulares de Si com morfologia mista do tipo floco/fibra (HOSCH e NAPOLITANO, 2010) devido a não modificação do eutético. No entanto, foram encontradas, em algumas regiões, partículas de Si mais grosseiras na forma de placas, conforme Figura 4.12c.

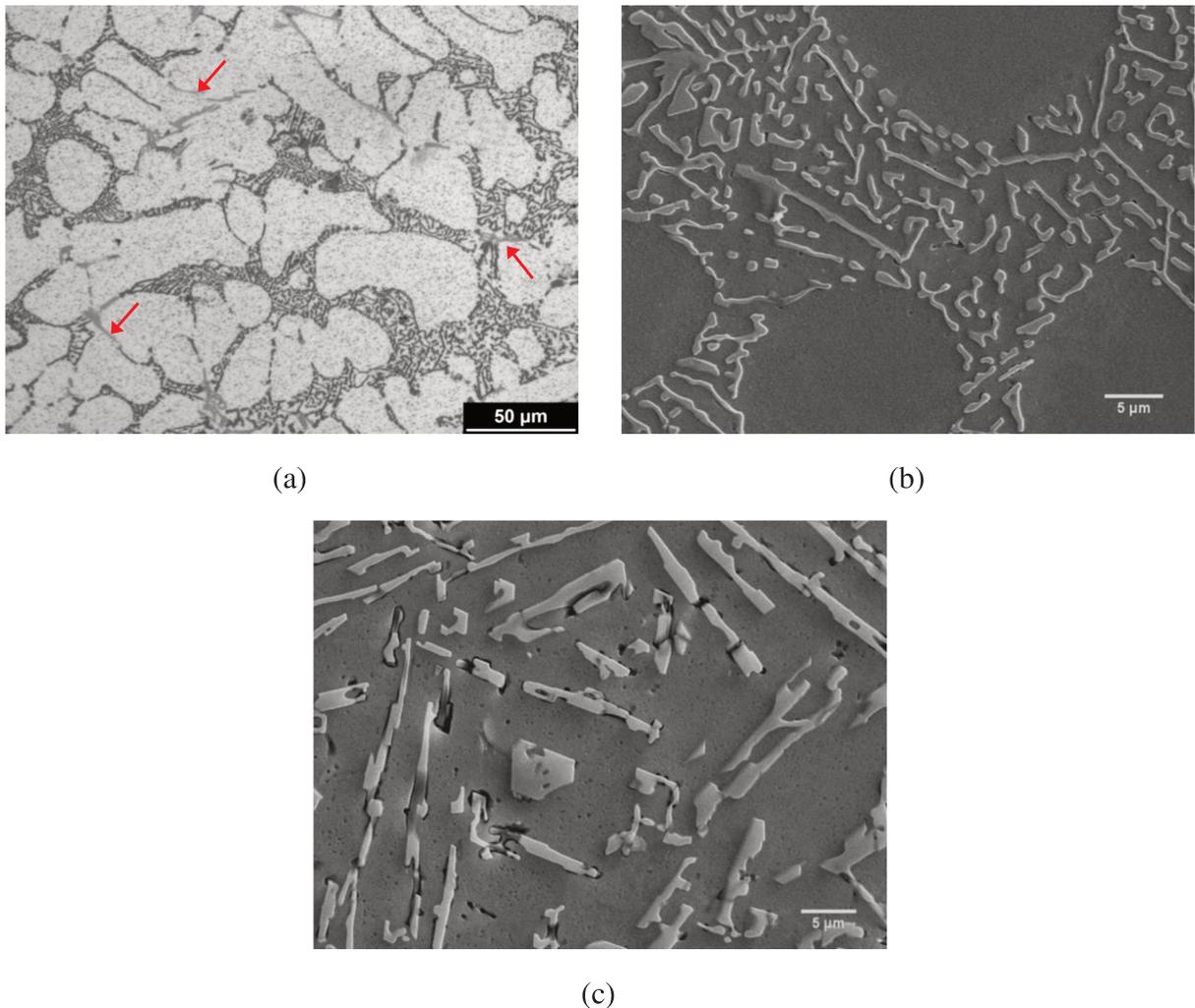


Figura 4.12: Morfologia do eutético da liga A356 fundida observada por: (a) microscopia óptica e (b-c) microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Após o passe ECA a fase primária e o eutético aparecem alongados na direção de deformação (Figura 4.13a). Como resultado dessa distorção, as partículas mais alongadas de Si e π -Al₈FeMg₃Si₆ tendem a se fragmentar. No entanto, observações com maior magnificação (Figura 4.13b) revelaram que a fragmentação não foi eficiente o bastante para um refino efetivo do eutético de forma que somente as partículas maiores foram fragmentadas. Quanto mais finas as partículas de Si, maior será o efeito no movimento das discordâncias e, portanto, na recristalização, o que pode levar a menores tamanhos de grão/glóbulo. Maiores fragmentações dos constituintes do eutético foram reportados apenas no caso de múltiplos passes ECA na liga A356 (GARCÍA-INFANTA, 2008).

Análises da morfologia do eutético feitas nos planos X e Z mostraram resultados semelhantes ao da Figura 4.12, porém algumas partículas alongadas de Si ainda foram observadas devido à menor distorção, logo, fragmentação nesses planos.

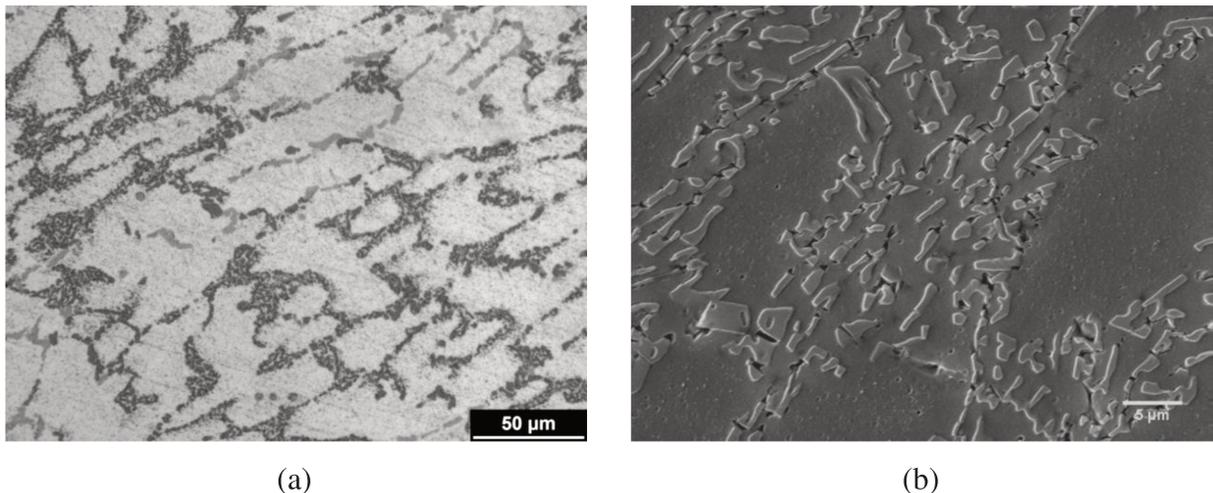


Figura 4.13: Morfologia do eutético da liga A356 como deformada observada por: (a) microscopia óptica e (b) microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A Figura 4.14 mostra a evolução do Si durante o aquecimento ao estado semissólido a partir de amostras retiradas em temperaturas específicas.

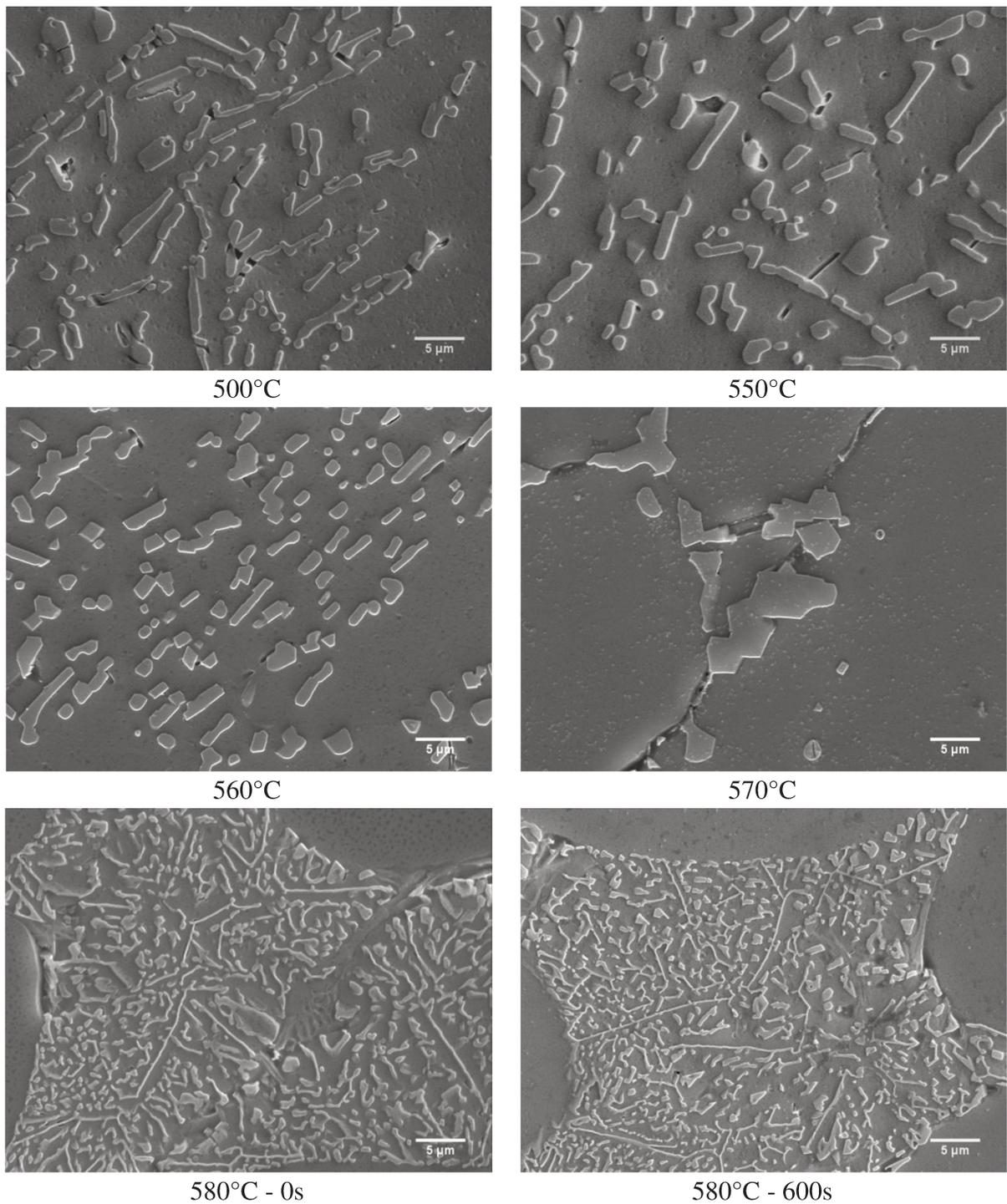


Figura 4.14: Partículas de Si durante o reaquecimento ao estado semissólido.

O aumento da temperatura propicia a esferoidização e o engrossamento das partículas de Si por fornecer a energia de ativação para difusão dos átomos de Si (HAGHSHENAS, ZAREI-HANZAKI, FATEMI-VARZANEH, 2008). Contudo, como o reaquecimento ocorre de maneira

relativamente rápida, não há tempo para que mudanças morfológicas significativas ocorram. Dessa forma, observou-se apenas um arredondamento das bordas das partículas comparadas ao Si da amostra deformada (Figura 4.13b). Esse processo ocorre simultaneamente com o engrossamento de algumas partículas em detrimento de outras menores, como pode ser visto nas amostras retiradas nas temperaturas de 500°C a 560°C (Figura 4.14).

Como supracitado, a partir de 450°C começa haver dissolução de Si, isso faz com que pouco antes da fusão do eutético Al-Si grandes aglomerados de Si sejam encontrados, como observado pela amostra a temperatura de 570°C (Figura 4.14).

Quando a liga atingiu 580°C (Figura 4.14), a fusão total do eutético Al-Si havia se completado já para o tempo de espera de 0s, desde que os grandes aglomerados de Si não foram mais observados. Além disso, a morfologia do eutético a 580°C-0s é semelhante ao da amostra fundida (Figura 4.12b), isso significa que no estado semissólido todo o eutético fazia parte do líquido. Corrobora para isso o fato que não há diferença quando se compara a morfologia do eutético para as amostras a 580°C-0s e a 580°C-600s (Figura 4.13). Esses resultados sugerem que a fração líquida esperada de 55% foi atingida quando a temperatura das amostras chegou a 580°C. Nem sempre isso ocorre, Kliauga e Ferrante (2005) reportaram que a completa dissolução do Si e, portanto, a fração líquida de equilíbrio só foi atingida após 900s em amostras imersas em banho de sais a 580°C. Nesse caso, como o reaquecimento é muito rápido, a fração líquida de equilíbrio só é alcançada após determinado tempo, mesmo o material estando a 580°C.

É importante frisar que o reaquecimento feito aqui foi tal que todas as amostras no tratamento isotérmico a 580°C tinham a mesma fração líquida esperada independentemente do tempo de espera. Isso é importante a fim de evitar comparações entre amostras com frações líquidas diferentes caso o reaquecimento, por exemplo, fosse muito rápido.

A Figura 4.15 mostra a transformação sólido-líquido da liga A356 específica deste trabalho. Podem-se observar três picos na curva de fluxo de calor do DSC (10°C/min): (1) corresponde a fusão das fases Mg_2Si e $\pi-Al_8FeMg_3Si_6$; (2) indica a dissolução do eutético pseudo-binário Al-Si; e (3) aponta a fusão da fase primária $\alpha-Al$. A integral dessa curva forneceu a fração líquida em função da temperatura durante a transformação. Como comparação, a fração líquida também foi

verificada utilizando o Thermo-Calc[®] em condição de não-equilíbrio (Scheil). Como nas condições do modelo de Scheil não há difusão no sólido durante a solidificação, obtém-se uma estrutura zonada (*cored structure*) ao final da solidificação. Considerando processos de fundição, esse tipo de estrutura se forma quando o resfriamento é relativamente rápido e, no caso de uma liga de Al que contenha eutético, sua fase primária teria uma estrutura zonada (quimicamente heterogênea). Como a mesma curva é válida tanto no resfriamento quanto aquecimento e comumente se obtém uma estrutura zonada nos processos de fundição, o modelo de Scheil tem sido utilizado preferencialmente à “Regra da Alavanca” (equilíbrio) para descrever a fusão parcial de ligas usadas na tixotomografia (LIU, ATKINSON e JONES, 2005).

Da Figura 4.15 nota-se que a curva de fração líquida do DSC não coincide totalmente com a predita pelo Thermo-Calc[®]. Para ambas o líquido começa a se formar em temperaturas próximas, aproximadamente 550°C, contudo o DSC apresenta um início bem lento, sugerindo que a solução sólida α não é tão heterogênea quanto o modelo de Scheil estima. Isso pode ser atribuído a deformação que ocorreu a 300°C, ou seja, esse aumento de temperatura tendeu a homogeneizar o material. Outro fator que pode ter contribuído, e que talvez possa ser até mais relevante, é o próprio aquecimento do material para realizar o ensaio, que é feito a uma taxa relativamente pequena, possibilitando tempo para que haja difusão no material.

