

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR MARCOS MARGARIDO
E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 24/09/98.
Maria Helena Robert
ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

**Um Novo Processo de Tratamento
Termomecânico na Obtenção de Estruturas
Reofundidas por Fusão Parcial**

Autor: **Marcos Margarido**
Orientadora: **Maria Helena Robert**

09/98

M336n

36210/BC

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

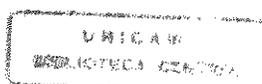
**Um Novo Processo de Tratamento
Termomecânico na Obtenção de Estruturas
Refundidas por Fusão Parcial**

**Autor: Marcos Margarido
Orientadora: Maria Helena Robert**

Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Materiais e Processos

Dissertação de mestrado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 1998
S.P. - Brasil



UNIDADE	BC
N.º CHAMADA:	229/99
V.	Ex
LOTE	30/36210
PR.º	229/99
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	24/01/99
N.º OFD	

CM-00120066-4

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

M336n Margarido, Marcos
Um novo processo de tratamento termomecânico na
obtenção de estruturas reofundidas por fusão parcial. /
Marcos Margarido.--Campinas, SP: [s.n.], 1998.

Orientadora: Maria Helena Robert
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Ligas de alumínio - Tratamento térmico. 2.
Metais - Fundição. 3. Microestrutura. I. Robert, Maria
Helena. II. Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**Um Novo Processo de Tratamento
Termomecânico na Obtenção de Estruturas
Reofundidas por Fusão Parcial**

Autor: **Marcos Margarido**

Orientadora: **Maria Helena Robert**



**Prof.ª Dra. Maria Helena Robert, Presidente
Universidade Estadual de Campinas**



**Prof. Dr. Antonio Celso Fonseca de Arruda
Universidade Estadual de Campinas**



**Prof. Dr. José Ângelo Rodrigues Gregolin
Universidade Federal de São Carlos**

Campinas, 24 de setembro de 1998

Dedicatória:

Dedico este trabalho a meus pais, irmãos, esposa e filhos, pelo apoio e paciência que demonstraram durante este período.

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ser terminado sem a ajuda de diversas pessoas às quais presto minha homenagem:

À Maria Helena, orientadora e amiga.

Aos funcionários da FEM, que sempre me ajudaram quando necessário.

A todos os professores e colegas do Departamento, que ajudaram de forma direta e indireta na conclusão deste trabalho.

Aos petroleiros da Replan, pelo incentivo e apoio nas horas difíceis.

*Os filósofos limitaram-se a interpretar o mundo,
o que importa é transformá-lo.
T. S. Feuerbach*

ÍNDICE

CAPÍTULO 1 - Introdução.....	1
CAPÍTULO 2 - Fundamentos teóricos - Processos de obtenção de matéria prima reofundida..	6
2.1 - Fusão Parcial Controlada de estruturas fundidas.....	7
2.1.1 - Estruturas dendríticas.....	7
2.1.2 - Estruturas dendríticas refinadas.....	9
2.1.3 - Estruturas não dendríticas.....	10
2.2 - Mecanismos de formação de reofundidos por Fusão Parcial Controlada.....	11
2.2.1 - Ostwald “ripening”.....	11
2.2.2 - Coalescimento.....	13
2.3 - Fusão Parcial Controlada de estruturas deformadas.....	16
2.4 - Mecanismos de formação de reofundidos por FPC com estruturas deformadas.....	18
2.4.1 - Recristalização.....	18
2.4.2 - Reofundição.....	22
2.5 - Influência de parâmetros de processo na produção de pastas reofundidas por FPC.....	25
2.5.1 - Composição da liga.....	25
2.5.2 - Tamanho de grãos da estrutura inicial.....	26
2.5.3 - Grau de deformação prévio.....	26
2.5.4 - Taxa de aquecimento.....	28
2.5.5 - Tempo de tratamento térmico.....	29
2.5.6 - Temperatura de tratamento térmico.....	30
2.5.7 - Ciclos termomecânicos prévios.....	30
CAPÍTULO 3 - Procedimento experimental.....	32
3.1 - Material utilizado.....	32
3.2 - Caracterização da liga para trabalho.....	32
3.2.1 - Diagrama de fases.....	32
3.2.2 - Análise química.....	33

3.2.3 - Análise Térmica Diferencial	34
3.2.4 - Microestrutura bruta de fusão	35
3.3 - Procedimento experimental	35
3.3.1 - Obtenção dos corpos de prova	37
3.3.2 - Solubilização e precipitação	39
3.3.3 - Deformação das amostras	40
3.3.4 - Reofundição.....	40
3.3.5 - Análise metalográfica	42
3.3.6 - Fator de forma e fração sólida.....	43
CAPÍTULO 4 - Resultados e discussões	44
4.1 - Preparo de amostras para reofundição por TDS	44
4.1.1 - Estruturas fundidas	44
4.1.2 - Estruturas deformadas	49
4.2 - Preparo de amostras para reofundição por TSV	55
4.2.1 - Estruturas superenvelhecidas.....	55
4.2.2 - Estruturas superenvelhecidas e deformadas	61
4.3 - Estruturas reofundidas obtidas por TDS.....	64
4.3.1 -Resultados qualitativos.....	64
4.3.2 - Resultados quantitativos	70
4.3.3 - Influência dos parâmetros de processo na estrutura reofundida.....	76
4.3.4 - Mecanismos de reofundição por TDS.....	80
4.4 - Estruturas reofundidas obtidas por TSV.....	84
4.4.1 - Resultados qualitativos.....	84
4.4.2 - Resultados quantitativos.....	91
4.4.3 - Influência dos parâmetros de processo na estrutura reofundida.....	96
4.4.4 - Mecanismos de reofundição por TSV.....	99
4.5 - Análise comparativa entre os processos de reofundição por TDS e TSV	100
CAPÍTULO 5 - Conclusões e sugestões.....	106
5.1 - Sobre os processos de obtenção de reofundidos utilizados	106
5.2 - Efeito dos parâmetros de processamento.....	107
5.3 - Mecanismos envolvidos	108
5.4 - Sugestões para trabalhos posteriores.....	109
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	110
Apêndice A.....	116

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Modelos de Ostwald “ripening”.....	12
Figura 2.2 - Modelo de Kahlweit.....	13
Figura 2.3 - Modelo de Young.....	13
Figura 2.4 - Padrão de coalescimento observado por Genda.....	14
Figura 2.5 - Esquema ilustrativo da formação de glóbulos pela fusão parcial controlada de ligas com estrutura dendrítica grosseira.....	15
Figura 2.6 - Condições de deformação e tamanho de partículas para as quais é observada a ocorrência de nucleação em partículas de Si de uma liga de Al laminada.....	22
Figura 2.7 - Tamanho de grãos da liga Al-7%Si reofundida por fusão parcial em função da deformação prévia.....	26
Figura 2.8 - Variação do diâmetro médio de partículas sólidas da pasta reofundida com o tempo de tratamento.....	27
Figura 2.9 - Variação do diâmetro médio de glóbulos em função do grau de deformação.....	29
Figura 3.1 - Diagrama parcial de fases para a liga Al-Cu.....	33
Figura 3.2 - Análise Térmica Diferencial da liga Al-3,35wt% Cu.....	34
Figura 3.3 - Microestrutura típica da matéria prima.....	35
Figura 3.4 - Esquema dos tratamentos termomecânicos utilizados.....	36
Figura 3.5 - Esquemas dos moldes utilizados para a obtenção das amostras com grãos refinados e grosseiros.....	38
Figura 3.6 - Esquema de corte dos lingotes para obtenção de corpos de prova.....	39
Figura 3.7 - Curva típica de aquecimento para tratamento de reofundição a 908 K.....	41
Figura 3.8 - Esquema de corte das chapas fundidas para análise metalográfica.....	42
Figura 3.9 - Pontos de análise microestrutural para os Tratamentos Termomecânicos.....	43
Figura 4.1 - Macroestruturas dos lingotes obtidos para a preparação dos corpos de prova.....	45
Figura 4.2 - Microestruturas da liga Al-3,35%Cu.....	47
Figura 4.3 - Microanálise da liga Al-3,35%Cu fundida.....	48
Figura 4.4 - Microestruturas de amostras de grãos refinados deformadas 45 %.....	50
Figura 4.5 - Microestruturas de amostras de grãos refinados deformadas 80 %.....	52
Figura 4.6 - Microestruturas de amostras com grãos grosseiros deformadas 45 %.....	53

Figura 4.7 - Microestrutura de amostra com grãos grosseiros deformadas 80 %	54
Figura 4.8 - Microestruturas de amostras com grãos refinados, solubilizadas por 2 horas a 820 K e envelhecidas a 653 K.	57
Figura 4.9 - Microestruturas de amostras com grãos grosseiros, solubilizadas por 2 horas a 820 K e envelhecidas a 653 K.	58
Figura 4.10 - Microestrutura de grãos grosseiros, solubilizada por 2 horas a 820 K e precipitada por 8 horas a 653 K.	59
Figura 4.11 - Variação do tamanho médio de grãos recristalizados a 893 K em função do tempo de superenvelhecimento prévio.	60
Figura 4.12 - Microestrutura de amostras com grãos refinados, solubilizadas e superenvelhecidas por 25 h, e deformadas.	62
Figura 4.13 - Microestrutura de amostras com grãos grosseiros, solubilizadas e superenvelhecidas por 6 h, e deformadas por compressão.	63
Figura 4.14 - Amostra com grãos refinados, deformada 45 % e reofundida a 908 K.	66
Figura 4.15 - Amostra com grãos refinados, deformada 80 % e reofundida a 908 K.	67
Figura 4.16 - Amostra com grãos grosseiros, deformada 45 % e reofundida a 908 K.	68
Figura 4.17 - Amostra com grãos grosseiros, deformada 80 % e reofundida a 908 K.	69
Figura 4.18 - Pasta reofundida por TDS, por 300 s, da liga Al-3,35 %Cu.	71
Figura 4.19 - Amostra reofundida, mostrando a ausência de gradiente de Cu.	75
Figura 4.20 - Perfil do teor de Cu na fase primária presente em reofundidos por TDS.	76
Figura 4.21 - Variação do diâmetro médio dos glóbulos de pastas obtidas por TDS em função do tamanho de grãos inicial.	77
Figura 4.22 - Variação do diâmetro médio dos glóbulos de pastas obtidas por TDS em função da deformação prévia na matéria prima.	78
Figura 4.23 - Variação do diâmetro globular, fator de forma e fração sólida em função do tempo de manutenção à temperatura de reofundição por TDS.	79
Figura 4.24 - Desenho ilustrativo identificando os diferentes tipos de coalescimento.	81
Figura 4.25 - Esquema de formação da estrutura reofundida.	83
Figura 4.26 - Microestruturas de amostra com grãos refinados, superenvelhecida, deformada 45 % e reofundida a 908 K.	86
Figura 4.27 - Microestruturas de liga com grãos refinados, superenvelhecida, deformada 80 % e reofundida a 908 K.	87
Figura 4.28 - Detalhe da microestrutura de amostra com grãos refinados, deformada 80 %, obtida por TSV.	88
Figura 4.29 - Microestruturas de amostra com grãos grosseiros, superenvelhecida, deformada 45 % e reofundida a 908 K.	89
Figura 4.30 - Microestruturas de amostra com grãos grosseiros, superenvelhecida, deformada 80 % e reofundida a 908 K.	90

Figura 4.31 - Microestruturas de pastas refundidas por TSV, após 300 s de manutenção à temperatura de re fundição.....	92
Figura 4.32 - Perfil do teor de Cu na fase primária presente em re fundidos por TSV..	95
Figura 4.33 - Variação do diâmetro médio dos glóbulos de pastas re fundidas por TSV em função do tamanho inicial dos grãos da matéria prima.	97
Figura 4.34 - Variação do diâmetro médio de glóbulos de pastas re fundidas por TSV em função da deformação prévia na matéria prima.	98
Figura 4.35 - Variação do diâmetro globular, fator de forma e fração sólida em função do tempo de manutenção à temperatura de re fundição por TSV.....	98
Figura 4.36 - Esquema ilustrativo do mecanismo proposto de formação de pastas re fundidas a partir de ligas envelhecidas.	101
Figura 4.37 - Efeito de tipo de tratamento termomecânico sobre o diâmetro médio de glóbulos de re fundidos obtidos por TDS e TSV.	102
Figura 4.38 - Efeito de tipo de tratamento termomecânico sobre o diâmetro médio de glóbulos de re fundidos obtidos por TDS e TSV.	103
Figura 4.39 - Efeito de tipo de tratamento termomecânico sobre o diâmetro médio de glóbulos de re fundidos obtidos por TDS e TSV, para todas condições de ensaio.	104

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Composição química da liga para trabalho.	33
Tabela 3.2 - Quadro geral dos parâmetros dos tratamentos termomecânicos utilizados.	37
Tabela 3.3 - Parâmetros definidos para o tratamento térmico de superenvelhecimento.	40
Tabela 4.1 - Valores dos tamanhos de grãos das estruturas fundidas.	46
Tabela 4.2 - Valores dos espaçamentos dendríticos secundários das estruturas fundidas.	46
Tabela 4.3 - Teor de Cu na fase primária em função da distância de contorno interdendrítico.	49
Tabela 4.4 - Diâmetro médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida dos reofundidos obtidos por TDS para o tempo de reofundição de 0 s.	72
Tabela 4.5 - Diâmetro médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida dos reofundidos obtidos por TDS para o tempo de reofundição de 300 s.	72
Tabela 4.6 - Teor de Cu na fase primária de reofundido obtido por TDS.	75
Tabela 4.7 - Diâmetro médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida dos reofundidos obtidos por TSV, para o tempo de reofundição de 0 s.	93
Tabela 4.8 - Diâmetro médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida dos reofundidos obtidos por TSV, para o tempo de reofundição de 300 s.	93
Tabela 4.9 - Teor de Cu na fase primária de reofundidos obtidos por TSV.	95
Tabela 4.10 - Variação do diâmetro médio de glóbulos de reofundidos por TSV em relação ao diâmetro médio de glóbulos de reofundidos por TDS.	104

RESUMO

MARGARIDO, Marcos. *Um novo processo de tratamento termomecânico na obtenção de estruturas reofundidas por fusão parcial*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1998. 120 p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Mecânica).