Após o início da formação do líquido, a curva do Thermo-Calc[®] cresce rapidamente até o “joelho”, que indica a completa dissolução do eutético. O “joelho” para o DSC ocorre acima do predito pelo Thermo-Calc[®] e não apresenta a mesma definição, sugerindo que esse processo esteja ocorrendo em vários lugares no material e também em diferentes estágios. Acima do “joelho”, região que corresponde à fusão da fase primária, as duas curvas têm maior correspondência. Muito provavelmente a divergência das curvas na região da fusão do eutético está relacionada a fatores cinéticos. Isso é corroborado com os resultados obtidos variando-se a taxa de aquecimento no DSC, conforme mostra a Tabela 4.2. Nessa tabela estão dispostos as temperaturas *solidus* e *liquidus* e a fração líquida a 580°C derivadas dos resultados do DSC a várias taxas e da simulação feita no Thermo-Calc[®]. Percebe-se a grande influência da taxa de aquecimento na fração líquida da liga, quanto maior a taxa utilizada mais distante é a fração líquida da fração obtida pela curva do Thermo-Calc[®]. Deve-se notar que a 580°C a fração líquida dada pela condição de Scheil (não-equilíbrio) é a mesma dada no equilíbrio, em torno de 55%.

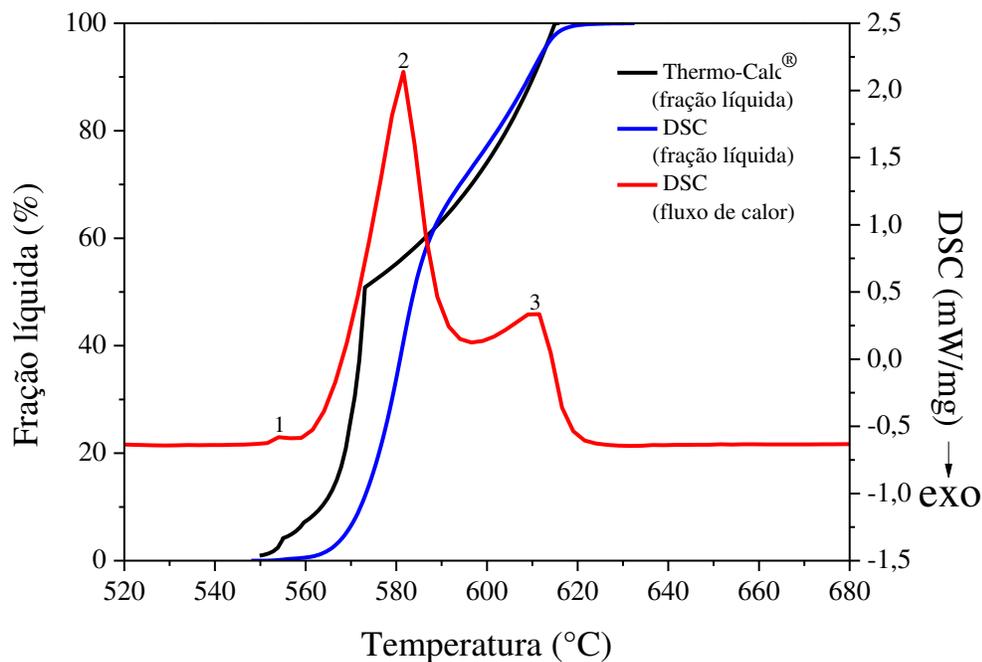


Figura 4.15: Transformação sólido-líquido da liga A356 específica desse trabalho, mostrando a curva de fluxo de calor obtido pelo DSC (10°C/min) e a correspondente fração líquida derivada dessa curva, e a simulação do Thermo-Calc® como comparação.

Ainda com relação aos resultados da Tabela 4.2, tem-se que a fusão da liga começa aproximadamente a 550°C independentemente da taxa de aquecimento utilizada. Porém, pode-se observar que a uma taxa de 5°C/min, a temperatura *solidus* é de 553°C, pouco acima do previsto pelo Thermo-Calc®, indicando que o material se tornou mais homogêneo pelo maior tempo exposto à alta temperatura. Diferentemente, a fusão completa do material variou bastante com a taxa, sendo que quanto maior a taxa imposta maior também foi a temperatura *liquidus* registrada, chegando a uma diferença de 55°C com a determinada pelo Thermo-Calc®.

Confrontando as curvas da Figura 4.15 e os resultados da Tabela 4.2 com as microestruturas apresentadas na Figura 4.14, percebe-se que o resultado obtido pelo Thermo-Calc® foi o mais coerente com relação às microestruturas a 580°C, já que houve a completa fusão do eutético (“joelho da curva”). O DSC com taxa de aquecimento de 5°C/min (taxa similar à utilizada no reaquecimento na faixa de 570-580°C) resultou em uma fração líquida de 42%,

indicando que o eutético ainda não havia sido totalmente fundido. Diferentemente do DSC, o reaquecimento não é feito a uma taxa constante, isso significa que há oscilações da taxa dependendo do tipo de reação, exotérmica ou endotérmica, o que possibilitou a total fusão do eutético. Outro fator que contribuí para que a fração líquida do reaquecimento utilizado deva ser mais condizente com a curva simulada é que o mesmo é feito a uma taxa extremamente rápida da temperatura ambiente até 500°C, em torno de 100°C/min, isso faz com que haja menos tempo para a homogeneização do material.

Tabela 4.2: Temperaturas *solidus* e *liquidus* e fração líquida a 580°C estimada por simulação termodinâmica (Thermo-Calc®) e determinadas por DSC realizada a várias taxas de aquecimento.

Método	Temperatura <i>solidus</i> (°C)	Temperatura <i>liquidus</i> (°C)	Fração líquida a 580°C (%)
Thermo-Calc®	550	615	55
DSC – 5°C/min	553	623	42
DSC – 10°C/min	549	632	34
DSC – 15°C/min	551	657	20
DSC – 20°C/min	549	658	20
DSC – 25°C/min	548	670	13

Como o procedimento de reaquecimento empregado deve ter mais relação com os resultados de fração líquida *versus* temperatura do Thermo-Calc®, a derivada dessa curva (Figura 4.16) foi feita a fim de mostrar as transformações que ocorrem na liga para esta atingir o estado semissólido. Essa derivada define uma propriedade conhecida como sensibilidade da fração líquida, que deve ser a menor possível na temperatura de trabalho (LIU, ATKINSIN e JONES, 2005). Da Figura 4.15, percebe-se que 580°C é uma temperatura adequada para se realizar a tixoconformação, pois nela o material apresenta uma fração líquida de 55% que muda muito lentamente com a temperatura, ou seja, apresenta baixa sensibilidade, possibilitando um menor controle de temperatura no processo. Trabalhar com temperaturas abaixo de 573°C dificultam o

processo de tixoconformação, já que uma pequena variação da temperatura pode causar grande variação da fração líquida.

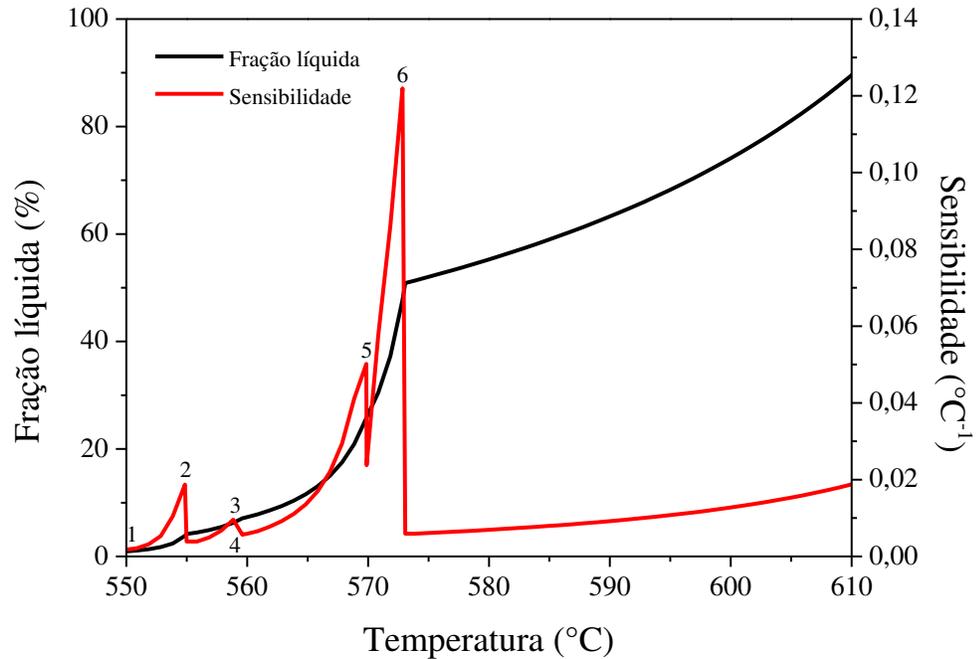


Figura 4.16: Sensibilidade da fração líquida em função da temperatura obtida pelo Thermo-Calc®.

As reações (sequência de 1-6 na Figura 4.16) que devem ocorrer durante a fusão parcial da liga A356 específica deste trabalho são apresentadas abaixo:



Deve-se notar que pequenas quantidades de ferro, cobre, titânio, magnésio e outros elementos residuais aumentam a complexidade da transformação do eutético pseudo-binário Al-Si, ao invés de uma temperatura bem definida a transformação ocorre dentro de um intervalo de temperaturas. No presente caso, esse intervalo é de 3°C (570 – 573°C), podendo chegar a mais de 10°C de acordo com simulações feitas no Therm-Calc®.

4.3. Efeito do tratamento isotérmico

Geralmente, utilizando outras rotas de processamento não se obtém globularização da microestrutura apenas com o reaquecimento (CAMPO, PRONI e ZOQUI, 2013). Dessa forma, usa-se do tratamento isotérmico para garantir completa transformação da morfologia dendrítica ou em roseta para globular, o que pode levar ao engrossamento excessivo da microestrutura e demandar muito tempo. Como esse não é o caso (Figura 4.3), o tratamento isotérmico tem outro propósito.

O aquecimento indutivo é atualmente o método comumente empregado na etapa do reaquecimento em aplicações comerciais de tixoconformação (JIANG, NGUYEN e PRUD'HOMME, 2007; KIRKWOOD, 2010). As vantagens desse processo recaem no fato de ser um método limpo, rápido e no qual a potência induzida pode ser facilmente controlada. No entanto, ele possui inconvenientes ligados a não uniformidade do aquecimento devido ao “efeito pelicular” (do inglês, *skin effect*), que concentra o aquecimento na superfície do material.

A etapa do reaquecimento da matéria-prima tixotrópica deve ser planejada de tal forma a garantir uma fração líquida uniforme. Para isso, deve-se minimizar a diferença de temperaturas entre o centro e a superfície do material. Tentando garantir essa uniformidade, faz-se com que o lingote a ser processado fique exposto a alta temperatura por certo tempo quando a temperatura alvo é atingida em sua superfície. Esse procedimento visa que haja homogeneização da temperatura através da condução de calor no material. No entanto, os glóbulos da matéria-prima não podem sofrer engrossamento excessivo durante essa etapa a fim de manter a uniformidade

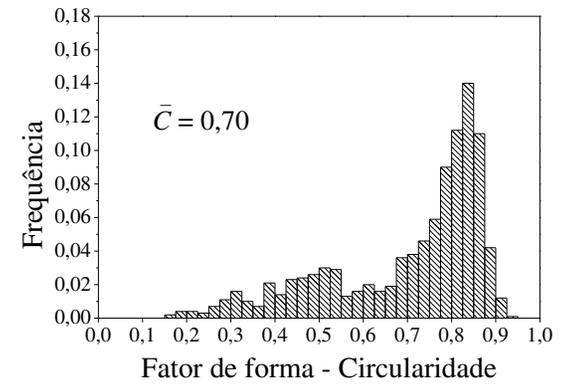
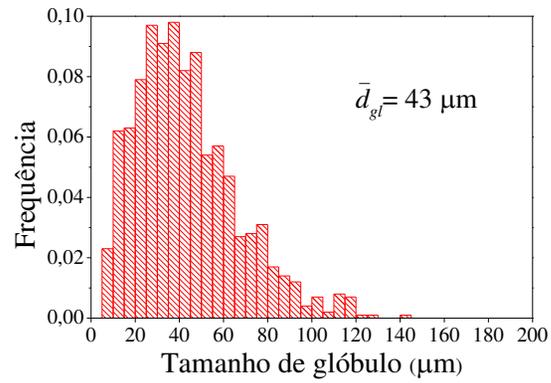
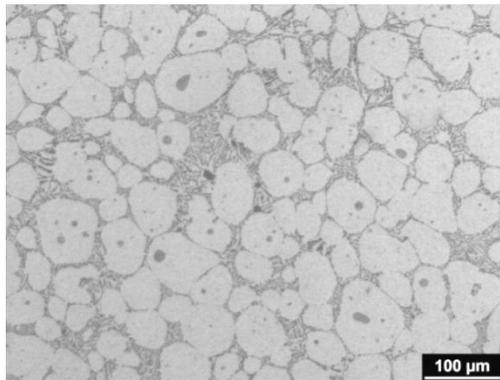
microestrutural na seção. Dessa forma, entender o efeito do tratamento isotérmico na pasta metálica é crítica para determinar a estabilidade do material à alta temperatura.

Sendo assim, microestruturas típicas de amostras submetidas ao tratamento isotérmico a 580°C pelos tempos de espera de 0, 30, 60, 90, 210 e 600s podem ser observadas na Figura 4.17. Nota-se, independentemente do tempo de espera, uma microestrutura formada por glóbulos livres no líquido e também aglomerados destes. Os glóbulos livres encontrados são quase que totalmente esféricos, mas possuindo diferentes tamanhos. Tem-se que entender a distribuição e a morfologia das partículas sólidas no líquido da matéria-prima semissólida é de extrema importância para a tixoconformação, pois elas influenciam a viscosidade da pasta metálica e as propriedades finais do produto conformado. Por isso, a Figura 4.17 também apresenta a distribuição do tamanho e do fator de forma dos glóbulos durante o tratamento isotérmico.

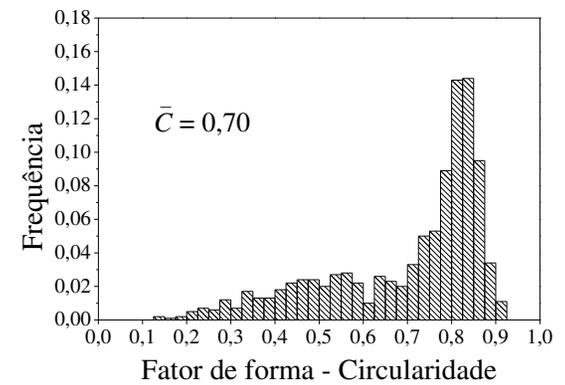
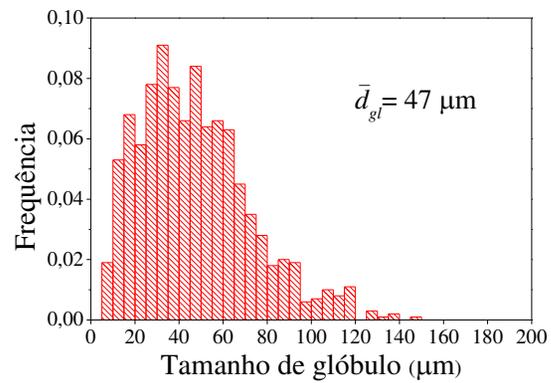
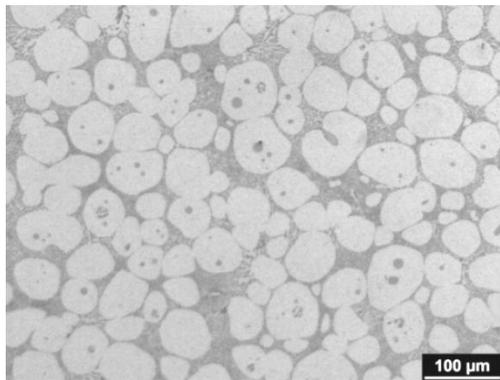
Como esperado, o aumento do tempo de exposição à alta temperatura causou aumento no tamanho médio dos glóbulos. As distribuições de tamanho encontradas na Figura 4.17 mostram que os glóbulos maiores cresceram em detrimento dos menores, ou seja, cresceram por difusão, característica do mecanismo de *Ostwald ripening*. Por outro lado, a coalescência também teve alguma contribuição no engrossamento da microestrutura, principalmente pelo fato do surgimento, na distribuição, de glóbulos com diâmetro equivalente superior a 140 μm .