Este trabalho tem como objetivo o estudo da influência de tratamentos termomecânicos na obtenção de estruturas reofundidas da liga Al-3,35 wt %Cu, por Fusão Parcial Controlada. Dois tipos de tratamento são utilizados. O primeiro é constituído da deformação a frio da matéria prima e seu aquecimento até uma temperatura fixa acima da *solidus* (TDS). No segundo, previamente à deformação e aquecimento, é efetuado um tratamento térmico de solubilização e precipitação para a obtenção de precipitados com tamanho e espaçamento interpartículas controlados (TSV). São variados os seguintes parâmetros: o tamanho de grãos da liga fundida, o grau de deformação e o tempo de tratamento isotérmico para ambos tipos de tratamentos termomecânicos. Os resultados mostram que tanto TDS quanto TSV levam a estruturas globulares reofundidas. No TDS, o tamanho médio de glóbulos nas estruturas reofundidas obtidas é independente da deformação, nos níveis estudados, porém proporcional à variação do tamanho inicial de grãos. No caso de reofundidos obtidos por TSV, o tamanho final de glóbulos é sensível às variações da deformação e do tamanho inicial dos grãos. O efeito geral do tratamento isotérmico é induzir o crescimento e maior globularização da fase primária dos reofundidos. Reduções médias de tamanho de grãos, em relação à matéria prima, da ordem de 700 e 900 % para reofundidos obtidos por TDS e TSV, respectivamente, foram conseguidos. De maneira geral TSV produz estruturas reofundidas com glóbulos mais esféricos e de menores dimensões que os obtidos por TDS, principalmente sob a aplicação de maior deformação. Os mecanismos de globularização sugeridos são engrossamento dendrítico para regiões muito pouco deformadas, fragmentação dendrítica para as estruturas deformadas acima de um valor mínimo e, para as ligas envelhecidas, recristalização estimulada por partículas e separação de grãos.

Palavras chaves: tratamento termomecânico, reofundição, fusão parcial.

ABSTRACT

MARGARIDO, Marcos. *A new thermomechanical treatment process to the production of rheocast structures by partial melting*. Campinas: Mechanical Engineering School, State University of Campinas, 1998. 120 p. (MsC thesis).

This work deals with the influence of thermomechanical treatments on the production, by partial melting, of rheocast structures of an Al-3.35wt%Cu alloy. Two different treatments are performed: the first one consists of cold working the as-cast alloy and heating it to a constant temperature in the mushy zone. In the second, prior to straining and heating, the as-cast alloy is submitted to a solution and precipitation heat treatment in order to obtain dispersed second-phase particles of appropriate size and interparticle spacing. The following factors are studied: the initial grain size of the as-cast alloy, the cold working level and the time of isothermal treatment for both thermomechanical treatments. Results show that TDS and TSV are able to produce globular rheocast structures. The average diameter of TDS rheocast structures is found to be independent of the cold work levels studied but proportional to the initial grain size, while for TSV rheocastings the average diameter of globules is dependent on cold work level and on initial grain size. The overall effect of isothermal treatment is to achieve more rounded and bigger globules in rheocasting. Average reductions in grain size, compared to initial grain sizes, of 700 and 900 % for TDS and TSV rheocastings, respectively, are obtained. In general, TSV produces more rounded and smaller globules of rheocast structures than TDS, mainly at higher degrees of deformation. The suggested formation mechanisms of rheocast structures are dendrite coarsening at the less deformed regions, dendrite fragmentation when the cold work level is high enough to promote recrystallization and, for overaged alloys, particle stimulated nucleation followed by globule formation.

Keywords: thermomechanical treatments, rheocasting, partial melting.

CAPÍTULO 1

Introdução e objetivos

1.1 - Introdução

As indústrias automobilística e aeronáutica, principalmente, têm procurado substituir produtos fabricados tradicionalmente em aço, de peso específico alto e que necessitam de várias etapas de forjamento e/ou usinagem até sua conformação final, por outros de ligas de metais leves, materiais poliméricos e cerâmicos, fabricados “near net shape”.

Novos materiais são pesquisados para atender essa tendência, entre os quais se incluem aqueles obtidos por reofundição a partir de ligas metálicas, a serem utilizadas em processos de tixoconformação, com a matéria prima no estado semi sólido. As pastas semi sólidas formam uma classe de materiais obtidos a partir de ligas metálicas que incluem metais leves, aços e ligas especiais de alto ponto de fusão. Sua aplicação industrial inclui peças forjadas de ligas de Al para as indústrias automobilística, mecânica e elétrica e acessórios de latão forjado para tubulação de ar comprimido (KENNEY et al, 1988) além de autopeças injetadas de ligas de Al-Si7Mg (MOSCHINI, 1996), entre outras.

O processamento destes materiais envolve tecnologia de ponta, aumentando-se sobremaneira o valor agregado do produto final. No entanto, alta produtividade é possível com processos quase totalmente automatizados e computadorizados. Desde robôs, produzidos pela ABB Robotics (PINNA, 1992), utilizados na manipulação de matéria prima e alimentação de máquinas de conformação de semi sólidos; até máquinas de injeção para ligas de magnésio, semelhantes às injetoras de plásticos, vêm sendo fabricados (DECKER, 1989), com o objetivo de reduzir custos operacionais no processamento de semi-sólidos. Neste último caso, a Dow Chemical, proprietária da patente, divulga a possibilidade de redução de

custos de mais de 10 % em relação aos processos convencionais e aumento de produtividade de até 95 %. Os produtos obtidos são 50 % menos porosos e com tensões térmicas residuais reduzidas, devido à produção em temperaturas mais baixas, o que permite uma diminuição significativa de transferência de calor para o molde.

Em outros setores de produção os resultados são igualmente promissores. A economia de matéria prima na fabricação de cilindros mestres por tixoconformação de Al-Si é de 31,7% e de quase 90% quando são produzidos corpos para conectores elétricos em Al-6262. O aumento de produtividade é igualmente significativo: 525% no primeiro e 50% no segundo casos (FLEMINGS, 1991).

A fabricação de cilindros para injeção eletrônica de motores a gasolina pela Magneti Marelli, inclusive no Brasil (Sumaré - SP), pode servir de exemplo concreto das possibilidades destes materiais. Antes fabricados em aço usinado em várias etapas, ou fundidos convencionalmente em duas partes para posterior soldagem, devido à exigência de conicidade interna nula, vêm sendo produzidos por tixoconformação de ligas de Al em apenas uma etapa, com massalotes menores e pouca usinagem posterior.

Entre os benefícios obtidos com a tixoconformação, pode-se citar:

- Redução de perdas de matéria prima,
- Maior produtividade em relação aos processos convencionais,
- Automatização do processo,
- Redução do consumo de energia decorrente da conformação sob temperatura e pressão mais baixos, no caso de fundição,
- Preenchimento uniforme da cavidade, com a redução de defeitos superficiais,
- Maior vida útil dos moldes, devido ao choque térmico menor na fundição e ao menor atrito no forjamento,
- Possibilidade de produção de compósitos com distribuição mais uniforme do reforço.

Como desvantagens destacam-se o alto custo das instalações, o fornecimento incipiente, no Brasil inexistente, e em geral de mais alto custo de matéria prima e a tecnologia de ponta necessária para a montagem de uma planta.

O fator que determina esta vantajosa relação de custo/benefício de pastas reofundidas é a sua propriedade de escoamento, a qual é função de sua estrutura interna. Pode-se descrever

sua microestrutura como sendo constituída por uma fase s3lida prim3ria esferoidizada, imersa em uma matriz l3quida de ponto de fus3o mais baixo, quando mantida em uma temperatura entre a *liquidus* e a *solidus*. A caracter3stica peculiar dessa classe de materiais 3 seu comportamento n3o newtoniano quando utilizado no estado pastoso. Quando em repouso, tem consist3ncia s3lida, com viscosidade pr3xima 3 da manteiga, por3m, ao sofrer a a3o de tens3es de cisalhamento passa a fluir como um l3quido. Este comportamento 3 denominado pseudopl3stico ou, na literatura recente, “shear thinning” (CROCKET et al, 1985), denotando a depend3ncia inversamente proporcional da viscosidade aparente 3 taxa de cisalhamento e descrita sob a lei geral:

$$\eta = K \times \gamma^{n-1} \quad (1.1)$$

Onde η 3 Viscosidade Aparente, γ 3 a Taxa de Cisalhamento e K e n s3o constantes. Quanto menor for n , mais caracter3stico ser3 o comportamento pseudopl3stico do material.

Outra particularidade dos semi s3lidos 3 seu comportamento tixotr3pico, devido 3 depend3ncia, com o tempo, da resposta da viscosidade aparente a uma varia3o da tens3o aplicada. A pseudoplasticidade e a tixotropia s3o explicados como resultado das a3es de aglomera3o e desagrega3o dos gl3bulos da fase prim3ria (JOLY & MEHRABIAN, 1976). Em repouso, formam uma estrutura de gl3bulos aglomerados, com l3quido aprisionado entre eles, que se decomp3e quando tensionados, ocorrendo uma redu3o n3o imediata da viscosidade aparente devido 3 libera3o daquele l3quido e 3 redu3o das dimens3es das part3culas em escoamento. Um estado de equil3brio din3mico 3 alcan3ado quando, para cada taxa de cisalhamento e fra3o s3lida, as velocidades de aglomera3o e desagrega3o s3o iguais.

Enquanto a ind3stria de conforma3o obt3m r3pidos progressos no aproveitamento destas caracter3sticas, para a fabrica3o de produtos com propriedades superiores, o mesmo n3o se pode dizer da ind3stria de produ3o de mat3ria prima. O processo industrial mais utilizado, geralmente tarugos de at3 75 mm de di3metro de algumas ligas de Al, 3 o de solidifica3o cont3nua sob agita3o eletromagn3tica na regi3o pastosa (ALUMINIUM PECHINEY, 1996). Trata-se de uma adapta3o da tecnologia de fundi3o cont3nua, com agita3o eletromagn3tica, de tarugos e lingotes de a3o. A microestrutura resultante consiste

de rosetas e dendritas fragmentadas que necessitam de tratamentos térmicos posteriores para sua globularização.

Outro método de obtenção de refundidos, a partir do estado sólido, tem permanecido apenas como uma possibilidade. Neste, a matéria prima bruta de fusão é deformada e aquecida até a região pastosa, podendo ser diretamente conformada por diferentes processos, como fundição, forjamento e extrusão. A necessidade de um aquecimento rápido e uniforme do tarugo, para a obtenção de uma estrutura homogênea em todo o seu volume vem sendo atendida por programas de controle computadorizado do aquecimento de fornos de indução eletromagnética.

O método, conhecido por fusão parcial controlada, ou FPC (ROBERT & KIRKWOOD, 1988), envolve recristalização de grãos e fusão de fases secundárias, e permite obtenção de pastas refundidas a um custo menor do que por agitação eletromagnética do material líquido durante a sua solidificação.

A utilização comercial deste método é ainda limitada pela baixa produtividade, dada a necessidade de imposição prévia de deformação a frio no material: segundo método patenteado (ITT CORP., 1983) e conhecido por SIMA (“Strain Induced Melt Activation”), a matéria prima é submetida à deformação a frio por laminação em dois estágios. Outra limitação do método é o crescimento de grãos durante o aquecimento do material e seu tratamento para a promoção da estrutura refundida. O crescimento dos grãos pode acarretar piores características de escoamento na pasta refundida e piores qualidades no produto tixoconformado.

1.2 - Objetivos gerais

Com o objetivo de simplificar a técnica de produção de pastas refundidas por FPC e ainda reduzir o tamanho de grãos/glóbulos final, neste trabalho são investigados dois processos termomecânicos alternativos para a produção destas pastas. Os processos investigados envolvem um só estágio de deformação, e a qualidade superior da pasta obtida (em termos de dimensões e globularidade da fase primária) é buscada com o uso de estruturas previamente solubilizadas e submetidas a tratamentos de superenvelhecimento. Os processos são aqui denominados Tratamento de Deformação Simples (TDS), para aquele que envolve

apenas deformação da matéria prima, e Tratamento de Superenvelhecimento (TSV), para o processo que envolve o superenvelhecimento do material previamente à deformação.

O trabalho investiga ainda a influência da variação de parâmetros dos processos propostos na qualidade de pastas reofundidas da liga Al-3.35%Cu.

O trabalho busca, além disso, contribuir para o entendimento da ciência básica envolvida na formação de estruturas globulares reofundidas, através da análise, discussão e proposição de mecanismos de evolução estrutural que resultam em tais tipos de materiais.

1.3 - Objetivos específicos

São objetivos específicos deste trabalho avaliar a influência do estado inicial da matéria prima, aqui caracterizado pelo tamanho inicial de grãos (estrutura refinada e grosseira) e grau de deformação prévio (45 e 80 % de deformação real por compressão) e ainda do tempo de tratamento, no processo de reofundição, a partir de estruturas deformadas e de estruturas superenvelhecidas e deformadas.

Serão analisadas a influência dessas variáveis na qualidade do reofundido obtido, em termos de tamanho de grão, grau de globularização, caracterizado por um fator de forma, e fração sólida presente.

CAPÍTULO 2

Fundamentos teóricos - Processos de obtenção de matéria prima reofundida

Os processos originais de produção de reofundidos, derivados das primeiras pesquisas feitas no MIT na década de setenta, envolvem o resfriamento de uma liga líquida até uma temperatura entre a *liquidus* e a *solidus* e sua agitação vigorosa durante todo o processo ou apenas na zona pastosa. A microestrutura da pasta obtida é constituída por uma fase primária esferoidizada, com tamanho médio dos glóbulos entre 30 μm e 150 μm , imersa em líquido. Após solidificação rápida, o material apresenta fase primária com morfologia globular e fases secundárias em contornos de glóbulos.