Outro fator que deve ser levado em consideração na distribuição de tamanhos é que ela tornou-se menos estreita com o aumento do tempo de espera, resultando em uma microestrutura menos homogênea quando se compara, por exemplo, uma amostra submetida a um tempo de espera de 600s com uma submetida a 0s.

As distribuições do fator de forma (circularidade), como apresentadas na Figura 4.17, mostram que não houve diferenças significativas no fator de forma dos glóbulos com o aumento do tempo de espera, sendo 0,7 o valor médio de circularidade para todos os tratamentos. Como característica dessas distribuições, pode-se identificar um pico em torno de 0,8-0,9, correspondendo aos glóbulos livres no líquido, e baixas frequências distribuídas na faixa de valores de circularidade de 0,2-0,7, que correspondem aos glóbulos que sofreram coalescência durante a formação do líquido.

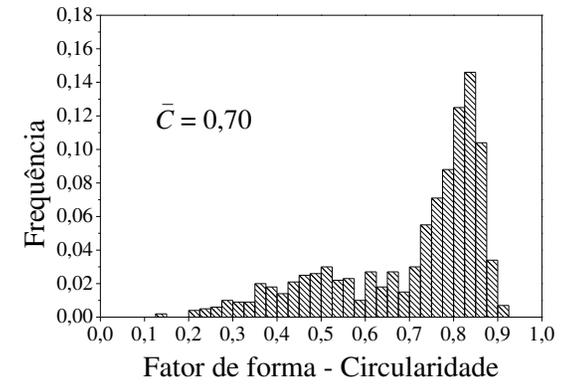
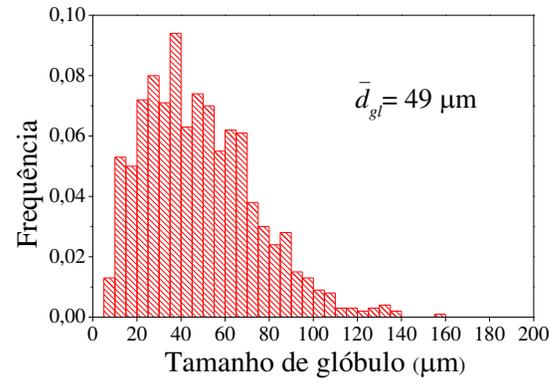
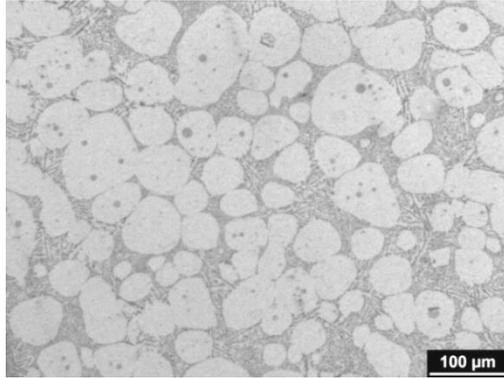


0s

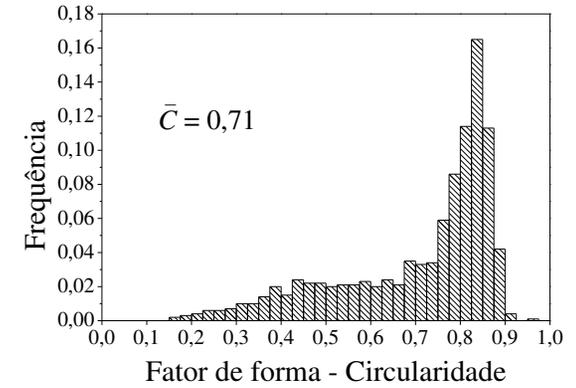
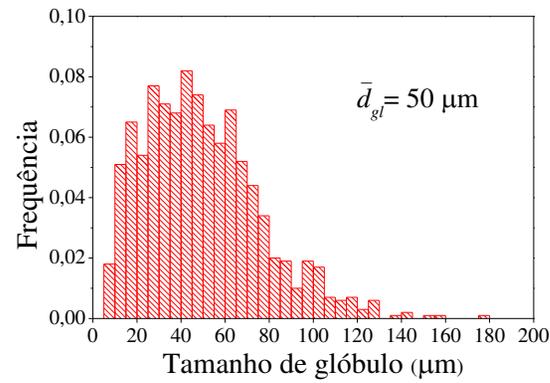
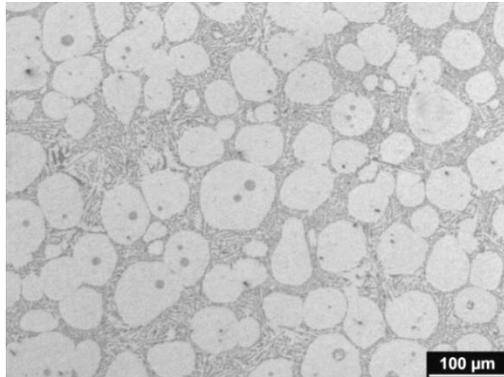


30s

Figura 4.17: Micrografias convencionais juntamente com as distribuições do tamanho de glóbulo e fator de forma (circularidade) de amostras submetidas ao tratamento isotérmico a 580°C por 0s, 30s, 60s, 90s, 210s e 600s.

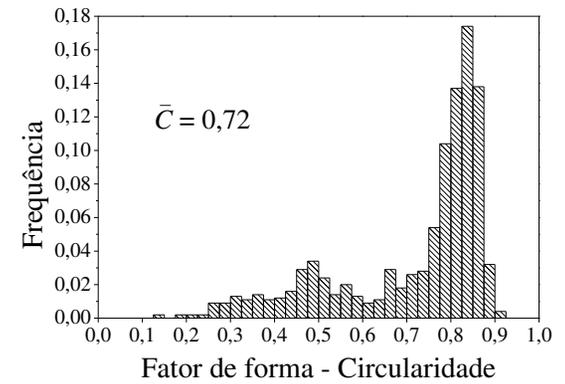
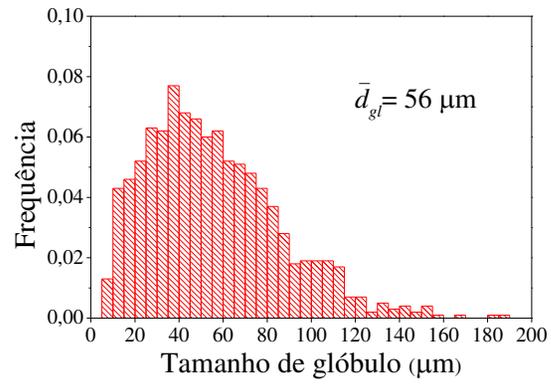
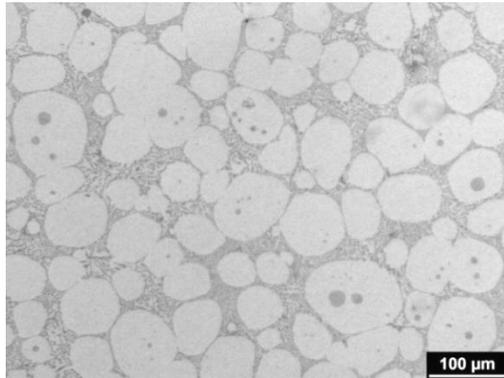


60s

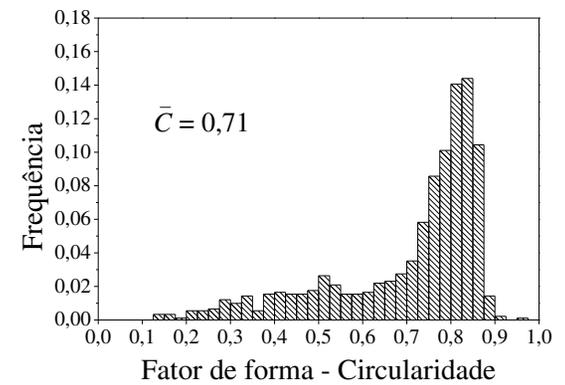
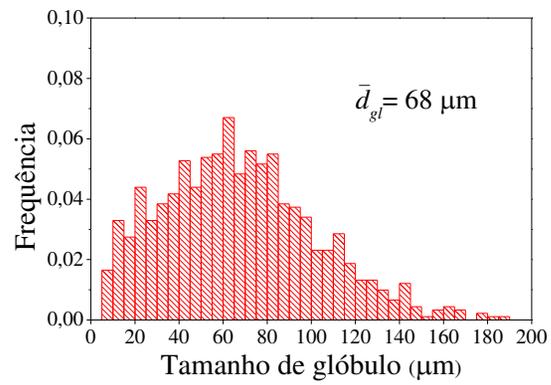
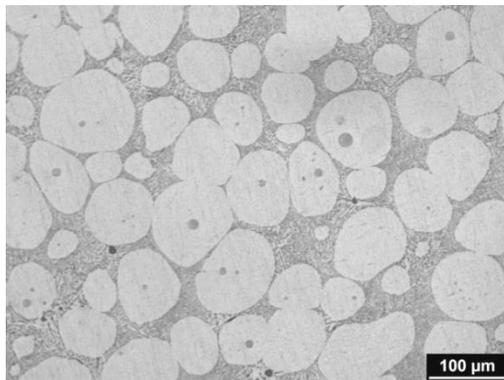


90s

Figura 4.17: (Continuação).



210s



600s

Figura 4.17: (Continuação).

A força motriz para a evolução microestrutural durante o tratamento isotérmico é a redução da área interfacial entre a fase sólida e a fase líquida. Assim, a Figura 4.18 apresenta a evolução da área superficial da interface sólido-líquido por unidade de volume (S_v) durante o tratamento isotérmico. Percebe-se que S_v evolui de maneira exponencial com o tempo, diminuindo mais rapidamente no início do tratamento. No entanto, essa redução de S_v é sutil, como demonstrado pela pequena constante exponencial (-0,005) da curva de tendência dos pontos experimentais.

O valor médio de S_v no início do tratamento isotérmico é de 67 mm^{-1} contra 80 e 115 mm^{-1} reportados para uma liga Al-7SiMg (A356/A357) solidificada sob agitação eletromagnética e convencionalmente, respectivamente (LOUÉ e SUÉRY, 1995). Após 600s de exposição a 580°C , S_v evoluiu para 48 mm^{-1} para a liga produzida neste trabalho e para 52 e 45 mm^{-1} novamente para a liga Al-7SiMg solidificada sob agitação eletromagnética e convencionalmente, respectivamente (LOUÉ e SUÉRY, 1995). Confrontando esses resultados, tem-se que quanto menos dendrítica a microestrutura for, mais estável ela será, ou seja, mudará de forma lenta durante o tratamento isotérmico, facilitando o controle do processo.

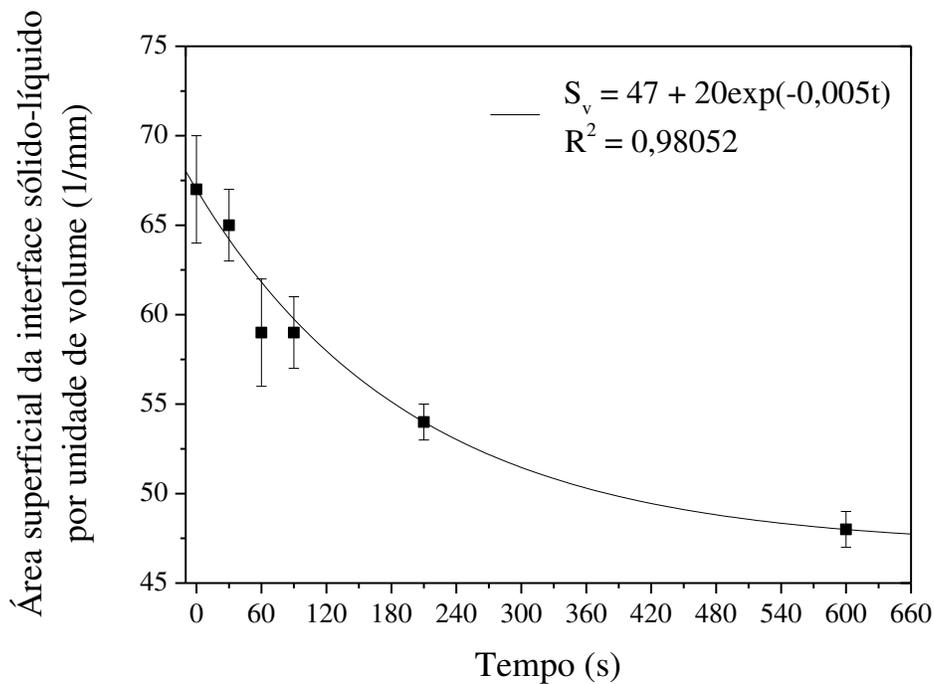


Figura 4.18: Evolução da área superficial da interface sólido-líquido por unidade de volume (S_v) em função do tempo de espera durante o tratamento isotérmico a 580°C .

Uma análise mais precisa da estabilidade da pasta metálica durante o tratamento isotérmico pode ser feita a partir da cinética de engrossamento da microestrutura. A cinética de engrossamento dos glóbulos tem sido constantemente descrita pela relação de *Lifshitz-Slyozov-Wagner* (LSW) (KIRKWOOD, 2010):

$$d^n - d_0^n = Kt$$

Equação 4.4

em que d e d_0 são os diâmetros médios dos glóbulos nos tempos t e 0 , respectivamente, e K representa a constante taxa de engrossamento. O expoente n pode assumir os valores de 2, 3 ou 4 dependendo do mecanismo de engrossamento predominante. Sabe-se que o engrossamento é controlado por difusão interfacial quando n é 2, por difusão de soluto (*Ostwald ripening*) quando n é 3, e por coalescência quando n é 4 (HAGHDADI, 2013).

Neste estudo, o valor de n que mais se adequou ao comportamento linear (apresentando o valor de R^2 mais próximo de 1) foi o 3 (Figura 4.19), implicando que o engrossamento dos glóbulos recristalizados no estado semissólido foi controlado principalmente pelo mecanismo de *Ostwald ripening*.

Dado um processo controlado exclusivamente pelo mecanismo de *Ostwald ripening*, pode-se utilizar a constante taxa de engrossamento K que foi modificada por Voorhees (HARDY e VOORHEES, 1998) e explorada em alguns trabalhos (LOUÉ e SUÉRY, 1995; VIEIRA, KLIAUGA e FERRANTE, 2004; KLIAUGA e FERRANTE, 2005):

$$K = \frac{64}{9} \frac{\Gamma D}{M_L (C_S - C_L)} f(f_\alpha)$$

Equação 4.5

em que f_α é função da fração sólida (3,17 no presente caso); Γ é a constante de capilaridade (2.10^{-7} mK); D é a difusividade do soluto no líquido (3.10^{-9} m²s⁻¹); M_L é a inclinação da *liquidus* (6,8 K/at.%); C_s é a concentração de soluto na fase sólida (1,3 at.% Si) e C_L é a concentração de soluto na fase líquida (10,8 at.% Si). A partir desses valores, a constante taxa de engrossamento

K é de $210 \mu\text{m}^3\text{s}^{-1}$. Esse valor é menor do que o encontrado aqui ($371,7 \mu\text{m}^3\text{s}^{-1}$, vide Figura 4.19). A diferença encontrada entre essas constantes pode ser atribuída a coalescência, a qual contribui para aumentar a taxa de engrossamento. Portanto, *Ostwald ripening* aparece como o mecanismo predominante de engrossamento da microestrutura, tendo a coalescência um papel minoritário nesse processo.

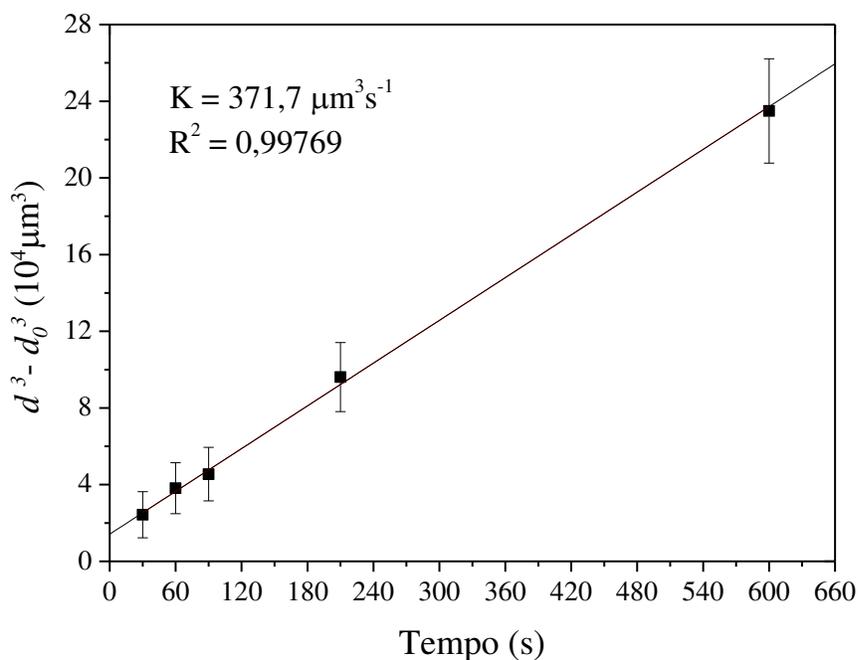


Figura 4.19: Cinética de engrossamento dos glóbulos (relação de LSW) durante o tratamento isotérmico a 580°C.

O valor de K irá depender da composição da liga, morfologia das partículas sólidas, procedimento de reaquecimento e também da fração líquida durante o tratamento isotérmico. Outros autores estudando a liga A356 e trabalhando a 580°C reportaram valores de K que estão dispostos na Figura 4.20. Confrontando os resultados dos demais trabalho com os do presente estudo, percebe-se que a grande maioria, mesmo utilizando o método SIMA, apresentou um valor de K superior ao de $371,7 \mu\text{m}^3\text{s}^{-1}$. Como o tamanho de glóbulo encontrado aqui é muito pequeno (43 e 68 μm para tempos de espera de 0 e 600s, respectivamente), considerando a área de processamento semissólido de metais, a migração de contornos pôde ter sido inibida, o que resultou em uma baixa constante taxa de engrossamento (ATKINSON e LIU, 2008).

O valor da constante taxa de engrossamento encontrada sugere que a rota de processamento utilizando apenas um passe ECA em uma matriz de 120° é eficiente na produção de uma pasta metálica estável, facilitando o controle durante a tixoconformação, como já dito anteriormente.

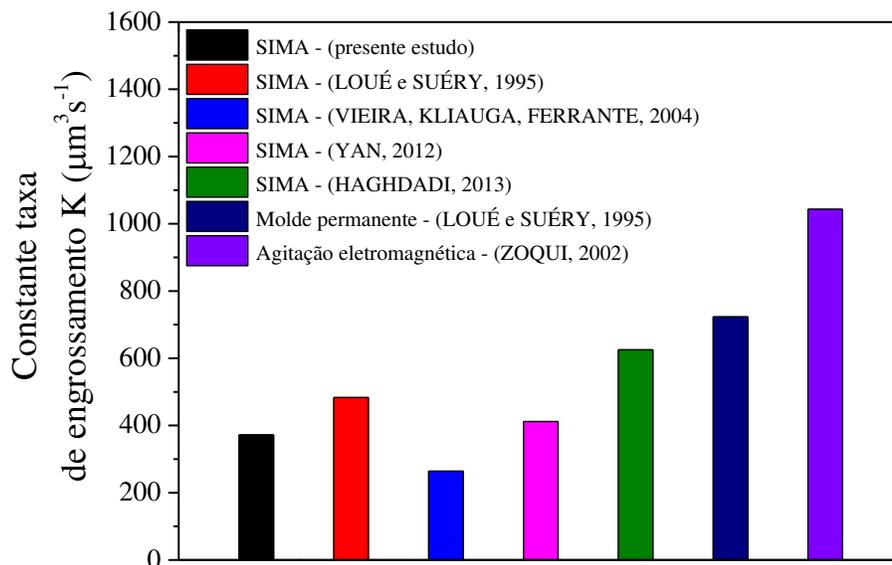


Figura 4.20: Constante taxa de engrossamento K para a liga A356 a 580°C para o presente estudo e outros.

Interconexões na fração sólida residual da pasta metálica são geralmente visíveis somente por metalografia sob luz polarizada. Sendo assim, o uso de ambas as técnicas, metalografia convencional e sob luz polarizada, permite avaliar de maneira mais efetiva a morfologia estrutural da matéria-prima tixotrópica.

Visando, então, uma caracterização mais completa, a Figura 4.21 apresenta micrografias sob luz polarizada típicas e a Tabela 4.3 mostra os resultados quantitativos (média e desvio padrão) da evolução do tamanho de grão e glóbulo e a relação grão/glóbulo de amostras submetidas ao tratamento isotérmico a 580°C. Observa-se que há poucos glóbulos adjacentes e com mesma tonalidade de cor, indicando uma baixa quantidade de interconexões tridimensionais na microestrutura. Desejam-se poucas interconexões a fim de evitar que se forme, na fase sólida, uma rede coesa que prejudicará o escoamento da pasta metálica durante a conformação de um componente.

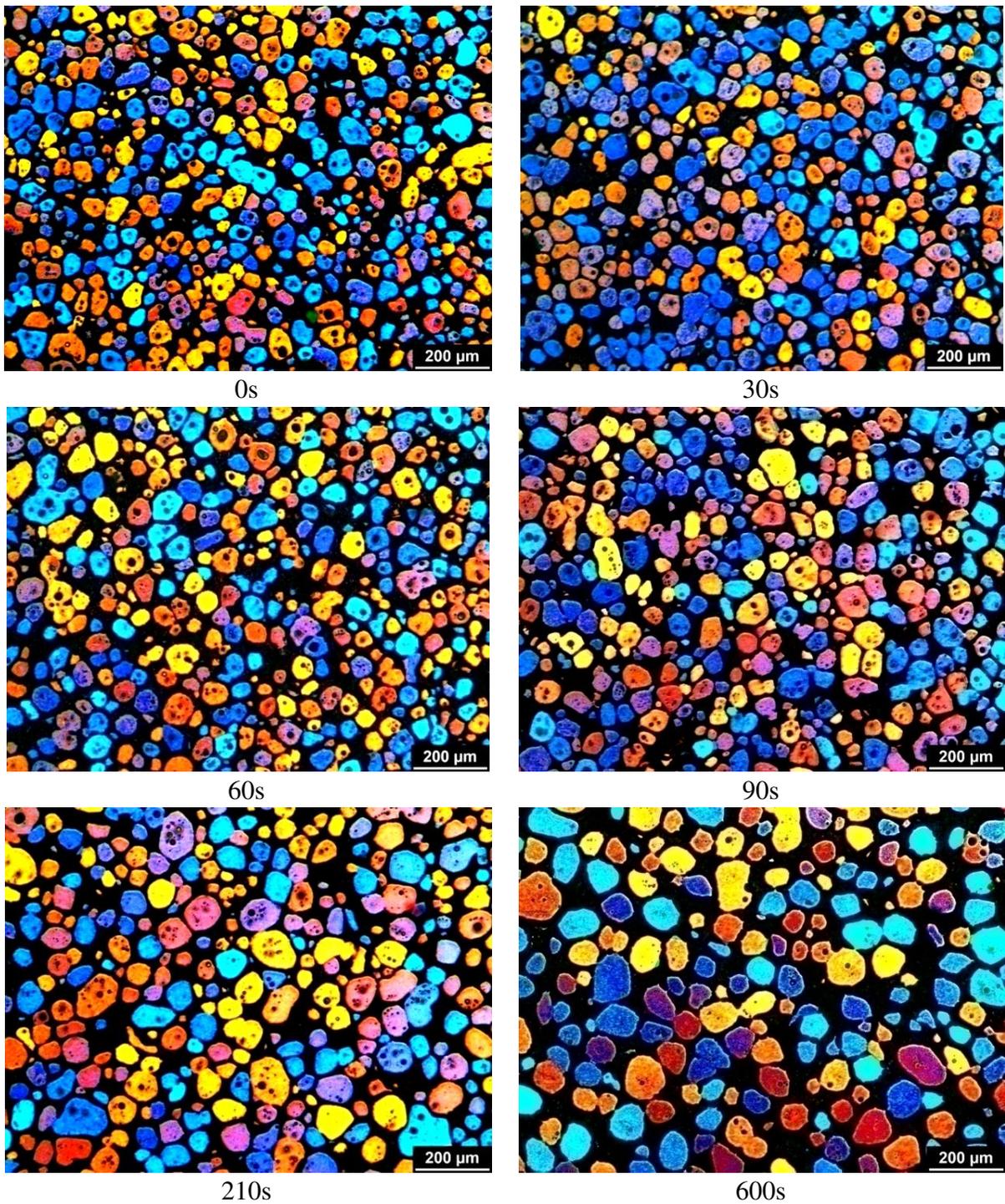


Figura 4.21: Micrografias sob luz polarizada de amostras submetidas ao tratamento isotérmico a 580°C por 0s, 30s, 60s, 90s, 210s e 600s.

Tem-se uma microestrutura totalmente globular, como aquela apontada no trabalho pioneiro de Flemings, Riek e Young (1973), quando não houver distinções entre o que é um

glóbulo e um grão, ou seja, quando a relação de tamanhos grão/glóbulo for igual a 1. Obtido essa condição, a pasta metálica irá apresentar uma viscosidade baixa o suficiente para que o processo de conformação seja eficiente. Observando a Tabela 4.3 percebe-se que a relação grão/glóbulo se manteve praticamente constante independentemente do tempo de espera, além de apresentar um valor médio de 1,3, bem próximo ao do valor ideal. Esses resultados indicam que a recristalização foi um método eficiente para evitar interconexões tridimensionais.

Tabela 4.3: Evolução do tamanho de grão e glóbulo e relação grão/glóbulo durante o tratamento isotérmico a 580°C.

Tempo de espera	Tamanho de grão (μm)	Tamanho de glóbulo (μm) ¹	Relação grão/glóbulo
0s	73 \pm 9	55 \pm 7	1,32
30s	76 \pm 8	57 \pm 9	1,32
60s	78 \pm 9	61 \pm 9	1,29
90s	82 \pm 12	62 \pm 8	1,32
210s	91 \pm 13	71 \pm 10	1,29
600s	104 \pm 18	81 \pm 16	1,28

¹ Conforme descrito no “Procedimento Experimental”, o tamanho de glóbulo teve que ser medido pelo método dos interceptos linear para o cálculo da relação grão/glóbulo. Nota-se que o tamanho de glóbulo aqui é maior do que o mostrado na Figura 4.17, pois o método dos interceptos não é capaz de levar em consideração a influência do eutético.

A Figura 4.22 compara a relação grão/glóbulo das amostras produzidas aqui com os resultados reportados por Zoqui et al. (2002) que trabalharam com o mesmo sistema, porém preparado por agitação eletromagnética. Como comparação, os autores também estudaram uma microestrutura totalmente dendrítica, obtendo valores de 11 e 8,6 para tempos de espera de 0 e 600s, respectivamente, durante um tratamento isotérmico a 580°C. Os autores, então, impuseram várias intensidades de agitação eletromagnética a fim de quebrar essa estrutura dendrítica. Como resultado, valores bem menores foram obtidos (Figura 4.22). Com uma agitação eletromagnética forte, eles conseguiram uma relação grão/glóbulo de 1,4 para um tempo de espera de 600s, valor

similar ao do alcançado no presente trabalho, porém o tamanho médio do grão obtido foi de 153 μm , valor superior ao reportado aqui para as mesmas condições (104 μm).

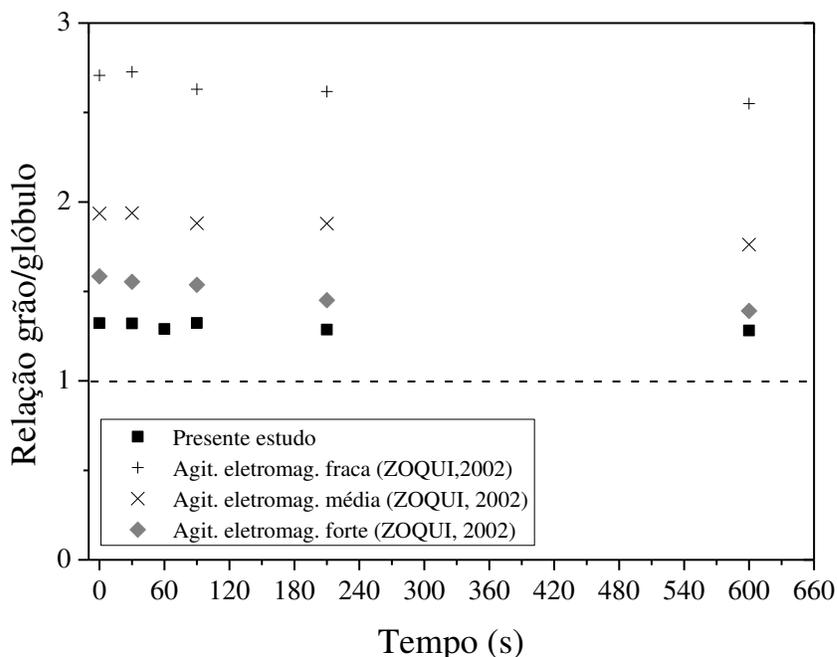


Figura 4.22: Relação grão/glóbulo para amostras submetidas ao tratamento isotérmico a 580°C no presente trabalho, juntamente com os resultados reportados por Zoqui et al. (2002).

Em vista dos resultados apresentados, sugere-se que durante o início da formação do líquido, coalescência ocorre preferencialmente nos glóbulos recristalizados e adjacentes, os quais apresentam orientação cristalina semelhante (veja Figura 4.7). Tem-se que a coalescência irá ocorrer nos primeiros momentos da formação do líquido, pois a fração líquida é baixa e os glóbulos estão mais próximos entre si, ambos os fatores que favorecem tal mecanismo. Porém, isso não significa que o mecanismo de *Ostwald ripening* não esteja ocorrendo concomitantemente ao coalescimento, mas sim que ele desempenha apenas um papel secundário. Essa hipótese é apoiada pelo trabalho de Kliauga e Ferrante (2005) que mostraram que, durante o reaquecimento a 580°C, o engrossamento de uma liga A356 extrudada, a partir da formação do primeiro líquido até a estabilização da fração líquida de equilíbrio a 580°C (55%), foi predominantemente controlado pela coalescência.

Vale dizer que a coalescência de uma microestrutura recristalizada, ou seja, o contato de dois ou mais glóbulos, tenderá a diminuir o fator de forma e aumentar a relação grão/glóbulo, pois os glóbulos recristalizados tendem a ser mais equiaxiais. Diferentemente, para uma microestrutura dendrítica ou em roseta, a coalescência irá diminuir a relação grão/glóbulo pela rápida coalescência dos ramos dendríticos e, assim, melhor o fator de forma.

Após atingir a temperatura de 580°C, prevalece a difusão de matéria (*Ostwald ripening*) no engrossamento da microestrutura, na qual há dissolução de glóbulos menores e incorporação desses em glóbulos maiores, o que sucede a um valor de K baixo. Como há pouca coalescência nesse estágio, a relação grão/glóbulo e o fator de forma aparecem constantes durante o tratamento isotérmico, já que o mecanismo de *Ostwald ripening* tende a eliminar regiões côncavas que caracterizam o contato de dois ou mais glóbulos. Assim, o esquema da formação e evolução da microestrutura com os principais mecanismos atuantes discutido acima é resumido na Figura 4.23.