A agitação durante solidificação incentiva mecanismos de modificação da estrutura dendrítica parcialmente formada, interferindo na formação de novos grãos ou em seu crescimento. Tais mecanismos envolvem fenômenos de ruptura da estrutura já formada e sua globularização por mecanismos de engrossamento naturais ou forçados. A agitação do líquido em solidificação para a produção de pastas reofundidas pode ser feita por métodos mecânicos ou eletromagnéticos.

Um grande número de revisões sobre processos de reofundição pode ser encontrado (KIRKWOOD, 1994; KENNEY et al, 1988; ZOQUI, 1995) e em particular sobre a obtenção de reofundidos por agitação eletromagnética (BUBENIK, 1998), o processo de maior aplicação industrial na atualidade.

Com o desenvolvimento das técnicas de reofundição e aumento do conhecimento de mecanismos envolvidos na formação de estruturas fundidas globulares, novos processos de obtenção de pastas surgiram. Entre estes processos, destaca-se o grupo ao qual se

convencionou denominar Fusão Parcial Controlada, ou FPC, que envolve a globularização de estruturas fundidas por tratamentos térmicos a temperaturas superiores à *solidus*. Não há aqui a necessidade de uso de equipamentos especiais que promovam agitação do líquido em solidificação, representando enormes vantagens em termos operacionais.

Além de vantagens operacionais, a produção de pastas reofundidas por FPC permite um maior controle de parâmetros de processo e, portanto, da qualidade das pastas obtidas, quando comparada com produção por processo de agitação. FPC pode fornecer diretamente, em pequenos tempos de processamento (da ordem de minutos), pastas reofundidas de excelente qualidade, de várias famílias de ligas.

Para o desenvolvimento deste trabalho, este tipo de processo foi utilizado e, portanto, será melhor descrito nos itens que se seguem.

Nos processos envolvendo fusão parcial, pastas reofundidas podem ser obtidas a partir de estruturas dendríticas brutas de fusão, submetidas ou não a refino de grãos, estruturas não globulares e estruturas dendríticas deformadas.

2.1 - Fusão Parcial Controlada de estruturas fundidas

Neste item estão englobados os métodos de obtenção de pastas a partir de estruturas dendríticas brutas de fusão, dendríticas refinadas e de estruturas ultra-refinadas não dendríticas.

2.1.1 - Estruturas dendríticas

Qualquer liga com estrutura de solidificação dendrítica, pode ser transformada em globular pelo aquecimento a temperaturas entre a *solidus* e a *liquidus*. O aquecimento promove a fusão de fases de menor ponto de fusão, entre elas a de composição eutética, e de uma certa fração, dependente da temperatura de aquecimento, da fase primária. A fase líquida assim formada envolve a fase primária remanescente no estado sólido, que passa por um processo natural de engrossamento de ramos (KATTAMIS et al, 1967), desde que seja fornecido o tempo necessário para que o fenômeno, que envolve difusão de sólido no líquido, se desenvolva.

A força motriz para este fenômeno é a redução da energia livre interfacial sólido/líquido. Como as superfícies sempre têm elevada energia livre, a busca de um estado de menor energia por parte de estruturas dendríticas passa pela redução de sua superfície em relação ao volume que ela contém, levando à sua globularização. Segundo MARTIN & DOHERTY (1976), o engrossamento de ramos dendríticos é um processo bastante similar ao crescimento de precipitados por mecanismos de Ostwald, que levam em conta a maior solubilidade de partículas (ou superfícies) com menor raio de curvatura, já que estas apresentam uma maior relação área superficial para volume.

REEVES & KATTAMIS (1971) fizeram uma correlação experimental da dependência da área superficial por unidade de volume (S_v) de uma dendrita com o tempo de engrossamento de uma liga Al-4,5%Cu e confirmaram a redução de S_v com o tempo, com taxas maiores de redução de S_v para estruturas mais refinadas e para maiores temperaturas.

Segundo ROBERT (1993), a evolução de uma liga dendrítica até a globularização por fusão parcial controlada se dá por fenômenos de engrossamento dos ramos dendríticos com a formação de blocos irregulares envoltos por líquido interdendrítico originado da fusão dos contornos de grãos e seu posterior crescimento por fenômenos de coalescência. Os glóbulos resultantes apresentam grande quantidade de líquido intragranular (poças), resultado da ocorrência de coalescência dos ramos adjacentes e de glóbulos em contato.

O tempo requerido para globularização completa pode ser muito grande. A separação de um ramo secundário para uma liga Al-4,5%Cu com fração sólida de 0,5 é da ordem de $5,65 \times 10^3$ s, segundo cálculo de KATTAMIS et al (1967). O resultado é o crescimento exagerado dos grãos e uma estrutura reofundida de baixa qualidade. ZOQUI (1995) obteve, a partir de estruturas dendríticas da liga Al-4,5%Cu, reofundidos com morfologia da fase primária bastante irregular e heterogênea. A variação do tamanho de grãos foi da ordem de 18,8 % a 28,5% em torno do valor médio. Em todos os casos relatados houve aumento do tamanho médio dos grãos em relação aos iniciais de 50 % em média, após $4,5 \times 10^3$ s de tratamento isotérmico, com uma fração sólida estimada em 0,6.

Como conclusão pode-se afirmar que é possível a obtenção de pastas reofundidas a partir de estruturas brutas de fusão, embora de baixa qualidade, devido à irregularidade e

heterogeneidade da fase primária, à grande quantidade de poças intragranulares e às elevadas dimensões dos glóbulos e grãos obtidos.

2.1.2 - Estruturas dendríticas refinadas

É possível a obtenção de pastas reofundidas contendo glóbulos/grãos de menores dimensões e de melhor qualidade, em termos de quantidade de poças intragranulares de líquido, pela utilização de estruturas dendríticas altamente refinadas, quando comparadas com estruturas dendríticas grosseiras como as mencionadas no item anterior.

O refino de grãos promove também o refino da microestrutura e, portanto, o processo de globularização na reofundição é acelerado, resultando em estruturas globulares mais refinadas.

O refino da estrutura bruta de fusão pode ser efetuado de diversas maneiras, sendo o mais eficiente e utilizado na prática o refino químico, que envolve adição de refinadores de grãos ao metal líquido. A presença de potentes substratos de nucleação promove nucleação extensiva e restrição de crescimento, resultando em estruturas equiaxiais finas. Na prática, obtém-se estruturas super-refinadas, apropriadas à reofundição, de ligas de Al pela adição superdimensionada de inoculantes à base de titânio (MONTEL-ROVIRA & ROBERT, 1996).

A capacidade de refino depende dos componentes da liga, do tipo de substrato e da presença de impurezas prejudiciais, como o Zr. As ligas de Al da série 5xxx são mais fáceis de refinar que da série 1xxx, e o Ti é um inoculante poderoso por promover super-resfriamento constitucional elevado (McCARTNEY, 1989), além de apresentar $TiAl_3$ como potente substrato de nucleação. Tamanhos de grãos da ordem de 80 μm podem ser obtidos em processos industriais.

Ligas de Al refinadas com excesso de inoculantes apresentam microestrutura constituída de dendritas equiaxiais ou rosetas, as quais se prestam à reofundição por FPC com vantagens sobre estruturas dendríticas convencionais. Rosetas são mais facilmente globularizadas e resultam em estrutura mais refinada, além de uma presença reduzida de poças de eutético no interior da fase primária. MONTEL-ROVIRA & ROBERT (1996) obtiveram estruturas reofundidas de excelente qualidade a partir de ligas Al-4,5 %Cu submetidas ao refino de grãos por adição excessiva de inoculantes.

2.1.3 - Estruturas não dendríticas

Estruturas não dendríticas podem ser obtidas a partir do ultra-refino dos grãos durante a solidificação de uma liga. A estrutura obtida é a de grãos equiaxiais ultrafinos com reduzido teor de microsegregação interna e alto teor de soluto mantido na fase primária devido ao resfriamento rápido. O interior dos grãos é homogêneo, não apresentando qualquer tipo de formação dendrítica.

O ultra-refino pode ser alcançado por métodos físicos de interferência na nucleação durante a solidificação, como o processo Osprey (BROOKS et al, 1977). Basicamente são processos que envolvem alta taxa de nucleação inicial, associada à alta taxa de resfriamento.

No processo Osprey o metal líquido é pulverizado numa câmara fechada por meio de um jato de gases inertes. Inúmeras gotículas são formadas, com superfície livre de óxido, e recolhidas no interior de um molde onde são rapidamente solidificadas. Não há formação dendrítica e a "préforma" assim obtida (bloco, tarugo) apresenta estrutura globular bastante homogênea e refinada. O soluto se apresenta em solução na fase primária.

Pode ser utilizado para qualquer tipo de metal ou liga, tendo sido testado com sucesso para ligas de Al hipo e hipereutéticas (Al -Si), superligas de Co-Cr e aços de alta liga (inoxidáveis, ferramenta).

O reaquecimento destas estruturas até a zona pastosa promove a transformação direta da estrutura ultra-refinada em globular, sem a necessidade de tempo para sua globularização. A estrutura reofundida obtida tem uma fase primária com granulometria bastante fina, grande homogeneidade dimensional e morfológica e ausência de líquido retido em seu interior. Porém os equipamentos utilizados são de alto custo e baixa produtividade, não sendo utilizados na produção industrial.

Outro processo, denominado Método de Fundição Centrífuga com Resfriamento Forçado (Water-cooling Centrifugal Casting Method) faz uso de um molde cilíndrico de Cu, conectado ao eixo de um motor que impõe um movimento de rotação, envolto por uma camisa de água, para promover resfriamento rápido. Uma combinação de fluxo turbulento, atuação de força centrífuga e resfriamento rápido resultam em pequenos grãos não-

dendríticos que, segundo seus autores, YEH & JONG (1994), são da ordem de 17 μm de diâmetro. Embora não haja publicações conhecidas sobre a reofundição deste material, pode-se inferir que o processo de globularização seja similar ao dos métodos apresentados acima.

2.2 - Mecanismos de formação de reofundidos por Fusão Parcial Controlada

A formação de estruturas reofundidas a partir de ligas com microestrutura dendrítica envolve fenômenos de engrossamento dendrítico amplamente pesquisados na solidificação de ligas metálicas. Em geral podem ser divididos em dois grupos, em função dos diferentes mecanismos envolvidos: Ostwald “ripening” e coalescimento.

Ambos mecanismos têm como força motriz a redução da energia interfacial sólido/líquido e são governados pelo efeito de Gibbs-Thompson, que prevê o aumento da solubilidade de partículas dispersas em uma matriz de composição diferente em função do aumento de sua curvatura. Como consequência, o aumento da curvatura positiva de uma superfície sólida resulta no aumento do teor de soluto no líquido adjacente em equilíbrio. Superfícies sólidas de diferentes curvaturas, tanto positivas (a ponta de um ramo dendrítico, por exemplo), quanto negativas (sua raiz), estabelecem gradientes de concentração de soluto no líquido vizinho e difusão do soluto no líquido das regiões mais ricas para as mais pobres em soluto.

2.2.1 - Ostwald “ripening”

De maneira geral, o desaparecimento de ramos dendríticos ou partículas com elevado grau de curvatura (ou reduzido raio de curvatura) em benefício do crescimento de vizinhos com pequeno grau de curvatura é conhecido como Ostwald “ripening”.

O fenômeno é amplamente estudado tanto no engrossamento dendrítico quanto no crescimento de partículas sólidas discretas, como na sinterização. É regido por difusão em fase líquida e em interfaces sólido/líquido no primeiro caso, e por difusão em fase sólida e interfaces sólido/sólido no segundo.

Explicações obtidas por estudiosos de mecanismos de engrossamento dendrítico durante a solidificação podem ser utilizadas para o entendimento da evolução estrutural na reofundição.

KATTAMIS et al (1967), observaram que o espaçamento entre ramos secundários é crescente durante a manutenção de ligas de Al-4,5%Cu na região semi sólida, devido ao engrossamento de ramos maiores às custas da dissolução dos menores. Propuseram dois tipos de mecanismos envolvidos, conforme ilustrado na FIGURA 2.1. No primeiro, ramos dendríticos menores têm seu crescimento inibido por acúmulo de soluto no líquido ao seu redor, proveniente da rejeição do soluto no seu crescimento e dos braços maiores vizinhos. A dificuldade de difusão é ainda maior junto à raiz, causando empescoçamento do ramo dendrítico e seu eventual desprendimento. O resultado é a redução do número de ramos dendríticos e seu engrossamento geral.

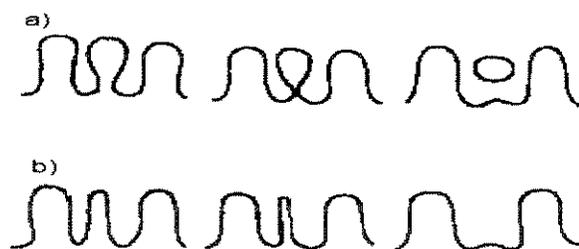


Figura 2.1 - Modelos de Ostwald "ripening": a) desprendimento de ramo dendrítico por empescoçamento da raiz; b) dissolução de ramo de menor diâmetro.

FONTE - KATTAMIS et al (1967). p. 150.

No segundo modelo, ramos mais finos têm líquido ao seu redor com maior concentração de soluto que ramos com raio maior. Nestas condições, há uma inibição de seu crescimento em favor do crescimento de ramos maiores. O resultado geral é o desaparecimento de ramos finos e maior engrossamento de ramos originalmente mais grosseiros.

KAHLWEIT (1968) sugeriu outro modelo, mostrado na FIGURA 2.2, a partir da observação de engrossamento dendrítico em soluções orgânicas transparentes de água e cloreto de amônia. O processo fundamental é a dissolução, por difusão, do sólido localizado nas pontas de dendritas mais finas, devido ao aumento da solubilidade de superfícies com maior curvatura. Neste caso, ocorre a redução de seu comprimento (e não do diâmetro, como no modelo anterior) até a dissolução completa do ramo.