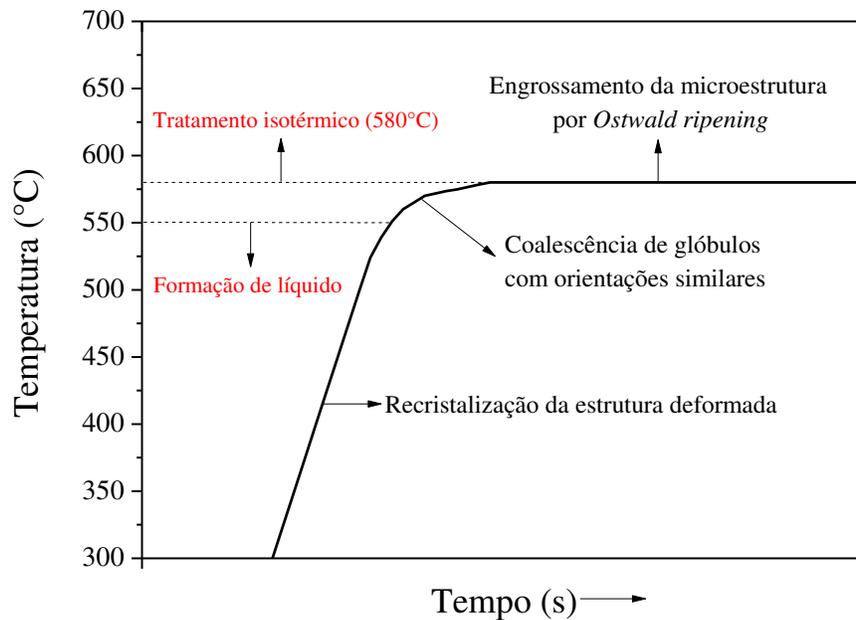


Figura 4.23: Esquema geral da formação e evolução da microestrutura no estado semissólido.

4.4. Comportamento reológico

Na Figura 4.24 podem-se observar macrografias típicas que revelam o aspecto geral de amostras após a compressão a quente. Com uma microestrutura dendrítica (Figura 4.24a), a pasta metálica não se deforma apropriadamente, por isso a formação de trincas superficiais e porosidades em sua borda. Diferentemente, uma microestrutura não-dendrítica propiciou um escoamento mais uniforme do material, como pode ser visto na Figura 4.24b.



Figura 4.24: Macrografias típicas de amostras após a compressão a quente com microestrutura: (a) dendrítica e (b) globular.

Curvas típicas de tensão em função da deformação podem ser vistas na Figura 4.25 para amostras submetidas ao tratamento isotérmico a 580°C e, então, comprimidas. Nota-se que, independentemente do tratamento, a curva inicialmente cresce até um valor máximo e se mantém aproximadamente constante com o aumento da deformação. Nessa etapa, o líquido atua como um lubrificante facilitando a movimentação dos glóbulos, assim, deformação ocorre sem que haja aumento significativo da tensão. No final do processo de compressão, a tensão volta a crescer rapidamente devido à expulsão (segregação) da fase líquida para a periferia, o que permite o contato entre as partículas sólidas da pasta metálica (KANG, CHOI e KIM, 1999).

Com o aumento do tempo de espera, tem-se que o início do rápido aumento da tensão ocorre mais cedo, ou seja, a uma deformação menor. Isso pode ser explicado a partir da observação da Figura 4.26. Essa figura apresenta a microestrutura de acordo com a posição na seção transversal do material após a compressão a quente. A posição “A” refere-se ao centro da amostra e “D”, à ponta. “B” é uma posição 7,5 mm distante de “A”, e C é 7,5 mm distante de C, compreendendo um raio do corpo-de-prova inicial.

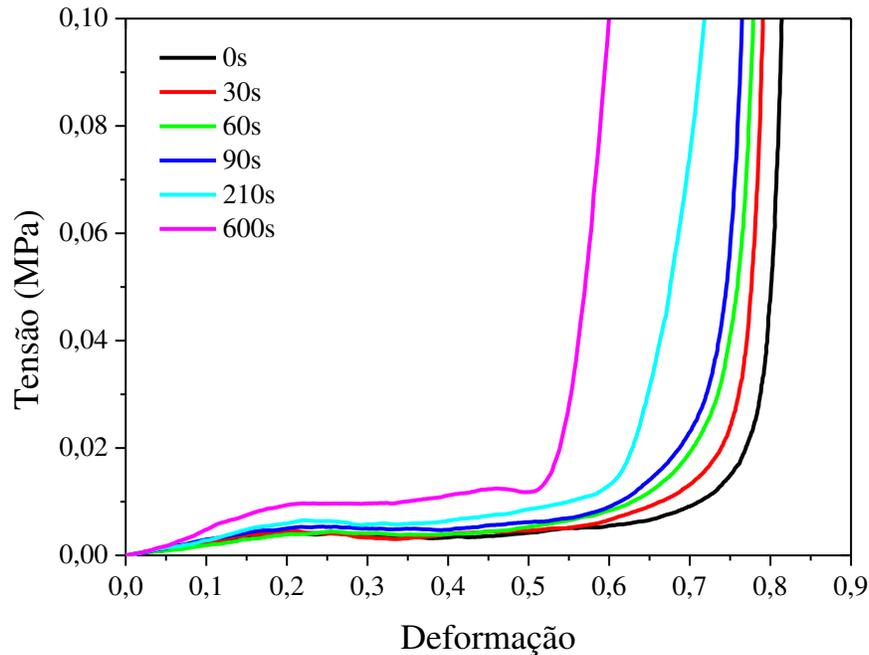


Figura 4.25: Curvas típicas de tensão verdadeira *versus* deformação engenharia para amostras submetidas ao tratamento isotérmico a 580°C por tempos de espera de 0, 30, 60, 90, 210 e 600s.

Para o tempo de espera de 0s, percebe-se uma maior homogeneidade na deformação, isto é, a pasta metálica foi capaz de responder a solicitação sem apresentar segregação significativa da fase líquida para as extremidades do material. Com o aumento do tempo de espera, a segregação de líquido torna-se cada vez mais importante de tal forma que amostras tratadas por longos tempos, notadamente 210 e 600s, exibem uma clara diferença na quantidade de líquido entre o centro e a extremidade da amostra. Isso pode ser explicado pelo aumento do tamanho de glóbulos com o aumento do tempo de espera, pois partículas sólidas maiores devem se tocar a uma deformação menor.

Como o contato de partículas sólidas tende a ocorrer mais cedo com o aumento do tempo de espera, há mais tempo para que ocorra deformação sólido-sólido, assim, o pico de tensão no final do processo também é maior. Por isso, observou-se os valores mínimo de 0,25 MPa e máximo de 1,60 MPa para os tempos de espera de 0s e 600s, respectivamente.

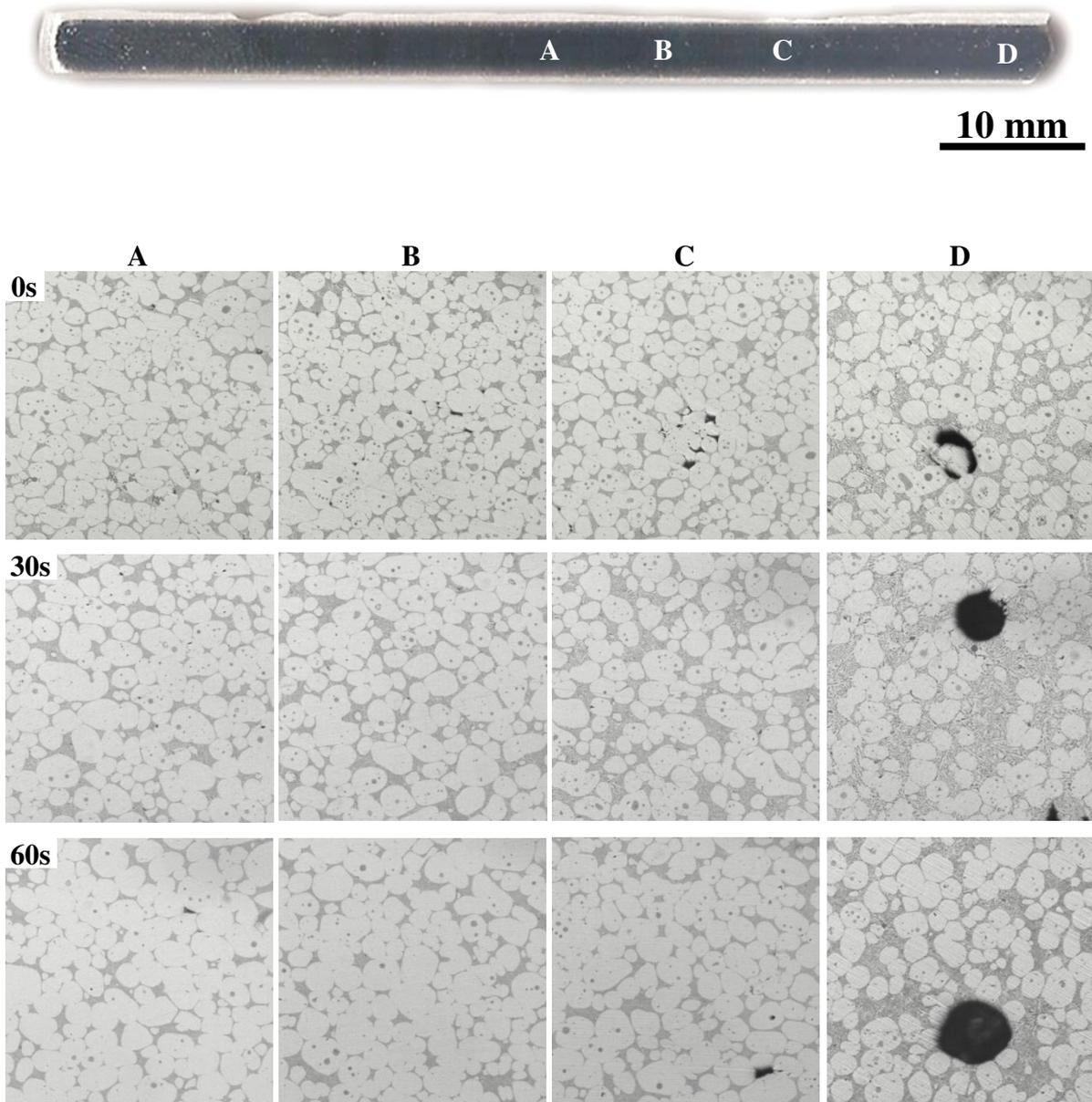


Figura 4.26: Evolução da microestrutura de acordo com a posição na seção transversal de amostras após a compressão a quente.

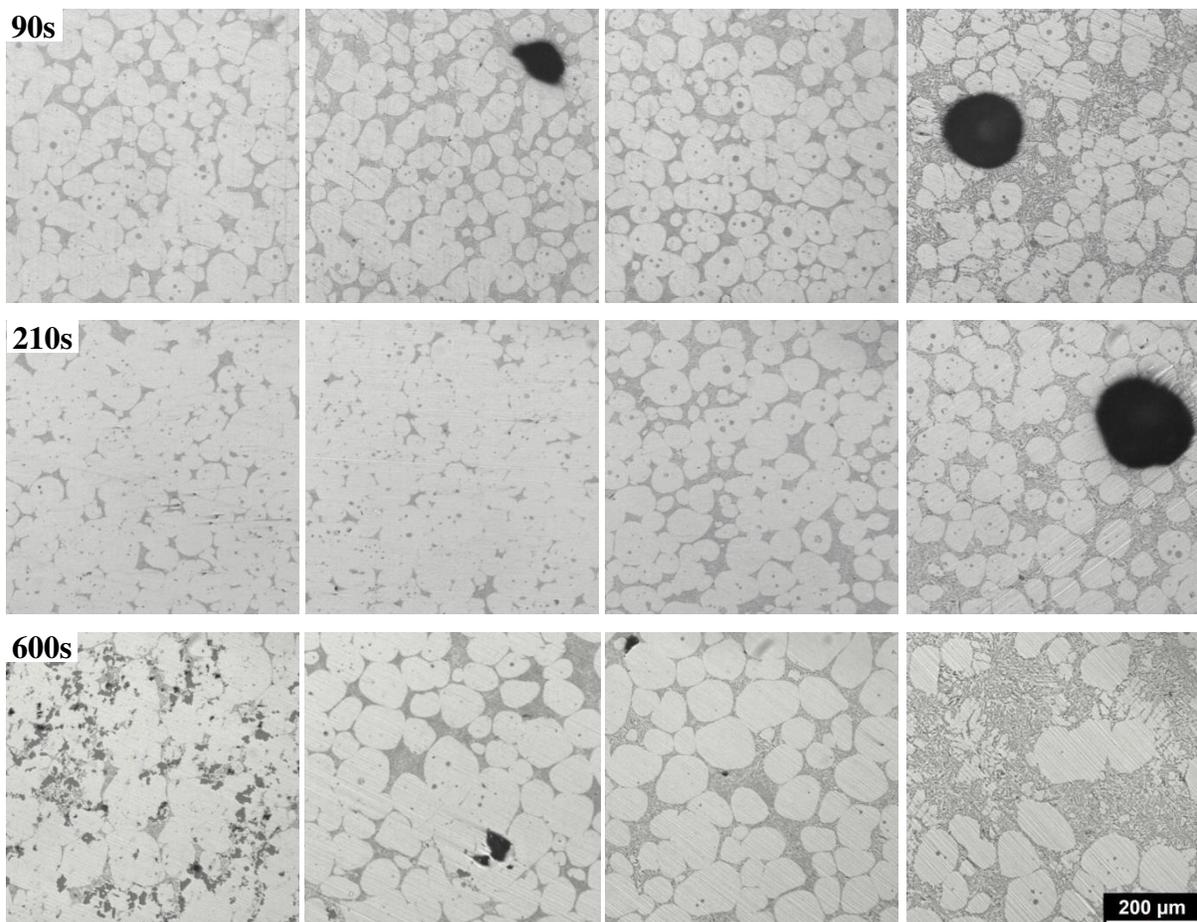


Figura 4.26: (Continuação).

Ainda com relação às microestruturas da Figura 4.26, percebe-se a presença de dois tipos de poros. O primeiro é grande e arredondado oriundo da evolução de gases durante o tratamento isotérmico. Esse tipo de porosidade se distribui ao longo de todo o volume do material e em grande quantidade (vide Figura 4.27a). Após a compressão, a maioria desses poros é eliminada, persistindo alguns, por sua vez, principalmente na região da ponta do material deformado (região D na Figura 4.26), onde a deformação é menos eficiente e a quantidade de líquido é maior. O segundo tipo de porosidade encontrado após a compressão a quente é demonstrado na Figura 4.27b. Diferentemente do primeiro, eles são pequenos, irregulares e concentrados nos contornos de glóbulos que entraram em contato devido à deformação. Quando alguns glóbulos se tocam pode haver expulsão do líquido na região de interação, formando uma região vazia (poro). Caso os glóbulos não sejam suficientemente deformados para coalescerem, esses vazios formados não são fechados, culminando em porosidade.

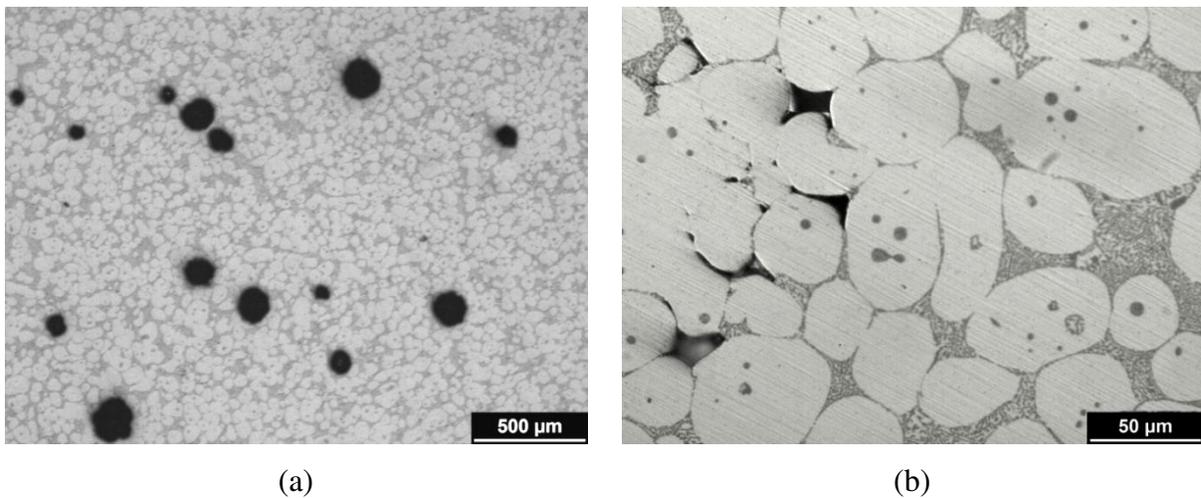


Figura 4.27: Porosidade devido à: (a) evolução de gás durante o tratamento isotérmico e (b) expulsão de líquido nos contornos de glóbulos em contato durante a deformação.

O comportamento típico da viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento é mostrado na Figura 4.28. Para todas as condições, a viscosidade inicialmente diminui rapidamente com o aumento da taxa de cisalhamento. Após essa rápida queda, a viscosidade continua diminuindo, porém a uma taxa muito menor de tal maneira que algumas curvas apresentam um patamar. Por fim, a viscosidade volta a crescer devido à segregação de líquido e consequente deformação sólido-sólido.

Amostras submetidas ao tratamento isotérmico pelo tempo de espera de 0s praticamente não apresentaram o aumento final do valor da viscosidade, considerando a amplitude de taxas de cisalhamento obtidas nesse ensaio. Com o aumento do tempo de espera, esse fenômeno volta a ocorrer a uma taxa cada vez menor como observado na curva tensão *versus* deformação (Figura 4.25). Durante a tixoconformação, o preenchimento de uma seção fina impõe altas taxas de cisalhamento no material, isso significa que uma matéria-prima tratada por longos tempos de espera podem não ser adequadas para a conformação de um componente com geometria mais complexa por haver segregação de líquido, o que deve ser evitado a fim de produzir uma peça com microestrutura uniforme.

A pequena variação da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento, que caracteriza o patamar aproximadamente constante de viscosidade, já foi observado por Zoqui

(2001). Nesse estudo, o autor reportou que quanto maior o caráter globular da pasta metálica, menor é a queda da viscosidade aparente em função do aumento da taxa de cisalhamento.

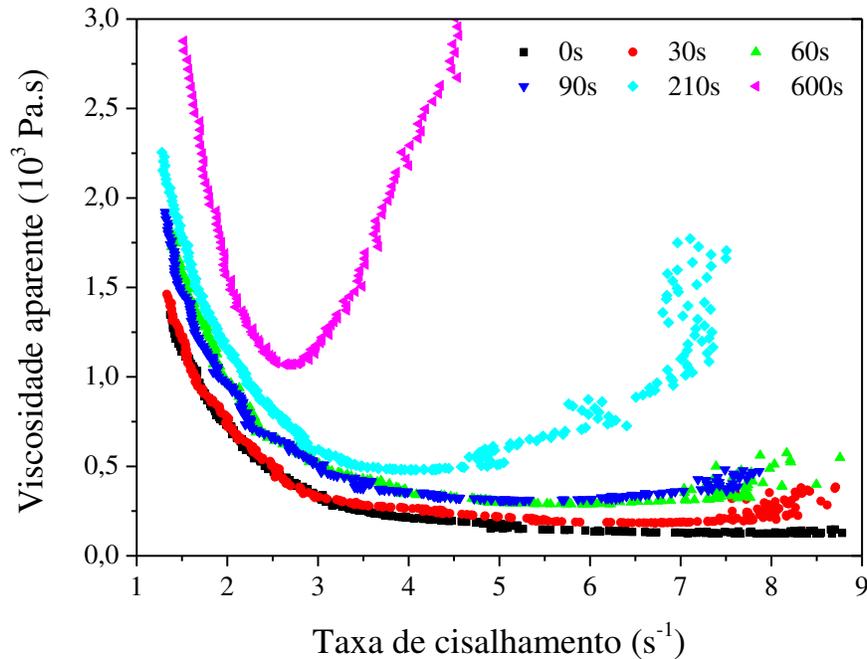


Figura 4.28: Curvas típicas de viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento para amostras submetidas ao tratamento isotérmico a 580°C por tempos de espera de 0, 30, 60, 90, 210 e 600s.

A Tabela 4.4 apresenta os valores de viscosidade aparente medida a taxas de cisalhamento de 1,4 e 5,0 s^{-1} . Esses valores visam representar a viscosidade no patamar e máxima obtidas durante a compressão, respectivamente. Nota-se que os valores médios obtidos para a viscosidade máxima crescem com o aumento do tratamento isotérmico. Como supracitado, a viscosidade de um fluido tixotrópico diminui com o aumento da taxa de cisalhamento. Quando não há cisalhamento, as partículas globulares se aglomeram e formam uma rede tridimensional, culminando em uma alta viscosidade. Com aplicação de cisalhamento, os aglomerados são desfeitos até que os glóbulos apresentem um tamanho médio proporcional ao cisalhamento aplicado, causando a queda da viscosidade (HIRT e KOPP, 2009). Dessa forma, a viscosidade é uma indicação da quantidade de aglomerados na pasta metálica que, por sua vez, é obtida pela relação grão/glóbulo. Contudo, tem-se da Tabela 4.3 que a relação grão/glóbulo se manteve constante independentemente do tempo de espera (aproximadamente 1,3). Embora as amostras

apresentem a mesma quantidade de aglomerados, o tempo de exposição à alta temperatura faz com que a interface de contato de dois ou mais glóbulos tenda a desaparecer, aumentando a seção transversal de contato e, conseqüentemente, a tensão necessária para quebrar tal aglomerado. O mesmo raciocínio pode ser aplicado para a viscosidade média no patamar, mas como a taxa de cisalhamento é maior, os aglomerados também o são, resultando em menor viscosidade, mas com a mesma tendência de aumentar com o tempo de espera.

Tabela 4.4: Viscosidade aparente medida a 1,4 e 5,0 s⁻¹ de acordo com o tempo de espera durante o tratamento isotérmico.

Condição	μ (10 ³ Pa.s) medida a 1,4 s ⁻¹	μ (10 ³ Pa.s) medida a 5,0 s ⁻¹
0s	1,10 ± 0,25	0,18 ± 0,01
30s	1,32 ± 0,15	0,21 ± 0,02
60s	1,53 ± 0,28	0,32 ± 0,05
90s	1,55 ± 0,29	0,28 ± 0,08
210s	1,80 ± 0,29	0,49 ± 0,10
600s	2,58 ± 0,72	— ¹

¹ Essa medida não foi aplicada a essa condição devido à segregação de líquido que ocorreu a taxas de cisalhamento em torno de 3 s⁻¹.

A ordem de grandeza da viscosidade encontrada nesses ensaios de compressão variam de 10² a 10³ Pa.s. Sabe-se que a viscosidade do vidro fundido se estende na faixa de 10³ a 10⁶ Pa.s (FLEMINGS, 1991), o que demonstra a alta conformabilidade da matéria-prima tixotrópica produzida pelo processo ECA. Como comparação, Zoqui, Paes e Robert (2004) reportaram valores de viscosidade aparente da ordem de 10⁵ Pa.s para uma liga A356 tixotrópica comercial (ALTHIX[®]67S) e outra produzida por agitação eletromagnética que foram comprimidas a 580°C. Porém, esses valores foram encontrados para um tratamento isotérmico de 210s, condição no qual as amostras apresentaram melhor comportamento viscoso. Como dito, economicamente o método SIMA não pode competir com a agitação eletromagnética para ligas de alumínio (HIRT e KOPP, 2009). Porém, os resultados obtidos aqui mostram que um passe ECA produziu uma pasta

metálica mais refinada e com melhor comportamento viscoso que a rota utilizando agitação eletromagnética. Além disso, a pasta pode ser trabalhada a baixos tempos de espera, o que contribui para a diminuição do gasto de energia e do tempo de processamento.

Embora esses baixos valores de viscosidade conferem alta conformabilidade à pasta metálica, o lingote da liga do estado semissólido é mais propenso a se deformar caso seja necessário o transporte do mesmo. Ainda deve-se ressaltar que a viscosidade observada aqui é ainda 5 a 6 vezes superior a apresentada por metais totalmente líquidos, dificultando a obtenção de fluxo turbulento durante o preenchimento de moldes e matrizes e, conseqüentemente, reduzindo o nível de porosidade na peça ou componente.

Inferre-se dos resultados que um tratamento isotérmico de até 90s pode gerar uma matéria-prima adequada à tixoconformação, pois as amostras apresentaram comportamento semelhante durante a compressão a quente.

4.5. Comportamento mecânico em tração

Como detalhado no “Procedimento Experimental” os ensaios de tração foram realizados nas condições fundida, deformada por um passe ECA e após a compressão no estado semissólido (tixoconformada) tendo decorrido vários tempos de espera. Dessa forma, a Figura 4.29 apresenta as propriedades de tração (tensão de escoamento, limite de resistência à tração e alongamento) obtidas para cada condição ensaiada. Por sua vez, a Tabela 4.5 resume os resultados quantitativos desses ensaios.

De forma geral, as amostras tixoconformadas obtiveram melhores propriedades mecânicas. Observa-se que nessa condição, elas apresentaram valores de tensão de escoamento superiores ao material fundido e próximos ao deformado. Contudo, o escoamento teve uma leve queda com o aumento do tempo de espera no tratamento isotérmico.

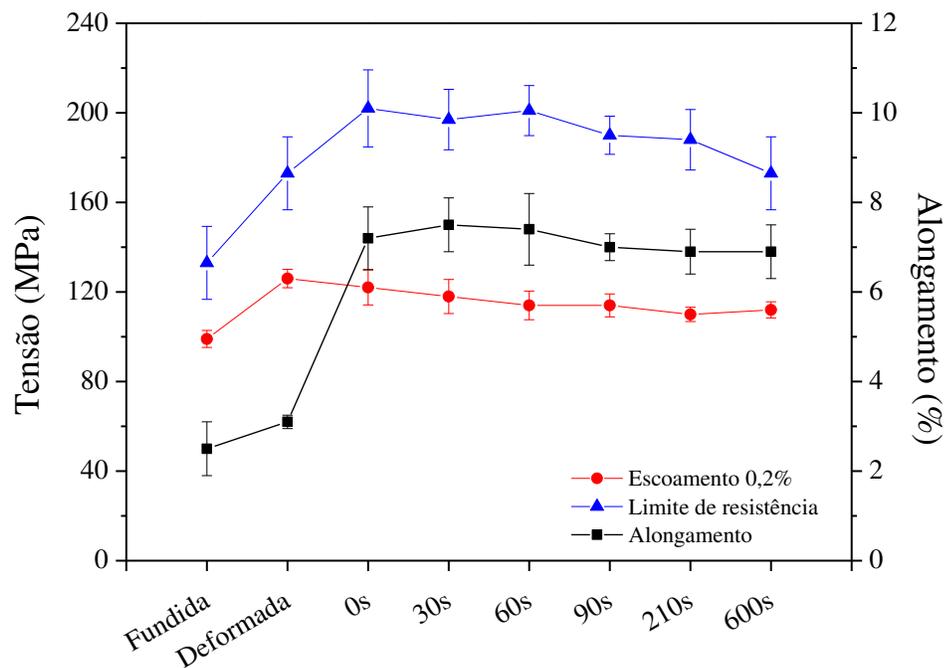


Figura 4.29: Propriedades de tração do material fundido, deformado e após a compressão no estado semissólido (tixoconformado).

Tabela 4.5: Propriedades de tração para todas as amostras testadas.

Condição	Tensão de escoamento (MPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)
Fundida	99 ± 4	133 ± 16	2,5 ± 0,6
Deformada	126 ± 4	173 ± 16	3,1 ± 0,1
0s	122 ± 8	202 ± 17	7,2 ± 0,7
30s	119 ± 8	197 ± 13	7,5 ± 0,6
60s	114 ± 6	201 ± 11	7,4 ± 0,8
90s	114 ± 5	190 ± 8	7,0 ± 0,3
210s	110 ± 3	188 ± 14	6,9 ± 0,5
600s	112 ± 4	173 ± 16	6,9 ± 0,6

Com relação ao limite de resistência e alongamento, o material tixoconformado exibiu um desempenho superior tanto ao material fundido quanto deformado. A amostra 0s obteve a maior resistência, com um valor médio de 202 MPa. Novamente o aumento do tempo de espera no tratamento isotérmico causou a queda dessa propriedade de tal forma que a amostra 600s apresentou uma resistência de 173 MPa, mesmo valor obtido na amostra deformada. Como esperado, a condição fundida forneceu o pior resultado de resistência à tração, com um valor 30% menor do que na pior condição tixoconformada. As amostras tixoconformadas alongaram-se em torno de 7%, mostrando serem mais dúcteis do que a fundida, que gerou um alongamento médio de apenas 2,5%. Mesmo após a deformação ECA, o alongamento médio continuou baixo, aproximadamente metade do alcançado pelas amostras tixoconformadas.

A Figura 4.30 mostra o caminho percorrido pela trinca durante a fratura. Pode ser visto que no material fundido (Figura 4.30a) a propagação da trinca ocorreu através do eutético, caracterizando uma fratura intergranular. Isso ocorre porque, uma vez nucleada nos constituintes do eutético, a trinca percorrerá o caminho que oferecer menor resistência a sua propagação, no caso, o próprio eutético. Entretanto, nas condições deformada (Figura 4.30b) e tixoconformada (Figuras 4.30c e d) a trinca também se propaga pela matriz de Al (seta vermelha indica tal fenômeno), evento observado mais frequentemente nas amostras tixoconformadas. Esse tipo de propagação caracteriza uma fratura mista, ou seja, intergranular e transgranular. Durante a extrusão em canal angular o eutético é deformado e redistribuído no material, isso pode ter forçado a trinca a passar pela matriz de Al em algumas regiões. O mesmo ocorre para o material tixoconformado, durante a deformação surgem aglomerados de glóbulos com pouco eutético entre eles, fazendo com que a trinca transpasse necessariamente pelo Al.

As superfícies de fratura (Figura 4.31) contam com características distintas devido ao modo de propagação da trinca e à morfologia do eutético de cada amostra. Em baixa magnificação, a fractografia do material fundido (Figura 4.31a) inclui vários poros, resultado da contração durante a solidificação e aprisionamento de gás. Diferentemente, poucos poros foram encontrados nas superfícies das amostras tixoconformadas, representadas na Figura 4.31b pela condição 0s já que diferenças mínimas foram observadas entre cada condição.