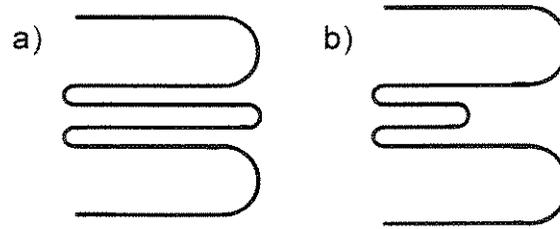


Figura 2.2 - Modelo de Kahlweit. a) Ramos de mesmo comprimento, mas um com diâmetro menor; b) Ocorre dissolução, reduzindo e eliminando o ramo de menor raio de curvatura.

FONTE - REEVES & KATTAMIS (1971). p. 226

2.2.2 - Coalescimento

Coalescimento, segundo YOUNG & KIRKWOOD (1975) é um fenômeno de engrossamento dendrítico onde ocorre crescimento de um ramo secundário da raiz à ponta. Não envolve, como nos modelos de Ostwald “ripening”, dissolução localizada da fase sólida. Outra forma de coalescimento é o encontro de duas partículas com orientações cristalinas semelhantes, que se unificam por difusão na interface sólido/sólido.

Na FIGURA 2.3 está mostrado um esquema do mecanismo proposto. A curvatura nas raízes entre ramos secundários adjacentes é grande e negativa, resultando em maior concentração de soluto no líquido vizinho em equilíbrio. Da mesma forma, o líquido em equilíbrio próximo às pontas das dendritas tem menor concentração de soluto. O gradiente de concentração no líquido, entre a raiz e a ponta da dendrita, leva à difusão de soluto em direção às pontas e às regiões cilíndricas próximas à raiz, provocando leve dissolução de sólido nestas regiões e deposição de sólido na raiz

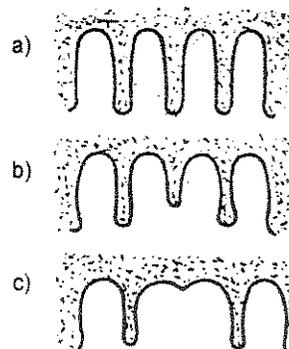


Figura 2.3 - Modelo de Young para coalescimento de ramos secundários, devido à diferença de concentração de soluto entre a raiz e a ponta: a) difusão de soluto da raiz para a ponta; b) solidificação na raiz devido à menor concentração de soluto em relação ao equilíbrio; c) engrossamento de ramos.

FONTE: GENDA et al (1987). p. 419.

GENDA et al (1987) observaram um novo padrão de engrossamento por coalescimento, onde o empescoamento de raízes pode levar a região central de ramos dendríticos vizinhos a se tocarem. Orientações cristalinas idênticas levam à eliminação da superfície de separação. Com o progresso da solidificação, o líquido interdendrítico aprisionado entre dois ramos é solidificado como eutético segregado ou pode ser expulso pelo avanço da frente sólida. O diagrama esquemático está mostrado na FIGURA 2.4.

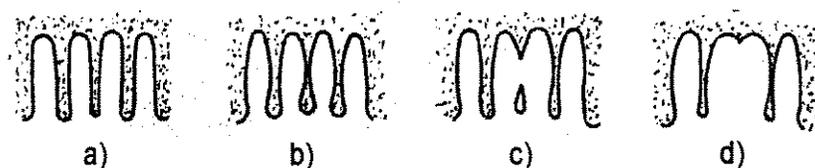


Figura 2.4 - Padrão de coalescimento observado por Genda. a) início; b) ramos adjacentes se tocam; c) o coalescimento se estende do centro para a raiz e a ponta dos ramos dendríticos; d) final.

FONTE - GENDA et al (1987). p. 419.

Todos estes mecanismos, observados na prática durante a solidificação ou na manutenção de ligas na região semi sólida, podem acontecer durante a reofundição de estruturas dendríticas fundidas. Embora na reofundição por FPC se parta da liga no estado sólido, provocando a fusão de fases secundárias na região semi sólida, o resultado obtido é o mesmo: fase primária dendrítica em um meio líquido, ativando os mecanismos de engrossamento que levam à globularização espontânea da fase sólida, possibilitando a redução da energia interfacial do sistema. Variações podem ocorrer na intensidade de ocorrência de um mecanismo sobre outro. Segundo ROBERT (1989), fenômenos de Ostwald “ripening” são preponderantes para a formação e crescimento de estruturas globulares de reofundição, em ligas de Al-6%Si, sobre mecanismos de coalescência, quando se trabalha com reduzidas frações sólidas na pasta.

A observação da reofundição de ligas de Al-4,5wt%Cu, levou ZOQUI & ROBERT (1998) a proporem um mecanismo, mostrado na FIGURA 2.5, de formação de estrutura globularizada a partir de engrossamento dendrítico.

Segundo este modelo, a partir de um grão formado por “n” dendritas, tem-se a evolução de “n” glóbulos distintos, com líquido de composição eutética entre os grãos reofundidos e entre os glóbulos. O mecanismo é válido para estruturas fundidas grosseiras.

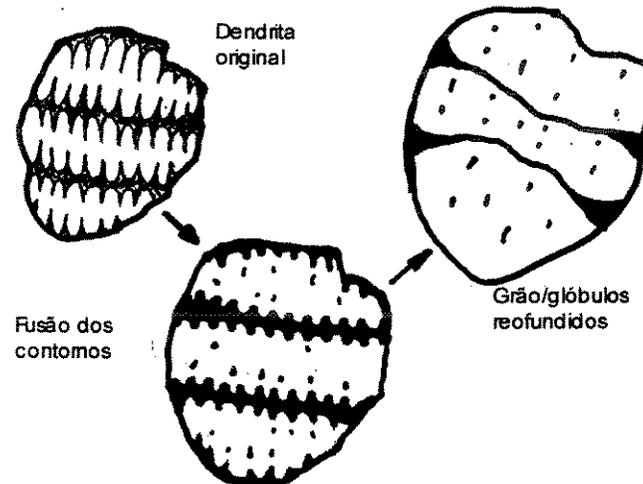


Figura 2.5 - Esquema ilustrativo da formação de glóbulos pela fusão parcial controlada de ligas com estrutura dendrítica grosseira.

FONTE: ZOQUI (1995). p.137.

A formação de reofundidos a partir de ligas com grãos refinados pela ação de inoculantes se dá pelos mesmos mecanismos que as estruturas dendríticas brutas de fusão, pois também se trata da globularização de estruturas dendríticas, embora equiaxiais e refinadas. A diferença está na cinética da globularização. Como as distâncias envolvidas na difusão de sólido são bem menores, o tempo para que se complete a globularização por Ostwald “ripening” ou por coalescência é reduzido.

Outra vantagem da reofundição de ligas refinadas em relação àquelas com estrutura bruta de fusão é a geometria final dos glóbulos. Como os grãos refinados apresentam dendritas equiaxiais, obtém-se glóbulos mais esferoidizados. LOUÉ & SUÉRY (1995) realizaram estudos de fusão parcial controlada com a liga Al-7%Si-0,3%Mg, a partir do produto bruto de fusão e da liga refinada. Após 35 min de reofundição à temperatura constante de 580 °C, o fator de forma medido foi de 12,6 no primeiro e 3,8 no segundo casos. O fator de forma foi definido, nesse caso, como proporcional a S_v^2/N_a , onde S_v é a área da interface sólido/líquido por unidade de volume e N_a é o número de glóbulos por unidade de área. A constante de proporcionalidade normaliza o fator de forma para 1 no caso de esferas. O único fator a que se atribuiu esta redução do fator de forma para ligas refinadas foi o menor tamanho inicial de grãos (950 μm para a liga fundida e 450 μm após o refino).

No caso de reofundição de ligas com microestrutura ultra-refinada não dendrítica, os mecanismos de globularização da fase primária são ainda mais simples. Pelo fato dos grãos

iniciais já serem aproximadamente esféricos e sem ramificações, basta a elevação da temperatura de tratamento acima da *solidus* para que se obtenha uma pasta reofundida. As fases de menor ponto de fusão fundem-se envolvendo as partículas sólidas remanescentes, já globularizadas. Os tempos envolvidos em tal tratamento são muito pequenos, e seu prolongamento resulta apenas em crescimento de fase primária.

Ao trabalhar com aços do tipo M-2, de microestrutura não dendrítica, formada por ferrita poligonal e carbeto precipitados, ROBERT (1993) descreveu a evolução estrutural na reofundição como envolvendo a dissolução dos carbeto e transformação da ferrita em austenita globularizada, sem a necessidade de estágios intermediários de engrossamento. Como não há fenômenos de engrossamento envolvidos e todo o líquido formado na zona pastosa se localiza em contornos da fase sólida, não se verifica a presença de poças em seu interior.

Como conclusão deste item, pode-se dizer que:

- a evolução de ligas com estrutura dendrítica para globular ocorre por fenômenos de Ostwald “ripening” ou de coalescimento, semelhantes aos verificados na solidificação convencional de metais,
- a força motriz dessa transformação é a redução da energia livre interfacial sólido/líquido,
- a diferença entre a reofundição de estruturas grosseiras e estruturas refinadas está na cinética da globularização, e não nos mecanismos envolvidos,
- estruturas ultra-refinadas não dendríticas transformam-se diretamente em globulares, não passando por estágios morfológicos intermediários.

2.3 - Fusão Parcial Controlada de estruturas deformadas

A produção de pastas reofundidas a partir de ligas submetidas à deformação no estado sólido antes do aquecimento até temperaturas acima da *solidus* faz uso dos fenômenos de recristalização dos metais. Quando suficientemente deformada, de modo a introduzir no material um aumento de energia interna capaz de provocar a migração de discordâncias e formação de contornos de alto ângulo, uma microestrutura de grãos não dendríticos refinados

é produzida durante recristalização. A fusão parcial desta estrutura resulta numa pasta composta por partículas sólidas esferoidizadas numa matriz líquida.

Algumas variações neste esquema incluem:

⇒ Deformação preliminar a quente, por laminação ou extrusão, acima da temperatura de recristalização, seguida por deformação a frio, segundo processo patenteado sob a marca SIMA[®] ou “Stress Induced Melt Activated” (ITT CORP., 1983).

⇒ Deformação preliminar acima da temperatura de recristalização e posterior deformação a quente, porém abaixo da temperatura de recristalização, para assegurar uma introdução máxima de encruamento no material, chamado de processo “Recrystallization and Partial Melting” (RAP) (KIRKWOOD, 1994).

Embora sejam processos de baixo custo, com o uso de tecnologia conhecida e equipamentos convencionais, não têm sido explorados comercialmente. Uma das limitações parece ser a necessidade de deformação mínima de 10 %, o que impõe um limite prático de diâmetro máximo de 50 mm para o lingote, se deformado por extrusão (KIRKWOOD, 1994). No entanto, KAPRANOS et al (1990) mostraram ser possível a utilização de deformação por forjamento, permitindo a produção de lingotes com diâmetros maiores.

ROBERT (1989) fez uma extensa pesquisa com liga de Al-7%Si e observou a transformação da estrutura originalmente constituída por fase primária dendrítica submetida à deformação a frio por compressão, circundada por cristais eutéticos alongados de Si, em uma estrutura com fase α globular. Também houve modificação no eutético de Si que se apresentou, após o tratamento, como fina rede de cristais com morfologia de blocos ou particulados, devido ao resfriamento rápido da pasta reofundida.

O processo de reofundição por fusão parcial controlada de estruturas dendríticas previamente deformadas não envolve, portanto, mecanismos de globularização da morfologia original. Os mecanismos aqui envolvidos podem ser divididos nas seguintes etapas: recristalização da estrutura original, fusão de fases secundárias presentes em contornos originais, penetração de líquido em novos contornos formados e separação de grãos recristalizados.

O resultado é a obtenção de estruturas reofundidas de glóbulos bastante esféricos, homogêneos, de pequenas dimensões e ausência de líquido retido em seu interior. Assim, pastas reofundidas de excelente qualidade podem ser produzidas.

2.4 - Mecanismos de formação de reofundidos por FPC com estruturas deformadas

Na produção de pastas reofundidas pelo tratamento térmico de estruturas previamente deformadas, o primeiro estágio de transformação estrutural é a recristalização, seguida da reofundição propriamente dita.

2.4.1 - Recristalização

A submissão de um material à deformação promove o aumento de sua energia interna, a qual se constitui na força motriz para a formação de novos grãos, ou recristalização. A maior parte da energia despendida na deformação é liberada na forma de calor, enquanto a restante é armazenada em discordâncias, formando uma rede cuja densidade e distribuição dependem de muitos fatores, sendo a quantidade de deformação o principal deles.

A recristalização primária pode ser definida como o processo no qual novos grãos livres de deformação são nucleados, crescendo às custas da região deformada até que toda ela tenha sido consumida (COTTERILL & MOULD, 1976). O resultado final é uma estrutura de grãos refinados, não dendríticos, com energia interna menor que a inicial. Está bem estabelecido que seis características básicas governam a recristalização:

- É necessário uma deformação mínima para iniciá-la,
- quanto menor o encruamento, maior é a temperatura necessária,
- o aumento do tempo de aquecimento reduz a temperatura necessária,
- o tamanho do grão recristalizado depende principalmente da quantidade de deformação, e numa menor medida da temperatura de tratamento; diminuindo com o aumento da deformação e com a redução da temperatura,
- quanto maior o tamanho do grão original, maior é a quantidade de deformação necessária para obter tamanho final equivalente, com o mesmo tempo e temperatura de recristalização,

- a quantidade de deformação necessária para se obter resistência mecânica equivalente aumenta com o aumento da temperatura de deformação.

O modelo de recristalização mais aceito atualmente (COTTERILL & MOULD, 1976) prevê a existência de regiões localizadas da estrutura cristalina fortemente deformadas, que atuam como núcleos quando, por algum rearranjo interno, passam a ter uma energia menor que sua vizinhança. Tais núcleos podem crescer se houver uma desorientação cristalina entre eles e a região deformada vizinha suficiente para formar um contorno de alto ângulo. Estas regiões são, preferencialmente, bandas de deformação ou contornos de grãos, e onde a rede cristalina é deformada localmente, em consequência de trabalho mecânico (COTTRELL, 1953).