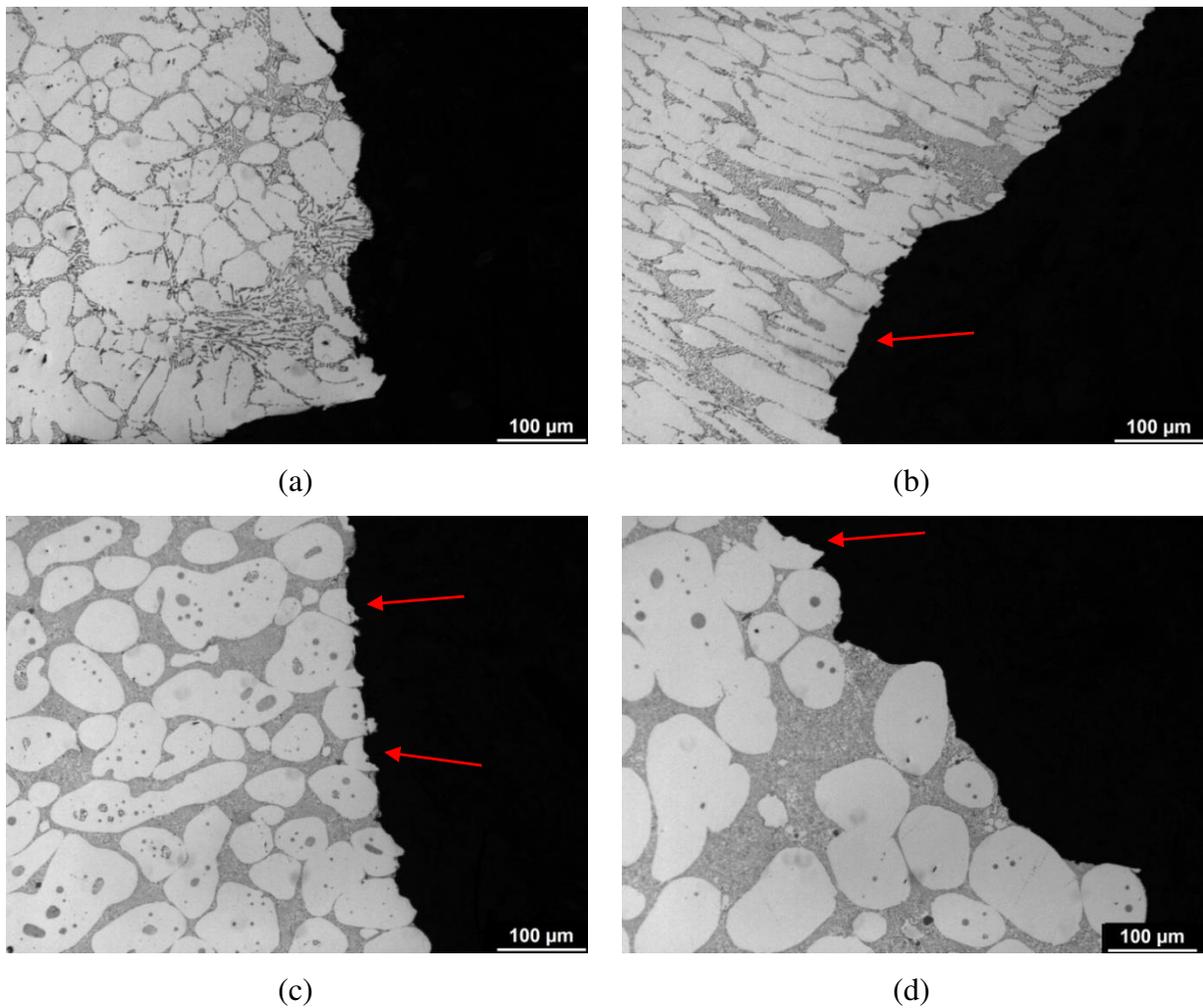


Figura 4.30: Micrografias mostrando a região de fratura nos corpos de tração do material na condição: (a) fundida; (b) deformada; (c) 0s e (d) 600s.

Maiores detalhes foram revelados pela maior magnificação das superfícies. A fratura de partículas de Si provocou a formação de planos de clivagem e trincas secundárias na superfície de fratura do material fundido (Figura 4.31c), claramente implicando um modo frágil de fratura. Por outro lado, um modo de fratura misto é observado na fractografia do material tixotomado (Figura 4.33d), na qual a presença, embora em pequena quantidade, de alvéolos de deformação (*dimples*) pôde ser constatada. Tem-se que a superfície de fratura do material deformado apresentou características semelhantes ao do material deformado, já que também houve a presença de alguns *dimples*, também caracterizando uma fratura mista.

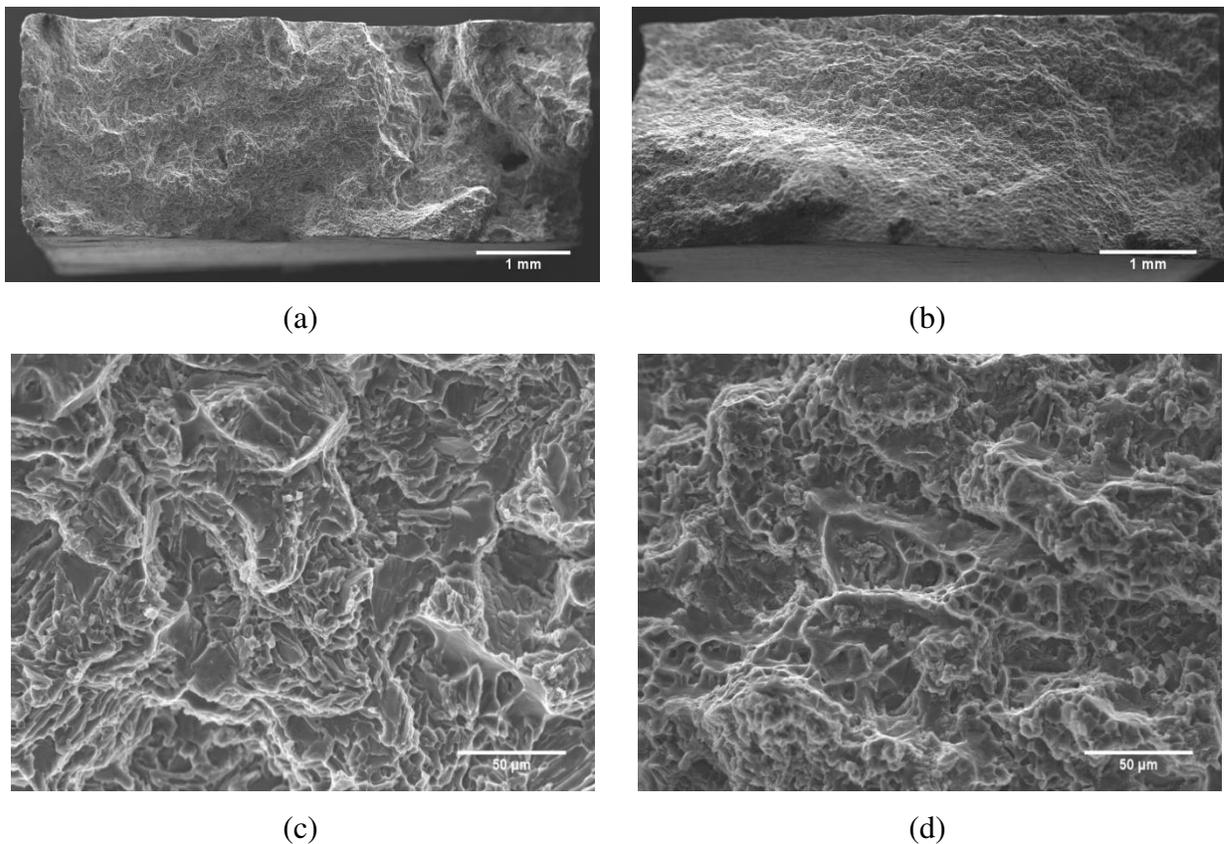


Figura 4.31: Superfícies de fratura do material (“a” e “c”) fundido e (“b” e “d”) tixoconformado (0s).

Pode-se atribuir as propriedades mecânicas obtidas às diferenças microestruturais derivadas de cada condição de processamento, já que todas as amostras possuem a mesma composição química.

Sabe-se que as propriedades mecânicas de materiais polifásicos, como a liga A356, dependem da quantidade e propriedades individuais das fases constituintes assim como do tamanho e da morfologia das mesmas. Por isso, a influência dos parâmetros microestruturais como o espaçamento dendrítico e o tamanho e forma das partículas de Si tem sido extensivamente estudada para essa liga (CÁCERES, DAVIDSON e GRIFFITHS, 1995; WANG e CÁCERES, 1998; GARCÍA-INFANTA, 2008; JIANG, 2013).

A Figura 4.32 compara a morfologia do eutético para as três condições. Como mencionado anteriormente, o eutético do material fundido (Figura 4.32a) se apresenta na forma mista do tipo

floco/fibra da mesma maneira do que no material tixoconformado (Figura 4.32c), porém este é mais refinado. Tal diferença deve-se a solidificação sobre pressão durante a compressão a quente, benefício real dos processos de tixoconformação. Por sua vez, o eutético do material deformado por um passe ECA aparece levemente fragmentado (Figura 4.32b). O diâmetro equivalente das partículas mais grosseiras de Si foi de 7, 4 e 3 μm para as condições fundida, deformada e tixoconformada, respectivamente. Já os valores máximos para a razão de aspecto (comprimento/largura) ficaram em torno de 11, 6 e 7 para as mesmas condições, mostrando que a deformação ECA foi capaz de quebrar as partículas mais grosseiras de Si.

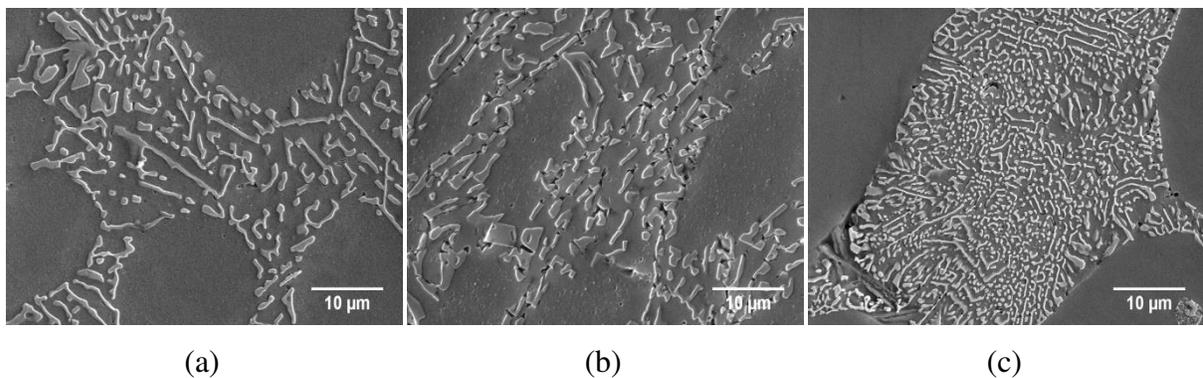


Figura 4.32: Morfologia do eutético no material (a) fundido; (b) deformado; e (c) tixoconformado (0s).

Esses resultados podem explicar a diferença na ductilidade das amostras ensaiadas. Sabe-se que a fratura da liga A356 ocorre em três estágios (CÁCERES, DAVIDSON e GRIFFITHS, 1995; WANG e CÁCERES, 1998): (i) fratura das partículas de Si a baixas deformações; (ii) geração de bandas de cisalhamento localizadas com a continuação do processo de deformação, produzindo microvazios pela união de partículas fraturadas adjacentes; e (iii) propagação de uma trinca que se formou pela coalescência desses microvazios, levando à fratura final. As partículas mais grosseiras e alongadas de Si têm maior probabilidade de fraturarem (CÁCERES e GRIFFITHS, 1996), ou seja, a trinca é nucleada a uma deformação menor, por isso as amostras fundidas apresentaram baixa ductilidade, além do fato da trinca somente se propagar pelo eutético que é um componente frágil. Sugere-se que o material deformado teve baixa ductilidade porque o processo ECA causou a fratura de diversas partículas de Si e a trinca durante a tração pôde se desenvolver rapidamente sem que houvesse deformação plástica apreciável. Entretanto,

devido a um eutético mais refinado, a nucleação da trinca ocorreu a maiores deformações nas amostras tixoconformadas. Ainda assim, a propagação da trinca pela matriz de Al contribuiu para uma maior ductilidade, já que o Al, que é dúctil, age como uma barreira para o aumento da trinca, retardando a fratura das amostras.

Sugere-se que o eutético mais refinado também seja a causa da maior resistência mecânica das amostras tixoconformadas. Porém, a leve tendência de queda dessa propriedade com o aumento do tempo de espera deve-se a menor área de contornos entre as partículas sólidas e o líquido (eutético) nas amostras tratadas por tempos mais longos, em razão do aumento do tamanho de glóbulo e segregação de líquido.

Outro fator que contribuiu para a baixa ductilidade da liga fundida foi o alto nível de porosidade, que chegou a 2% (valor estimado pela fração de área ocupada pelos poros em micrografias). A porosidade não influi diretamente na ductilidade (CÁCERES e SELLING, 1996; LEE, 2007), mas diminui a seção transversal da amostra, isto é, um material com alta porosidade tem maior probabilidade de ter um poro no caminho de propagação da trinca, diminuindo sua seção transversal e, portanto, a ductilidade. Após o passe ECA, esses poros foram fechados, o que pode explicar a baixa variabilidade nos resultados de alongamento nessa condição. Todavia, com o reaquecimento ao estado semissólido, houve evolução de gases de tal forma que as pastas metálicas apresentaram valores de porosidade de 3%. Apesar disso, durante a compressão a quente, esses poros foram na sua maioria eliminados e o material tixoconformado apresentou níveis de porosidade de 0,7%.

5 CONCLUSÕES

As seguintes conclusões podem ser extraídas deste trabalho:

- 1) Um único passe ECA foi suficiente para gerar uma pasta metálica com partículas sólidas globulares e de pequeno tamanho apenas com o reaquecimento do material, mostrando ser válida a hipótese estabelecida inicialmente. Além disso, nenhuma diferença significativa foi observada entre os planos X, Y e Z após o reaquecimento ao estado semissólido.
- 2) O material deformado pelo passe ECA exibiu uma subestrutura formada por subgrãos devido à recuperação dinâmica. Durante o reaquecimento, recristalização ocorreu pelo processo descontínuo de rotação e coalescimento de subgrãos. Uma alta frequência de núcleos recristalizados foi observada próxima às partículas de Si, indicando que elas podem servir como sítios de nucleação e, assim, interferir na cinética de recristalização.
- 3) Durante o reaquecimento, houve arredondamento das bordas das partículas de Si e pouco antes da fusão do eutético pseudo-binário Al-Si, a 570°C, grandes aglomerados de Si foram encontrados. Quando a temperatura do material chegou a 580°C, todo o eutético havia se fundido, sugerindo que a fração líquida esperada de 55% foi atingida.
- 4) O tratamento isotérmico promoveu engrossamento dos glóbulos da pasta metálica, tornando a microestrutura menos homogênea com o aumento do tempo de espera. Entretanto, o fator de forma não sofreu alteração significativa com o tratamento isotérmico e exibiu um valor médio elevado, indício da boa globularização do material. A evolução dos glóbulos no estado semissólido foi controlada principalmente pelo mecanismo de *Ostwald ripening*, fato comprovado pelo baixo valor da taxa de engrossamento (K), que também é um bom indicativo da estabilidade da pasta metálica à alta temperatura. A relação grão/glóbulo praticamente não foi alterada com o aumento do tempo de espera e apresentou um valor perto do ideal, mostrando que a recristalização foi um método eficiente para evitar interconexões tridimensionais.

- 5) As amostras exibiram comportamento tixotrópico típico com baixos valores de viscosidade aparente em razão das partículas sólidas refinadas, globulares e com baixas interconexões tridimensionais. O engrossamento da microestrutura implicou no aumento da viscosidade e também na facilidade de segregação de líquido. Baseado nesses resultados, concluí-se que um tratamento isotérmico de até 90s pode produzir matéria-prima adequada para processos de tixoconformação.
- 6) Na condição tixoconformada, as amostras apresentaram maiores valores de ductilidade e resistência à tração do que nas condições fundida e deformada. Isso se deve ao caráter misto da fratura e ao refino das partículas de Si durante a solidificação sob pressão na compressão.

6 SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

Algumas sugestões podem ser feitas para a continuação e complementação deste trabalho:

- 1) Produzir matéria-prima para tixoconformação utilizando esta mesma metodologia, porém com diferentes ligas de Al.
- 2) Estudar a influência de diferentes taxas de reaquecimento na recristalização da liga A356 deformada pelo processo ECA.
- 3) Completar o estudo da recristalização durante o reaquecimento utilizando a técnica de EBSD a partir de amostras deformadas por múltiplos passes ECA, diferentes matrizes e rotas de processamento.
- 4) Ampliar as taxas de deformação na compressão a quente para ampliar e mapear as características reológicas da pasta metálica produzida aqui.
- 5) Realizar tratamentos térmicos, como o T5 e T6, para avaliar a melhora nas propriedades mecânicas do material após a tixoconformação.