Os mecanismos pelos quais as regiões mais deformadas são transformadas em núcleos de recristalização estão sintetizados abaixo (CAHN, 1983):

⇒ Crescimento de região poligonizada: a poligonização pode remover a energia interna armazenada em uma pequena região deformada mais severamente que seus arredores. Subgrãos produzidos por reações entre discordâncias, equivalentes à poligonização, são precursores necessários à nucleação. O núcleo viável assim iniciado é desorientado em relação à vizinhança, podendo então crescer.

⇒ Coalescimento de subgrãos vizinhos: quando a desorientação é pequena, pode ocorrer escalagem e escorregamento de discordâncias, removendo o subcontorno existente entre eles. O subgrão assim formado, maior que seus vizinhos, pode crescer às suas expensas.

⇒ Migração de contorno induzido por deformação (SIBM): pode ocorrer localmente, quando um subgrão de uma região deformada cresce dentro de seu vizinho, formando um balão com a orientação do grão de origem, porém livre de discordâncias. Este subgrão na forma de balão pode agir como um núcleo.

Para o caso de recristalização de estruturas deformadas com segunda fase dispersa, a nucleação de novos grãos ocorre na matriz da liga, e os processos envolvidos devem ser similares aos apresentados acima. Portanto, devem haver regiões com um alto grau de deformação localizada e desorientação da rede cristalina, onde seja possível desenvolver-se

uma região de baixa energia circundada por um contorno de alto ângulo. As partículas da segunda fase presentes exercem o papel de estimuladores da nucleação, com duas influências opostas no progresso da recristalização primária:

⇒ A nucleação de novos grãos pode ser acelerada, especialmente se as partículas forem comparativamente grandes. Se forem muito pequenas, a nucleação é retardada e até totalmente inibida.

⇒ O crescimento de novos grãos é sempre impedido, devido às forças de arraste exercidas sobre um contorno pelas partículas, principalmente se forem pequenas e numerosas.

DOHERTY & MARTIN (1962), em um cuidadoso estudo sobre a recristalização de ligas bifásicas de Al-Cu observaram que a cinética de recristalização depende sensivelmente das características de dispersão da segunda fase. A existência de partículas grosseiras acelera a nucleação mais do que o crescimento de novos grãos, de tal forma que a recristalização como um todo é acelerada. Há evidências que a nucleação se torna muito difícil quando o espaçamento é tão pequeno a ponto de cada subgrão colidir com uma partícula antes de se tornar um núcleo viável.

Estes resultados incluem todas as ligas, independentemente dos componentes presentes, nas quais partículas relativamente não deformáveis (fases intermetálicas incoerentes com a matriz ou partículas não metálicas), estão distribuídas separadamente, numa matriz contínua deformável da fase primária.

COTTERILL & MOULD (1976) observaram que a taxa máxima de nucleação em uma liga de Al-Fe com a segunda fase dispersa ocorre com espaçamento interpartículas próximo de 4 μm , sugerindo que este é o espaçamento ótimo para ligas de Al. No modelo proposto por estes autores, a presença de partículas suficientemente grandes provoca o surgimento de curvaturas da rede cristalina nas vizinhanças da interface partícula - matriz, tornando-se locais potenciais para a formação de núcleos de recristalização.

Enquanto a quantidade de partículas for pequena, o efeito de nucleação provocado por elas não é sensível, e o material comporta-se como um metal puro. Porém, o aumento da quantidade (redução do espaçamento) acelera a nucleação, ao mesmo tempo que impõe restrições ao seu crescimento, resultando em grãos menores e uniformes. Quando o

espaçamento é reduzido além de um tamanho crítico, a formação de um núcleo sofre a concorrência do núcleo sendo formado na partícula vizinha, e ambos tornam-se inviáveis. Uma redução da taxa de nucleação em partículas ocorre, e em casos limites é totalmente inibida.

O espaçamento interpartículas determina em grande parte a cinética de recristalização e o tamanho final dos grãos, mas o tamanho das partículas também exerce influência considerável sobre o processo, pois determina a *distribuição* de discordâncias na matriz. Partículas grandes são responsáveis por uma maior heterogeneidade na distribuição, favorecendo a formação de subgrãos, enquanto partículas pequenas dão origem a uma distribuição homogênea, onde a formação de contornos de subgrãos é dificultada. Rotações localizadas da rede são mais difíceis porque a concentração de deformação é menos freqüente, e o raio crítico do núcleo de recristalização é aumentado.

O micromecanismo de nucleação de grãos por partículas da segunda fase foi observado por HUMPHREYS (1979), em microscópio de transmissão, através de recristalização *in situ*. Partículas grandes estimulam a nucleação, não apenas por concentrarem a deformação localmente, com alta densidade de discordâncias, mas especialmente por criarem uma grande desorientação local, que pode alcançar 45° para partículas de $2 \mu\text{m}$. A escalagem de discordâncias através de um mecanismo semelhante à poligonização leva à formação de subgrãos que agem como núcleos dos grãos recristalizados. A densidade de discordâncias ao redor das partículas é proporcional ao seu tamanho, explicando a heterogeneidade de distribuição, uma vez que partículas de grandes dimensões geralmente implicam em grande espaçamento entre elas.

Além da influência sobre a distribuição de discordâncias, o tamanho das partículas tem uma influência marcante sobre a quantidade de deformação necessária para que ocorra nucleação estimulada por partículas (PSN). Estudando ligas de Al contendo partículas bem espaçadas HUMPHREYS (1977) mostrou que ligas envelhecidas para a obtenção de partículas maiores exigem menores graus de deformação para estimular a nucleação, como mostra o esquema da FIGURA 2.6, do que ligas contendo partículas de dimensões menores.

Pode-se concluir, portanto, que a aceleração da nucleação de grãos recristalizados, com a conseqüente obtenção de grãos mais refinados, está associada a grande número de

partículas grosseiras e bem espaçadas, enquanto a inibição está relacionada à presença de uma dispersão fina e pouco espaçada. Este conceito será importante no desenvolvimento deste trabalho, na busca de condições de reofundição que resultem em estruturas globulares refinadas.

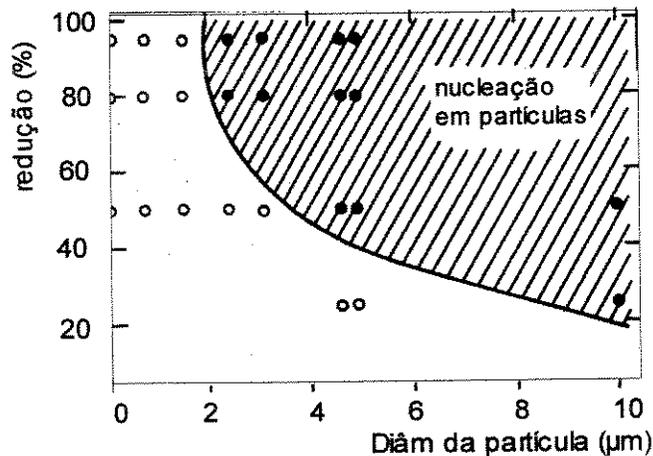


Figura 2.6 - Condições de deformação e tamanho de partículas para as quais é observada a ocorrência de nucleação em partículas de Si de uma liga de Al laminada.

FONTE: HUMPHREYS (1977), p. 1326

2.4.2 - Reofundição

O desenvolvimento teórico do principal mecanismo de formação de reofundidos por fusão parcial controlada de estruturas dendríticas com deformação prévia tem início no estudo da reofundição por agitação mecânica. VOGEL (1978) observou que o tamanho médio dos glóbulos da fase primária na pasta reofundida diminui com o aumento da velocidade de rotação imposta, desde que esta seja suficiente para causar turbulência no líquido. A explicação para esse fato foi a existência de um mecanismo de multiplicação cristalina a partir da fragmentação de ramos dendríticos.

Baseados neste fato, VOGEL et al (1979) apresentaram uma contribuição importante sobre os mecanismos de formação da microestrutura de reofundidos no *Congresso Internacional de Solidificação e Fundição*, realizado em Sheffield. O ponto de partida é a hipótese de dobramento de ramos dendríticos, sob a ação de tensões de cisalhamento durante a agitação, e não sua ruptura, como TILLER & O'HARA (1967), por exemplo, sustentavam. A suposição de dobramento de ramos é compartilhada por outros pesquisadores. PILLING & HELLAWELL (1996), que propunham um mecanismo de fusão de raízes de ramos

dendríticos durante solidificação sob agitação vigorosa, calcularam a tensão de tração máxima que um ramo de formato cilíndrico com redução de raio na raiz poderia sofrer sob a ação de arraste de metal líquido. Chegaram a valores de tensão máxima bem abaixo da tensão de escoamento à temperatura de fusão do Al, para dimensões de ramos usuais. A tensão máxima variou, para os dados utilizados, entre $0,1\sigma_e$ e $0,6\sigma_e$, valores suficientes apenas para provocar deformação elástica dos ramos, e não a sua ruptura.

Para VOGEL et al (1979), por sua vez, a agitação promoveria uma deformação plástica nos ramos dendríticos, provocando seu dobramento por um ângulo θ , levando a uma desorientação cristalina entre os ramos secundário e primário. Um número extra de discordâncias é criado para acomodar este dobramento, as quais podem dar origem a sítios adequados à recristalização, pela formação de contornos de baixo ângulo, que podem evoluir para contornos de alto ângulo. A energia de contornos aumenta com a desorientação, existindo um valor mínimo no qual esta energia, γ_{cg} , é maior que a energia criada pela formação de duas interfaces sólido/líquido, $2\gamma_{sl}$, no lugar do contorno de grãos. Quando isto acontece, a separação do ramo secundário é favorecida pelo “molhamento” completo do contorno por um filme de líquido. O líquido é originado pela fusão de fases secundárias de ponto de fusão reduzido, já que o tratamento é feito a temperaturas acima da *solidus*.

Evidências desse mecanismo foram obtidas por LEE et al (1980) através da medição dos ângulos entre as orientações cristalinas de grãos adjacentes, em corpos de prova reofundidos por agitação mecânica. A maioria dos contornos observados era de baixo ângulo (menores que 13°). A falta de contornos de alto ângulo é esperada, já que contornos sobreviventes no sólido devem obedecer à relação $\gamma_{cg} < 2\gamma_{sl}$. Observaram, também, que o seccionamento consecutivo de microestruturas reofundidas revelou uma grande quantidade de interconexões de partículas, reforçando a hipótese de dobramento de ramos.

DOHERTY, LEE & FEEST (1984) sistematizaram essas observações, propondo um ângulo limite de 20° de desorientação cristalina, para que um contorno pudesse sofrer molhamento pelo líquido e dar origem a glóbulos sólidos livres no líquido, originando a pasta reofundida. A aglomeração de partículas sólidas, responsável pelas propriedades tixotrópicas de materiais reofundidos, também pode ser explicada por este mecanismo. Quando cristais com menos de 20° de desorientação cristalina entram em contato, formando contornos de grão de baixa energia ($\gamma_{cg} < 2\gamma_{sl}$), o coalescimento entre eles é mais favorável energeticamente.

Apesar das várias pesquisas feitas para comprovar experimentalmente o modelo proposto, apenas evidências indiretas foram possíveis. porém, através de técnicas de microscopia de transmissão, SHIN et al (1996) verificaram a existência de redes de discordâncias, acumuladas em subgrãos, cuja densidade aumenta com a fração sólida e a taxa de cisalhamento. Observaram densidades de discordâncias da ordem de 10^{10} cm^{-2} , para amostras submetidas à agitação, contra 10^8 cm^{-2} a 10^9 cm^{-2} para amostras não agitadas, levando à suposição da existência de contornos de baixo ângulo, com densidade de discordâncias diretamente proporcional ao aumento de deformação, introduzida pelo aumento da fração sólida e da taxa de cisalhamento. Não há, obrigatoriamente, a necessidade de dobramento de ramos dendríticos para a recristalização; o aumento da energia interna da fase sólida pode levar à formação de contornos de grãos recristalizados no seu interior, e sua separação em grãos individuais já esferoidizados.

A partir das observações do comportamento de estruturas dendríticas em solidificação sob vigorosa agitação, a explicação do mecanismo de formação de estruturas reofundidas a partir do estado sólido, com deformação prévia, é direta. A deformação dos materiais aumenta sua energia interna, resultando numa rede de subgrãos que evoluem para a formação de contornos quando a quantidade de deformação é suficiente. Durante o aquecimento na região semisólida, os contornos que apresentam energia superior a $2\gamma_{sl}$ são penetrados pelo metal líquido existente formando diretamente uma fase sólida globularizada e refinada, envolta por líquido; formando a pasta reofundida.

A produção de pastas reofundidas diretamente por FPC de estruturas dendríticas deformadas foi primeiramente estudada por ROBERT & KIRKWOOD (1988) com a liga Al-7%Si submetida a elevados graus de deformação. Os autores puderam observar a presença de uma rede de novos grãos recristalizados no interior da estrutura original deformada anteriormente à formação de uma fase líquida. Com o aumento da temperatura acima da *solidus*, pasta reofundida foi obtida. A comparação dimensional dos grãos recristalizados presentes a temperaturas menores que a *solidus* e dos grãos na pasta reofundida levou à conclusão que a transformação estrutura, de dendrítica para globular ocorreu pela separação individual dos grãos recristalizados. Este mecanismo também explica a pequena dimensão, esfericidade e ausência de poças de líquido no interior dos glóbulos resultantes.

Embora de concepção simples, a produção de pastas reofundidas por FPC de estruturas dendríticas deformadas é fortemente dependente de parâmetros de processo, sendo os mais importantes discutidos a seguir.

2.5 - Influência de parâmetros de processo na produção de pastas reofundidas por FPC

Segundo TIETMANN et al (1992), os principais parâmetros que influenciam o sucesso da reofundição por FPC e a qualidade das pastas obtidas são:

- Composição da liga;
- Tamanho de grãos da estrutura inicial;
- Grau de deformação prévia;
- Taxa de aquecimento;
- Tempo de tratamento térmico;
- Temperatura de tratamento térmico.

Pode-se acrescentar, além desses parâmetros, a variação de ciclos termomecânicos prévios.

2.5.1 - Composição da liga

Há poucos trabalhos publicados sobre o comportamento de pastas reofundidas produzidas por Fusão Parcial Controlada em função da variação da composição da liga. Em pesquisa realizada para examinar o mecanismo de fragmentação dendrítica durante a reofundição, KAPRANOS et al (1993) utilizaram ligas de Al-4,5wt%Cu e Al-10wt %Cu, deformadas e aquecidas às temperaturas de 858 K e 880 K, respectivamente.

Como ambas são hipoeutéticas, os reofundidos obtidos não apresentaram diferenças microestruturais importantes. Nos dois casos, a fase primária é composta por Al- α , envolta pela fase secundária. Porém, a fusão da liga com 10 % de Cu foi mais lenta apresentando inicialmente um eutético grosseiro, levando mais tempo para formar a fase líquida. As fases primárias resultantes também apresentaram morfologias diferentes. O reofundido da liga Al-4,5wt%Cu é composto por glóbulos mais esferoidizados com diâmetro da ordem de 100 μm , enquanto a liga Al-10wt%Cu apresentou uma fase primária de formato mais alongado, com tamanho de 70 μm de largura, e comprimento 2 a 3 vezes maior.

2.5.2 - Tamanho de grãos da estrutura inicial

A influência do tamanho de grãos inicial na evolução da estrutura dendrítica para globular e no tamanho final dos glóbulos/grãos na estrutura reofundida obtida tem sido investigada. Para LOUÉ & SUÉRY (1995), o tamanho inicial dos grãos não afeta a morfologia e tamanho final dos glóbulos, desde que a deformação imposta tenha sido suficiente para causar recristalização completa. Estudando ligas de Al-7%Si com tamanhos iniciais de grãos de 450 μm e 70 μm e vários níveis de deformação por laminação, observou que há um nível crítico de encruamento acima do qual a morfologia e tamanho da fase sólida na pasta reofundida são equivalentes, independentemente do tamanho inicial de grãos. Seus resultados são apresentados na FIGURA 2.7.

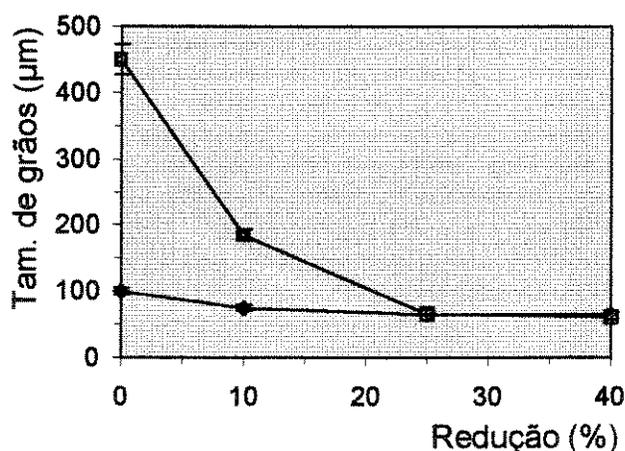


Figura 2.7 - Tamanho de grãos da liga Al-7%Si reofundida por fusão parcial em função da deformação prévia, com estrutura obtida de: ■) Solidificação convencional; ◊) Solidificação com agitação eletromagnética.

Fonte: LOUÉ & SUÉRY (1995), p.12.

Por outro lado, ZOQUI & ROBERT (1998) obtiveram resultados que mostram variação do tamanho final dos glóbulos em função do tamanho inicial dos grãos, para ligas de Al-4,5wt%Cu solubilizadas e laminadas com 40 % de redução (deformação real) da espessura. O tamanho inicial de grãos variou de 39 μm a 125 μm , enquanto os glóbulos da estrutura reofundida variaram de 16,3 μm a 25,4 μm , isto é, uma variação de 220 % no tamanho inicial dos grãos provocou uma variação de 56 % no tamanho final dos glóbulos.

2.5.3 - Grau de deformação prévio

Segundo vários autores, (ROBERT & KIRKWOOD, 1988, ROBERT, 1993, LOUÉ & SUÉRY, 1995, WERT et al, 1981) este é o parâmetro que exerce a principal influência sobre a microestrutura de um material reofundido obtido por Fusão Parcial Controlada.

ROBERT & KIRKWOOD (1988) observaram uma diferença entre amostras pouco e muito deformadas. Amostras de Al-7%Si pouco deformadas (10 %) apresentam, durante reofundição, fase sólida com morfologia de blocos irregulares evoluindo para globulares por engrossamento. Contornos formados no interior da fase primária, antes de atingir a *solidus*, são de baixo ângulo, e tendem a desaparecer com o aquecimento, por efeito de difusão. O reofundido obtido é bastante semelhante àqueles obtidos por FPC a partir de estruturas brutas de fusão. Com deformação de 120%, os glóbulos resultantes na pasta reofundida apresentam diâmetro da ordem de 40 μm , confirmando que o aumento da deformação resulta em partículas menores. Neste último caso, o mecanismo envolvido é a recristalização e separação, enquanto no primeiro a globularização se dá por mecanismos de engrossamento dendrítico. Seus resultados estão apresentados na FIGURA 2.8.

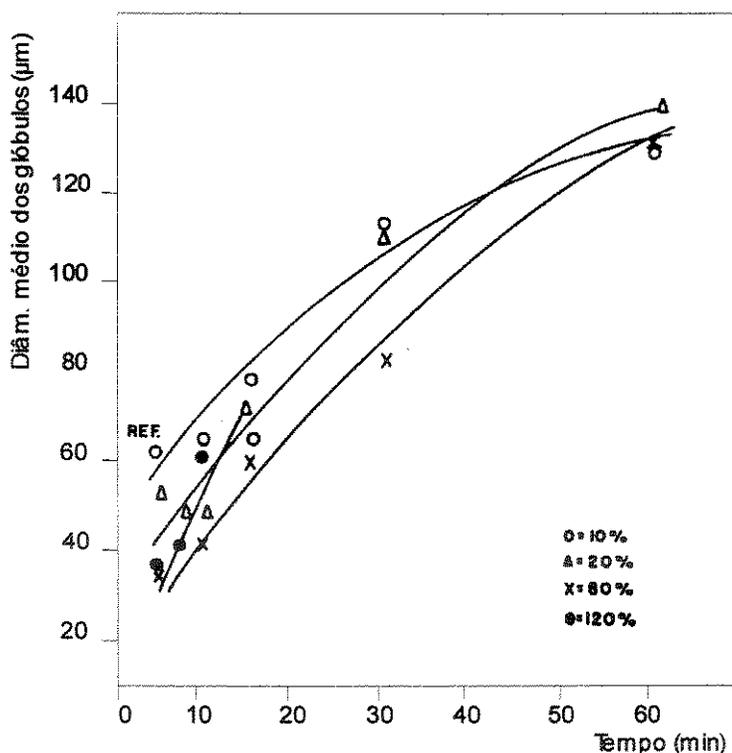


Figura 2.8 - Variação do diâmetro médio de partículas sólidas da pasta reofundida com o tempo de tratamento.

FONTE: ROBERT (1989), p. 96.

O exame destes resultados mostra outro fato interessante. Se apenas os valores de diâmetro dos glóbulos reofundidos obtidos após 5 min de aquecimento (o tempo necessário para as amostras atingirem a *solidus*), forem plotados contra o nível de deformação, o gráfico

da FIGURA 2.9 é obtido. Ele mostra que, evitando-se o crescimento dos glóbulos na região pastosa, não há diferença no seu diâmetro médio final para 80 % e 120 % de deformação.

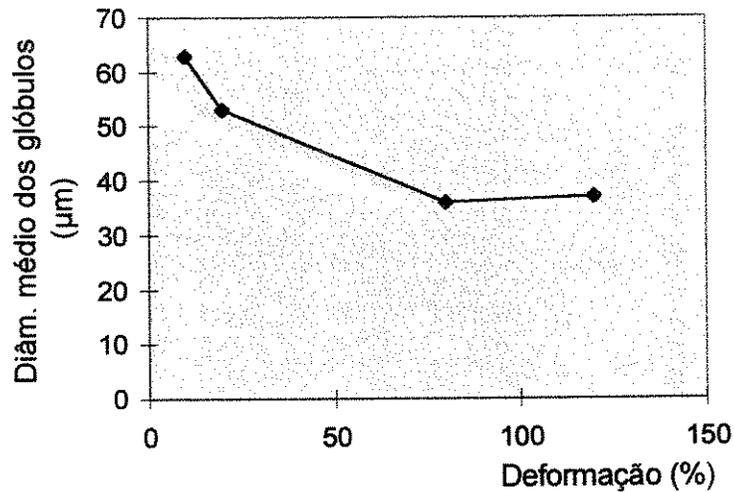


Figura 2.9 - Variação do diâmetro médio de glóbulos em função do grau de deformação.

FONTE: ROBERT (1989)

Para LOUÉ & SUÉRY (1995), que obtiveram resultados semelhantes, mostrados na FIGURA 2.7, existe um grau crítico de deformação, acima do qual a morfologia e o tamanho dos glóbulos da fase sólida na pasta refundida não mais se alteram.

Esta afirmação também pode ser confirmada a partir de pesquisas na área de recristalização de grãos. Segundo COTTERILL & MOULD (1976), existe um valor de “saturação” para o qual a energia interna permanece constante, apesar do aumento de deformação. Este comportamento está associado a um estado de equilíbrio dinâmico de formação e aniquilamento de discordâncias, e é observado em Al, Cu e ouro policristalinos, mas não em monocristais. Se a energia interna (densidade de discordâncias) permanece constante, a força motriz para a recristalização é a mesma, resultando em grãos recristalizados de mesmo tamanho, quando a deformação ultrapassa um valor crítico.

2.5.4 - Taxa de aquecimento

O controle da taxa de aquecimento é um fator importante na produção de peças tixoconformadas. Quando a matéria prima é reauecida até a região pastosa, pode ocorrer um crescimento não desejado da estrutura globular, por engrossamento, se o aquecimento for

muito lento. Por essa razão, a utilização de fornos de indução de alta frequência para este fim vem tendo cada vez mais importância.

Na Fusão Parcial Controlada de estruturas dendríticas deformadas, também ocorre o crescimento dos grãos recristalizados, cujos efeitos prejudiciais devem ser evitados. Quanto menor for o tempo decorrido entre a temperatura de recristalização e a de início de fusão, menos tempo haverá para o crescimento do grão, possibilitando a obtenção de uma estrutura mais refinada (KIRKWOOD, 1994).

É o que sugere o trabalho de WERT et al (1981), que mediu a densidade volumétrica de grãos recristalizados em amostras de Al 7075, após serem submetidas a diferentes taxas de aquecimento até a temperatura de recristalização de 482 °C. A utilização de fornos elétricos, com taxa de aquecimento de $1,8 \times 10^{-3}$ K/s resultou em uma densidade de grãos da ordem de $3 \times 10^2 \text{ mm}^{-3}$, enquanto com aquecimento em banho de sal fundido, à taxa de $2,8 \times 10^{-2}$ K/s, a densidade foi de 10^4 mm^{-3} .

2.5.5 - Tempo de tratamento térmico

A manutenção de materiais já reofundidos na região pastosa ativa os mesmos mecanismos de crescimento por engrossamento da fase sólida descritos no item 2.1. Porém, como no caso de Fusão Parcial Controlada com deformação prévia as partículas sólidas já se encontram globularizadas, não há engrossamento de ramos. As duas possibilidades de crescimento são por Ostwald “ripening”, com a dissolução de glóbulos menores em favor dos maiores, ou coalescimento de glóbulos com orientações cristalinas similares que encontram-se aleatoriamente na matriz líquida.

Como o mecanismo de coalescimento tem uma cinética diferente da de Ostwald, sendo dependente de $t^{1/4}$, é possível determinar-se qual dos dois predomina em determinado sistema. Se a função $R(t)$ for linearmente dependente de $t^{1/3}$, o principal mecanismo é o de Ostwald; porém se os dados experimentais fornecerem uma relação linear com $t^{1/4}$, coalescimento será preponderante. ROBERT (1993) fez este estudo com ligas de Al-Si e chegou à conclusão que o coalescimento entre partículas é o mecanismo determinante do fenômeno de crescimento de glóbulos numa pasta reofundida, para elevadas frações sólidas, enquanto no caso de reduzidas frações sólidas o mecanismo de crescimento preponderante é o de “Ostwald” ripening.

LOUÉ & SUÉRY (1995) chegaram à mesma conclusão em seu trabalho. A constante de proporcionalidade da curva $D^3(t) \times t$, forneceu um valor maior que o teórico, sugerindo que a coalescência é um importante, se não dominante, mecanismo de crescimento. Em pesquisa recente de obtenção de reofundidos pelo processo SIMA, com liga comercial 7075, TURKELI & AKBAS (1996) observaram o coalescimento de glóbulos e também a presença de pequenos grãos, que provavelmente teriam fundido se o material permanecesse mais tempo à temperatura de tratamento. Segundo os autores, é uma indicação clara de crescimento de partículas da fase sólida pelos mecanismos de Ostwald “ripening” e de coalescimento.

2.5.6 - Temperatura de tratamento térmico

A temperatura de tratamento térmico determina a relação entre as quantidade de sólido e líquido presentes. Esta definição é importante, pois influencia diretamente os parâmetros do processo de tixoconformação. Reofundidos com fração líquida maior exigem menos pressão em processos de injeção, porém a temperatura de processo é maior, causando maiores contrações no produto final e maiores tensões térmicas residuais.

ROBERT (1989) observou que a temperatura de tratamento interfere na dinâmica de transformação das fases presentes, mas não nos mecanismos pelos quais elas ocorrem. Como o principal fenômeno presente é o de difusão, o aumento de temperatura aumenta a taxa de difusão, fazendo com que a fase primária seja globularizada mais rapidamente.