Referências Bibliográficas

- ANNAVARAPU, S.; DOHERTY, R.D. Inhibited coarsening of solid-liquid microstructures in spray casting at high volume fractions of solid. **Acta Metallurgica et Materialia**, v.43, p.3207-3230, 1995.
- ASHOURI, S. et al. Semi-solid microstructure evolution during reheating of aluminum A356 alloy deformed severely by ECAP. **Journal of Alloys and Compounds**, v.466, p.67-72, 2008.
- ATKINSON, H.V. Modelling the semisolid processing of metallic alloys. **Progress in Materials Science**, v.50, p.341-412, 2005.
- ATKINSON, H.V.; LIU, D. Microstructural coarsening of semi-solid aluminium alloys. **Materials Science and Engineering A**, v.496, p. 439-446, 2008.
- BERBON, P.B. et al. Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.30, p.1989-1997, 1999.
- CÁCERES, C.H.; DAVIDSON, C.J.; GRIFFITHS, J.R. The deformation and fracture behavior of an Al-Si-Mg casting alloy. **Materials Science and Engineering A**, v.197, p.171-179, 1995.
- CÁCERES, C.H.; GRIFFITHS, J.R. Damage by the cracking of silicon particles in an Al-7Si-0.4Mg casting alloy. **Acta Materialia**, v.44, p.25-33, 1996.
- CÁCERES, C.H.; SELLING B.I. Casting defects and the tensile properties of an Al-Si-Mg alloy. **Materials Science and Engineering A**, v.220, p.109-116, 1996.
- CAMPO, K.N.; PRONI, C.T.W.; ZOQUI, E.J. Influence of the processing route on the microstructure of aluminum alloy A356 for thixoforming. **Materials Characterization**, v.85, p.26-37, 2013.
- CHEN, T.J. et al. Microstructural evolution during partial remelting of equal channel angular pressed ZW21 magnesium alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v.486, p.124-135, 2009.

DOBATKIN, V.I.; ESKIN, G.I. Ingots of Al alloys with nondendritic structure produced by ultra-sonic treatment for deformation in the semi-solid state. In: PROCEEDINGS OF THE 4th INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 1996, Sheffield. **Proceedings...** Sheffield, 1996, p.193-196.

FAN, Z. Semisolid metal processing. **International Materials Reviews**, v.47, n.2, p.49-85, 2002.

FLEMINGS, M.C. Behavior of metal alloys in the semisolid state. **Metallurgical Transactions A**, v.22, p.957-981, 1991.

FLEMINGS, M.C.; RIEK, R.G.; YOUNG, K.P. Reocasting. **Materials Science and Engineering**, v.25, p.103-117, 1976.

FURUKAWA, M. et. al. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v.257, p.328-332, 1998.

GARCÍA-INFANTA, J.M et al. Effect of the deformation path on the ductility of a hypoeutectic Al-Si casting alloy subjected to equal-channel angular pressing by routes A, B_A, B_C and C. **Scripta Materialia**, v.58, p.138-141, 2008.

GARCÍA-INFANTA, J.M et al. Microstructural development during equal channel angular pressing of hypo-eutectic Al-Si casting alloy by different processing routes. **Materials Science and Engineering A**, v.485, p.160-175, 2008.

GENDA, G.; YUYON, C.; GEING, A. Mechanism of coarsening of dendrite during solidification. In: PROCEEDINGS OF SOLIDIFICATION PROCESSING CONFERENCE, 1987, Sheffield. **Proceedings...** Sheffield, 1987. p.416-419.

GHOLINIA, A.; PRANGNELL, P.B.; MARKUSHEV, M.V. The effect of strain path on the development of deformation structures in severely deformed aluminium alloys processed by ECAE. **Acta Materialia**, v.48, p.1115-1130, 2000.

HAGHDADI, N. et al. The semisolid microstructural evolution of a severely deformed A356 aluminum alloy. **Materials and Design**, v.49, p.878-887, 2013.

HAGHSHENAS, M.; ZAREI-HANZAKI, A.; FATEMI-VARZANEH, S.M. The effects of thermo-mechanical parameters on the microstructure of Thixocast A356 aluminum alloy. **Materials Science and Engineering A**, v.480, p.68-74, 2008.

HARDY, S.C.; VOORHEES, P.W. Ostwald ripening in a system with a high volume fraction of coarsening phase. **Metallurgical Transactions**, v.19A, p.2713-2725, 1988.

HASSAS-IRANI, S.B. Microstructure evolution and semi-solid deformation behavior of an A356 aluminum alloy processed by strain induced melt activated method. **Materials and Design**, v.46, p.579-587, 2013.

HIRT, G.; KOPP, R. (EE.). **Thixoforming**: semi-solid metal processing. Aachen: WILEY-VCH, 2009. 476p.

HIRT, G.; ZILLGEN, M. Microstructural effects of electromagnetic stirring in continuous casting of various aluminium alloys. In: PROCEEDINGS OF THE 4th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 1996, Sheffield. **Proceedings...** Sheffield, 1996, p.416-419.

HOSCH, T.; NAPOLITANO, R.E. The effect of the flake to fiber transition in silicon morphology on the tensile properties of Al-Si eutectic alloys. **Materials Science and Engineering A**, v.528, p.226-232, 2010.

HUANG, W.H. et al. The effect of strain path and temperature on the microstructure developed in copper processed by ECAE. **Materials Science and Engineering A**, v.366, p.221-228, 2004.

HUANG, Y.; HUMPHREYS, F.J. Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation $\{110\}\langle 001\rangle$. **Acta Materialia**, v.48, p.2017-2030, 2000.

HUANG, Y.; HUMPHREYS, F.J.; FERRY, M. The annealing behavior of deformed cube-oriented aluminium single crystals. **Acta Materialia**, v.48, p.2543-2556, 2000.

HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2. ed. Oxford: Elsevier, 2004. 628p.

HURLEY, P.J.; HUMPHREYS, F.J. Characterizing the deformed state in Al-0.1 Mg alloy using high-resolution electron backscattered diffraction. **Journal of Microscopy**, v.205, p.218-225, 2002.

ITO, Y.; FLEMINGS, M.C.; CORNIE, J.A. Rheological behavior and microstructure of Al-6,5%Si alloy. In: PROCEEDINGS OF THE TMS SYMPOSIUM NATURE AND PROPERTIES OF SEMI-SOLID MATERIALS, 1992, San Diego. **Proceedings...** San Diego, 1992, p.3-17.

IWAHASHI, Y. et al. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. **Scripta Materialia**, v.35, p.143-146, 1996.

IWAHASHI, Y. et al. The process of grain refinement in equal channel angular pressing. **Acta Materialia**, v.46, p.3317-3331, 1998.

JIANG, J.; WANG, Y.; QU, JIANJUN. Microstructure and mechanical properties of AZ61 alloys with large cross-sectional size fabricated by multi-pass ECAP. **Materials Science and Engineering A**, v.560, p.473-480, 2013.

JIANG, H.; NGUYEN, T.H.; PRUD'HOMME, M. Optimal control of induction heating for semi-solid aluminum alloy forming. **Journal of Materials Processing Technology**, v.189, p.182-191, 2007.

JIANG, W. et al. Correlation of microstructure with mechanical properties and fracture behavior of A356-T6 aluminum alloy fabricated by expendable pattern shell casting with vacuum and low-pressure, gravity casting and lost foam casting. **Materials Science and Engineering A**, v.560, p.396-403, 2013.

KANG, C.G.; CHOI, J.S.; KIM, K.H. The effect of strain rate on macroscopic behavior in the compression forming of semi-solid aluminum alloy. **Journal of Materials Processing Technology**, v.88, p.159-168, 1999.

KAHLWEIT, M. On the ageing of dendrites. **Scripta Metallurgica**, v.2, p.251-254, 1968.

KAPRANOS, P. et al. Near net shaping by semi-solid metal processing. **Materials and Design**, v.21, p.387-394, 2000.

KATTAMIS, T.Z.; COUGHIN, J.L.; FLEMINGS, M.C. Influence of coarsening of dendritic arm spacing of Al-Cu alloys. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v.239, p.1504-1511, 1967.

KIRKWOOD, D.H. Semi-solid metal processing. **International Materials Reviews**, v.39, p.173-189, 1994.

KIRKWOOD, D.H. et al. **Semi-solid processing of alloys**. Berlin: Springer, 2010. 172p. (Springer Series in Materials Science).

KLIAUGA, A.M.; FERRANTE, M. Liquid formation and microstructural evolution during reheating and partial melting of an extruded A356 aluminium alloy. **Acta Materialia**, v.53, p.345-356, 2005.

LAPKOWSKI, W. Some studies regarding thixoforming of metal alloys. **Journal of Materials Processing Technology**, v.80-81, p.463-468, 1998.

LAXMANAN, V.; FLEMINGS, M.C. Deformation of semi-solid Sn-15wt%Pb alloy. **Metallurgical Transactions A**, v.11, p.1927-1937, 1980.

LEE, C.D. Effects of microporosity on tensile properties of A356 aluminum alloy. **Materials Science and Engineering A**, v.464, p.249-254, 2007.

LIMODIN, N. et al. In situ investigation by X-ray tomography of the overall and local microstructural changes occurring during partial remelting of an Al-15.8 wt.% Cu alloy. **Acta Materialia**, v.55, p.3177-3191, 2007.

LIN, Z. et al. Microstructure evolution and mechanical properties of a Ti-35Nb-3Zr-2Ta biomedical alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP). **Materials Science and Engineering C**, v.33, p.4551-4561, 2013.

LIU, D.; ATKINSON, H.V.; JONES, H. Thermodynamic prediction of thixoformability in alloys based on the Al-Si-Cu and Al-Si-Cu-Mg systems. **Acta Materialia**, v.53, p.3807-3819, 2005.

LOUÉ, W.R.; SUÉRY, M. Microstructural evolution during partial remelting of Al-Si7Mg alloys. **Materials Science and Engineering A**, v.203, p.1-13, 1995.

MIZURINA, I. et al. Effect of deformation temperature on microstructure evolution in aluminum alloy 2219 during hot ECAP. **Materials Science and Engineering A**, v.486, p.662-671, 2008.

MOHANTY, P.S.; GRUZLESKI, J.E. Mechanism of grain refinement in aluminium. **Acta Metallurgica**, v.43, p.2001-2012, 1995.

MORADI, M. et al. Recrystallization behavior of ECAPed A356 alloy at semi-solid reheating temperature. **Materials Science and Engineering A**, v.527, p.4113-4121, 2010.

NAKASHIMA, K. et al. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v.46, p.1589-1599, 1998.

NAKASHIMA, K. et al. Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. **Materials Science and Engineering A**, v.281, p.82-87, 2000.

PRONI, Cecília T. Weishaupt. **Avaliação da tixoconformabilidade das ligas AA 2011 e AA 2014**. 2010. 130p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

PAES, M.; ZOQUI, E.J. Semi-solid behavior of new AL-Si-Mg alloys for thixoforming. **Materials Science and Engineering A**, v.406, p.63-73, 2005.

REED-HILL, R.E. **Princípios de metalurgia física**. 2^a ed. Rio de Janeiro: GUANABARA DOIS, 1982. 776p.

SEGAL, V.M. Materials processing by simple shear. **Materials Science and Engineering A**, v.197, p.157-164, 1995.

SEGAL, V.M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. **Materials Science and Engineering A**, v.271, p.322-333, 1999.

SEGAL, V.M. Slip line solutions, deformation mode and loading history during equal channel angular extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v.345, p.36-46, 2003.

SENKOV, O.N. et al. Compaction of amorphous aluminum alloy powder by direct extrusion and equal channel angular extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v.393, p.12-21, 2005.

SPENCER, D.B.; MEHRABIAN, R.; FLEMINGS, M.C. Rheological behavior of Sn-15wt%Pb in the crystallization range. **Metallurgical Transactions**, v.3, p.1925-1932, 1972.

STOLYAROV, V.V. et al. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti. **Materials Science and Engineering A**, v.299, p.59-67, 2001.

VIERA, E.A.; KLIAUGA, A.M.; FERRANTE, M. Microstructural evolution and rheological behavior of aluminium alloys A356, and A356 + 0.5% Sn designed for thixocasting. **Journal of Material Processing Technology**, v.155-156, p.1623-1628, 2004.

VIVÉS, C. Elaboration of semi-solid alloys by means of new electromagnetic rheocasting processes. **Metallurgical Transactions B**, v.23, p.189-206, 1992.

WANG, Q.G.; CÁCERES, C.H. The fracture mode in Al-Si-Mg casting alloys. **Materials Science and Engineering A**, v.241, p.72-82, 1998.

YAMAGUCHI, D. et al. Significance of adiabatic heating in equal-channel angular pressing. **Scripta Materialia**, v.41, p.791-796, 1999.

YAMASHITA, A. et al. Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v.287, p.100-106, 2000.

YAN, G. et al. Microstructural evolution of A356.2 alloy prepared by the SIMA process. **Materials Characterization**, v.69, p.45-51, 2012.

YOUNG, K. Semi-solid metal forming alloy and composites. In: PROCEEDINGS OF THE MINERALS, METALS AND MATERIALS SOCIETY SYMPOSIUM ON NATURE AND PROPERTIES OF SEMI-SOLID MATERIALS, 1992, San Diego. **Proceedings...** San Diego, 1992. p.245-266.

TONG, L.B. et al. Influence of ECAP routes on microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-Ca alloy. **Materials Science and Engineering A**, v.527, p.4250-4256, 2010.

TZIMAS, E.; ZAVALIANGOS, A. A comparative characterization of near-equiaxed microstructures as produced by spray casting, magnetohydrodynamic casting and the stress induced, melt activated process. **Materials Science and Engineering A**, v.289, p.217-227, 2000.

TZIMAS, E.; ZAVALIANGOS, A. Evolution of near-equiaxed microstructure in the semisolid state. **Materials Science and Engineering A**, v.289, p.228-240, 2000.

ZHAO, Z. et al. Reheating and thixoforging of ZK60+RE alloy deformed by ECAE. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v.20, p.178-182, 2010.

ZHAO, X. et al. The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature. **Materials Science and Engineering A**, v.527, p.6335-6339, 2010.

ZHENG, L.J. et al. Structure and properties of ultrafine-grained Al-Zn-Mg-Cu and Al-Cu-Mg-Mn alloys fabricated by ECA pressing combined with thermal treatment. **Materials Characterization**, v.49, p.455-461, 2003.

ZOQUI, Eugênio José. **Obtenção e caracterização mecânico-metalúrgica da liga Al-4,5wt% Cu no estado reofundido**. 1995. 255p. Tese (Livre Docência) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

ZOQUI, Eugênio José. **Obtenção e caracterização de ligas Al-Si reofundidas**. 2001. 192p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

ZOQUI, E.J. Morphological analysis of SSM Al-4.5wt.% Cu measured by the rheocast quality index. **Journal of Materials Processing Technology**, v.143-144, p.195-201, 2003.

ZOQUI, E.J. et al. Morphological evolution of SSM A356 during partial remelting. **Materials Science and Engineering A**, v.325, p.38-53, 2002.

ZOQUI, E.J.; PAES, M.; ES-SADIQI, E. Macro and microstructure analysis of the SSM A356 produced by electromagnetic stirring. **Journal of Materials Processing Technology**, v.120, p.365-373, 2002.

ZOQUI, E.J.; PAES, M.; ROBERT, M.H. Effect of macrostructure and microstructure on the viscosity of the A356 alloy in the semi-solid state. **Journal of Materials Processing Technology**, v.153-154, p.300-306, 2004.

ZOQUI, E.J.; ROBERT, M.H. Contribution to the study of mechanisms involved in the formation of rheocast structure. **Journal of Materials Processing Technology**, v.109, p.215-219, 2001.