2.5.7 - Ciclos termomecânicos prévios

A alteração da microestrutura bruta de fusão através de tratamentos termomecânicos, visando a obtenção de reofundidos de melhor qualidade, é um interessante campo de pesquisas muito pouco explorado. No único trabalho conhecido, LOUÉ & SUÉRY (1995) fizeram solubilização prolongada de uma liga Al-Si, para a obtenção de reofundidos por FPC. As partículas de silício esferoidizadas servem como nucleadores de grãos recristalizados, permitindo também maiores níveis de deformação sem a ocorrência de trincas.

Tratamentos termomecânicos apropriados à obtenção de partículas dispersas de segunda fase para incentivar a recristalização de ligas deformadas tem possibilitado a obtenção de estruturas com granulometria ultra-refinada. Estes resultados podem ser aproveitados na reofundição: glóbulos menores e mais homogêneos podem, potencialmente,

ser conseguidos a partir de estruturas ultra-refinadas sem a necessidade de equipamentos de alto custo, mas apenas tratamentos termomecânicos apropriados.

As condições de tamanho e espaçamento interpartículas ideais são, em geral, dados empíricos. A partir de um levantamento de diversos trabalhos sobre recristalização publicados, HUMPHREYS (1980) estimou que o tamanho mínimo de partículas para estimular a recristalização é da ordem de $1\mu\text{m}$, enquanto segundo DOHERTY (1980), o espaçamento interpartículas deve ser equivalente a cinco vezes seu diâmetro médio.

Materiais com tamanho de grãos recristalizados da ordem de $20\mu\text{m}$ tem sido obtidos com a realização de tratamentos termomecânicos visando atingir estas condições. DOHERTY & MARTIN (1962) fizeram superenvelhecimento de liga Al-4%Cu, por 24 h a $465\text{ }^\circ\text{C}$, chegando a grãos recristalizados de $18\mu\text{m}$ após 45 % de deformação. HUMPHREYS (1977) utilizou ligas de Al-4,5%Cu-0,5%Si e um tratamento térmico mais sofisticado: aquecimento por 24 h a uma temperatura logo abaixo da *solvus*, seguido de resfriamento a $1\text{ }^\circ\text{C/h}$ até à temperatura de recristalização ($250\text{ }^\circ\text{C}$) obtendo grãos de $20\mu\text{m}$, enquanto WERT et al (1981) conseguiram grãos de $10\mu\text{m}$ após superenvelhecimento de uma liga comercial 7075.

A deformação é a principal etapa dos tratamentos mencionados acima, pois é responsável pelo aumento da energia interna do material. Neste caso, o aumento da deformação favorece de maneira mais sensível a obtenção de estruturas mais refinadas pois, segundo HUMPHREYS & JENSEN (1986), a ocorrência de saturação, isto é, o limite de tamanho de grãos obtido, em ligas superenvelhecidas pode ocorrer a partir de valores de deformação bem mais altos.

WERT et al (1981) observaram um aumento da densidade de grãos em função do aumento da deformação real até um valor de 85 %, a partir da qual a densidade de grãos permanece constante. Sua conclusão é que deformações acima de 85 % não conseguem produzir deformação localizada em volta das partículas menores presentes, e que, portanto não é possível obter grãos recristalizados ainda mais refinados.

Estes resultados de estudos de recristalização podem ser úteis na reofundição: utilizando como matéria prima material superenvelhecido, estruturas reofundidas com reduzidos tamanhos de glóbulos podem ser obtidos. Este é o tema do presente trabalho.

CAPÍTULO 3

Procedimento experimental

3.1 - Material utilizado

O material escolhido para o desenvolvimento desta pesquisa foi uma liga Al-Cu, com outros componentes presentes na forma de impurezas. Estas ligas têm sido bastante utilizadas em pesquisas de reofundição, cujas vantagens podem ser sumarizadas abaixo:

- Há uma vasta literatura a respeito, quanto à sua caracterização metalográfica e ao estudo do fenômeno de recristalização, fundamental para o objetivo desse trabalho. Na reofundição é uma das ligas mais pesquisadas, além das ligas Al-Si e Sn-Pb.
- A linha *solvus* de seu diagrama de fases é bem acentuada, e por apresentar uma composição abaixo do limite de solubilidade do Cu no Al, é bastante suscetível a tratamentos térmicos de solubilização e precipitação.
- Sua microestrutura é bem definida, constituída das fases primária de Al- α e eutético (CuAl₂ + Al- α) lamelar, facilmente distinguíveis por microscópio ótico.
- É uma liga de médio ponto de fusão, de ampla aplicação industrial, principalmente na produção de componentes diversos da indústria automobilística.
- Apresenta uma faixa de solidificação relativamente ampla e um coeficiente de partição adequados à reofundição, possibilitando o controle da temperatura na zona pastosa e, portanto, o controle das frações sólido/líquido na pasta reofundida.

3.2 - Caracterização da liga para trabalho

3.2.1 - Diagrama de fases

O diagrama de fases da liga binária Al-Cu, apresentado esquematicamente na FIGURA 3.1, pode ser utilizado para caracterizar as fases presentes em um sistema em equilíbrio. Para

a porcentagem de Cu de 3,35 % espera-se a presença, à temperatura ambiente, de uma fase primária, denominada α , constituída por Al com 0,5 % de Cu em solução, e da fase secundária CuAl_2 , denominada θ , que contém 53,2 % de Cu. As proporções das fases α e θ são, respectivamente, 94,6 % e 5,7 %, calculadas pela Regra da Alavanca.

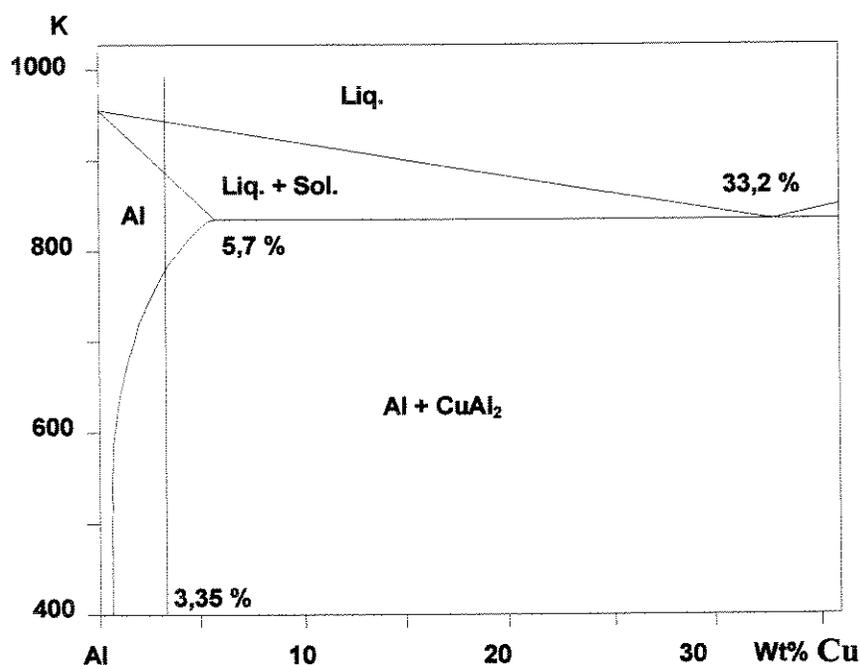


Figura 3.1 - Diagrama parcial de fases para a liga Al-Cu.

Fonte: MONDOLFO, 1976, pg. 255.

3.2.2 - Análise química

A análise química da liga utilizada foi feita pelo método de espectrofotometria de emissão atômica pela empresa Metalur Ltda. A sensibilidade do equipamento é de $\pm 0,005$ % em peso. A TABELA 3.1 apresenta a composição química da liga com base nos elementos analisados.

Tabela 3.1 - Composição química da liga para o trabalho.

Elemento	Cu	Si	Mg	Fe	Mn	Zn	Ni	Ti	Pb	Sn
Teor (wt%)	3,35	0,06	0,005	0,08	0,001	0,001	0,01	0,008	0,005	0,001

O baixo teor dos elementos considerados como impurezas torna adequada a utilização do diagrama binário de fases Al-Cu para a análise microestrutural da liga, sendo pouco significativa a formação de outros compostos intermetálicos além do CuAl_2 .

3.2.3 - Análise Térmica Diferencial

Esta análise foi realizada com o objetivo de se determinar as temperaturas *solidus* e *liquidus* da liga. Foi utilizado o equipamento marca Netzsch-Gerätebau, para a obtenção das curvas de resfriamento e aquecimento do material a uma velocidade de 5 K/min, com base à emissão/absorção de energia de uma amostra de 665,1 mg da liga em atmosfera de argônio.

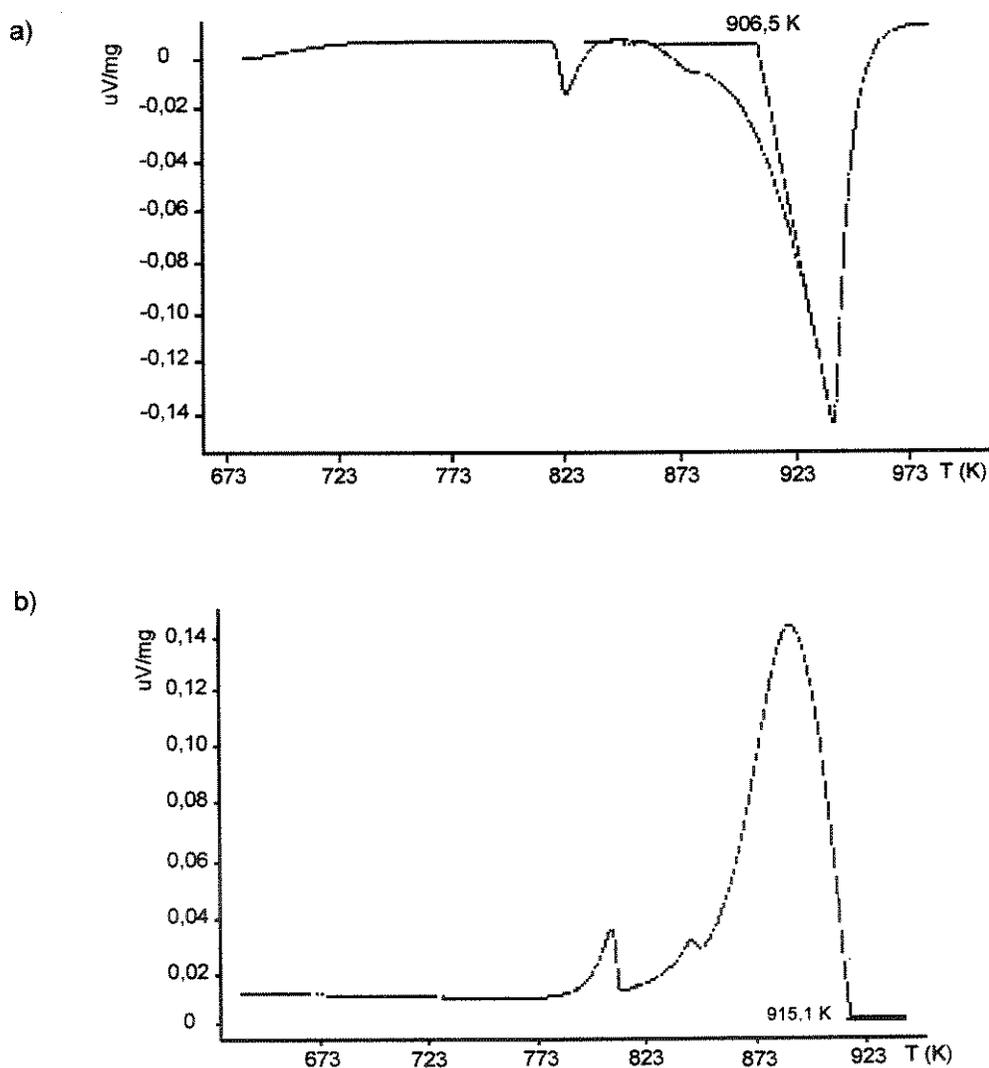


Figura 3.2 - Análise Térmica Diferencial da liga Al-3,35wt% Cu: a) curva de aquecimento; b) curva de resfriamento. Os valores de temperaturas destacados referem-se às temperaturas *solidus* e *liquidus* da liga.

Em função das curvas obtidas, apresentadas na FIGURA 3.2, as temperaturas *solidus* e *liquidus* da liga foram determinadas. Estas correspondem ao início da reação de transformação de fases sólido/líquido durante o aquecimento (FIG. 3.2 (a)) e da reação líquido/sólido durante o resfriamento (FIG. 3.2 (b)), respectivamente. Os valores encontrados foram de 906,5 K para a temperatura *solidus* e de 915,1 K para a temperatura *liquidus*.

3.2.4 - Microestrutura bruta de fusão

A FIGURA 3.3 mostra foto de microestrutura típica da matéria prima no estado bruto de fusão, como recebida. Observa-se a estrutura dendrítica da fase α (fase primária) circundada por uma rede de eutético grosseiro constituído por Al- α e CuAl_2 . Os ramos dendríticos estão bastante engrossados, característico de solidificação lenta na produção da matéria prima. Observa-se também a presença de poros comumente encontrados na produção de lingotes para reprocessamento posterior.

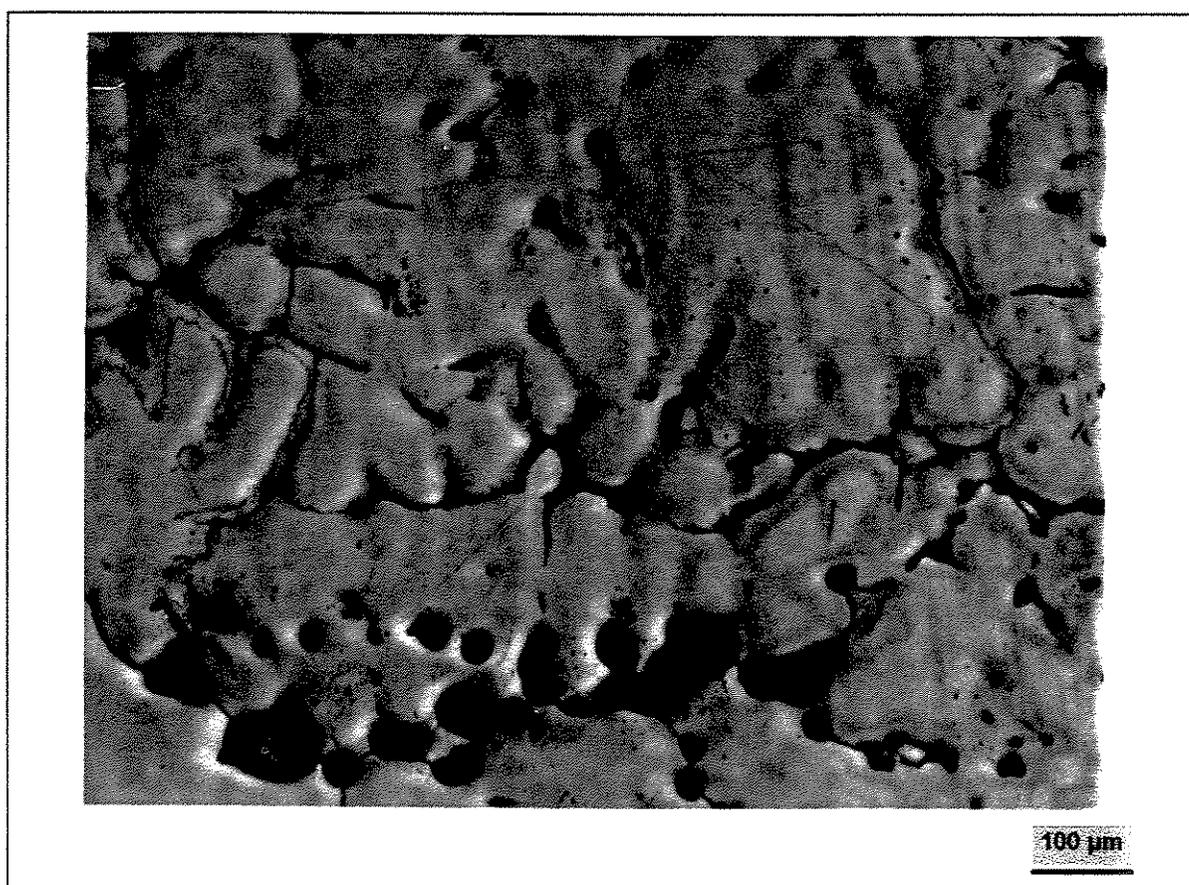


Figura 3.3 - Microestrutura típica da matéria prima.

3.3 - Procedimento experimental

O objetivo deste trabalho é a avaliação de dois processos de re fundição por Fusão Parcial Controlada, envolvendo dois tipos de tratamentos termomecânicos, o primeiro chamado de Tratamento de Deformação Simples (TDS) e o segundo de Tratamento de Superenvelhecimento (TSV).

No TDS, amostras fundidas foram deformadas por compressão à temperatura ambiente e refundidas à temperatura de 908 K, enquanto no TSV a matéria prima foi submetidas a um tratamento térmico de solubilização, a 820 K, e precipitação prolongada, a 653 K, antes de serem deformadas à temperatura ambiente e refundidas a 908 K. Na FIGURA 3.4 estão mostrados esquemas ilustrativos dos dois tratamentos termomecânicos utilizados.

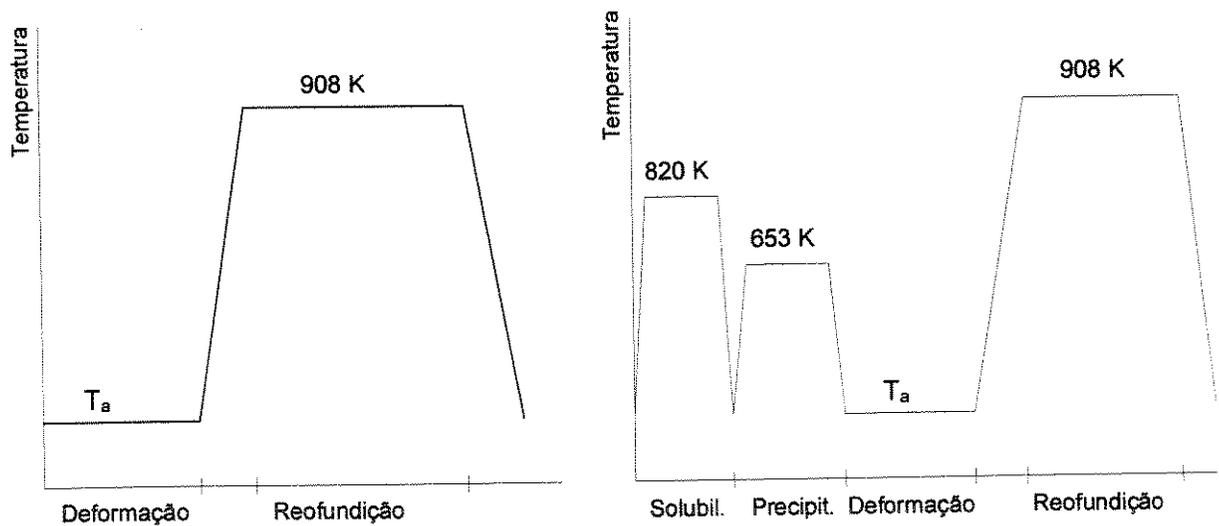


Figura 3.4- Esquema dos tratamentos termomecânicos utilizados: a) Tratamento de Deformação Simples (TDS); b) Tratamento de Superenvelhecimento (TSV).

Para cada ciclo de tratamento termomecânico, foram variados os seguintes parâmetros:

- Tamanho de grãos/espacamento secundário da matéria prima (refinado e grosseiro),
- Grau de deformação (45 % e 80 % de deformação real),
- Tempo de tratamento (0 e 300 s).

A combinação de todas as variáveis de influência totalizou 16 condições diferentes, apresentadas na TABELA 3.2. Para cada condição foram ensaiadas três réplicas.

Os parâmetros utilizados para análise de resultados (variáveis de resposta) foram:

- Tamanho médio dos glóbulos da estrutura reofundida,
- fator de forma,
- fração sólida,
- distribuição de Cu na fase primária.

Tabela 3.2 - Quadro geral dos parâmetros dos tratamentos termomecânicos utilizados para testes de reofundição.

Tipo de tratamento	Dimensões de grãos na matéria prima	Grau de deformação (%)	Tempo de reofundição (s)
TDS	refinado	45	0
			300
		80	0
			300
	grosseiro	45	0
			300
		80	0
			300
TSV	refinado	45	0
			300
		80	0
			300
	grosseiro	45	0
			300
		80	0
			300

3.3.1 - Obtenção dos corpos de prova

A liga de trabalho, adquirida na forma de lingotes tipo almofada, foi fundida em forno aquecido por resistência elétrica, em cadinho de carboneto de silício. O líquido foi vazado a 1033 K, sendo a temperatura medida com termopar Chromel-alumel, com erro de 0,1 %, mergulhado no banho, que envia sinais para um indicador digital IDT 800 da Robertshaw, com precisão de 0,1 %.

Para a obtenção dos dois níveis de tamanhos de grãos optou-se por variar o material do molde, e com isso a taxa de extração de calor, mantendo-se constantes as temperaturas de vazamento e do molde. Para a obtenção de amostras com grãos refinados utilizou-se um molde, cujo esquema está mostrado na FIGURA 3.5 (a), constituído por uma chapa de aço ABNT 1020, de dimensões 100 x 365 x 25 mm. As paredes laterais foram formadas por tijolos refratários. O conjunto montado possibilitou uma cavidade de 20 mm de profundidade. O molde para a produção de corpos de prova com grãos grosseiros foi construído com tijolos

refratários, nas dimensões de 115 x 315 x 70 mm, com cavidade do molde de 20 mm de altura. A FIGURA 3.5 (b) apresenta o desenho esquemático.

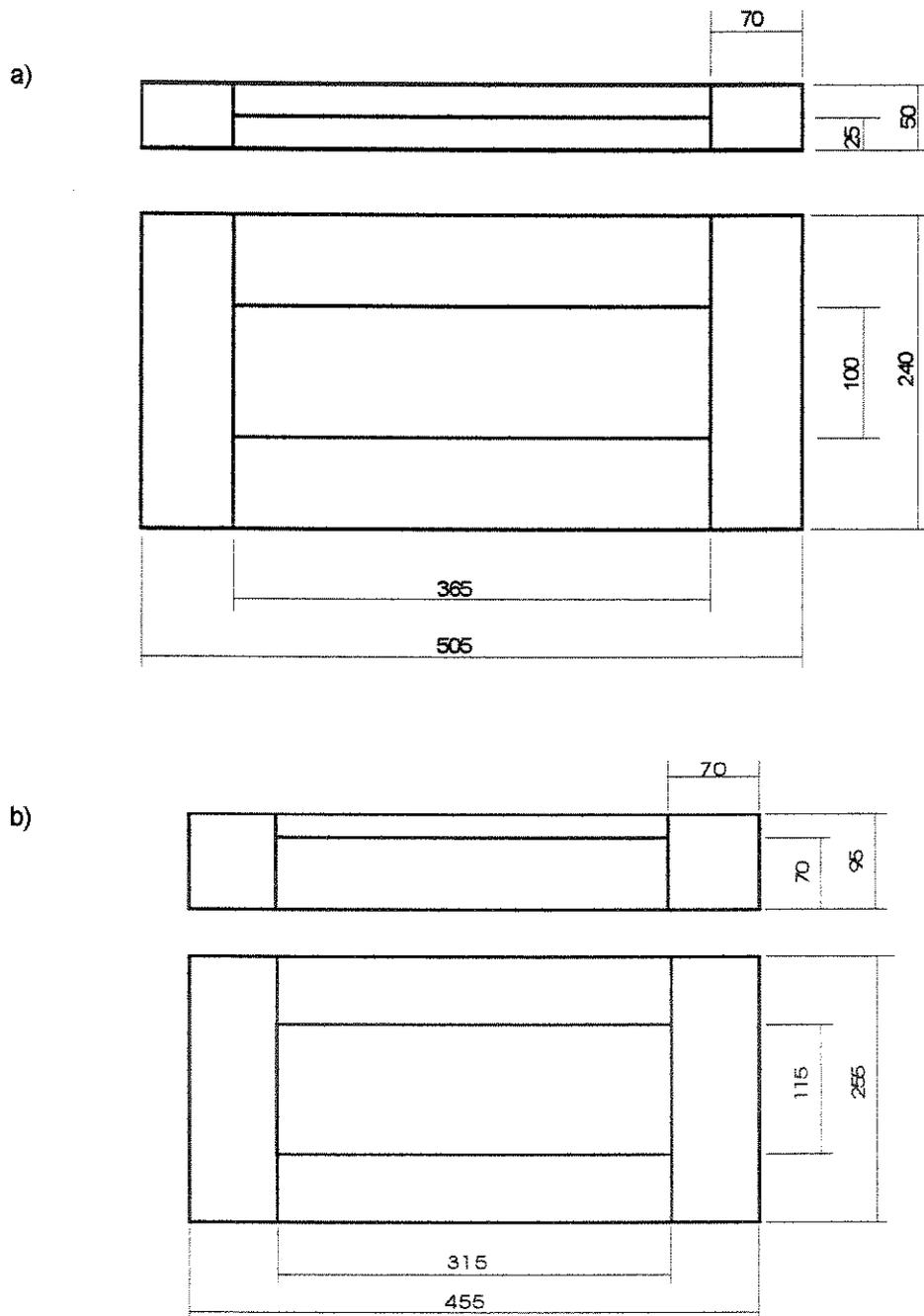


Figura 3.5 - Esquemas dos moldes utilizados para a obtenção das amostras com grãos refinados e grosseiros: a) Molde metálico; b) Molde refratário. Dimensões em mm.

Os moldes foram aquecidos à temperatura de 373 K, para retirada de umidade. No momento do vazamento sua temperatura era de aproximadamente 323 K.

Os lingotes obtidos, na forma de lingotes retangulares, foram usinados e cortados em corpos de prova com seções quadradas de 15 x 15 mm e alturas (h_i) de 20 mm, para aqueles que serão submetidos à deformação de 80 %, e 14,3 mm para os que serão deformados 45 %, conforme pode ser visto na FIGURA 3.6.

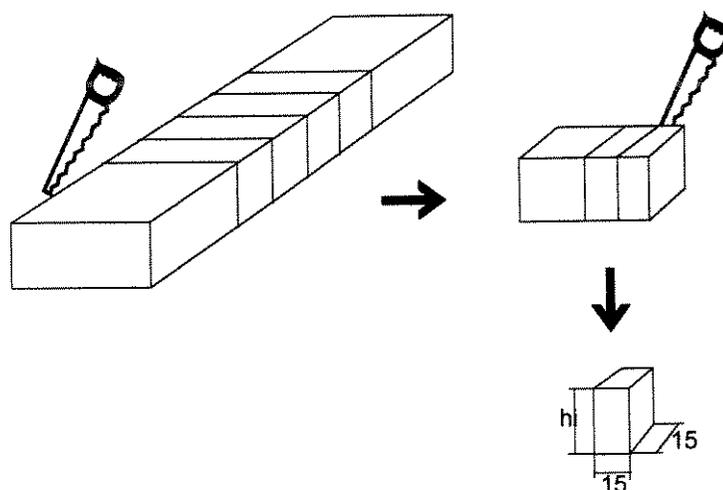


Figura 3.6 - Esquema de corte dos lingotes para obtenção de corpos de prova para os Tratamentos de Deformação Simples e de Superenvelhecimento. Dimensões em mm.

3.3.2 - Solubilização e precipitação

As amostras destinadas ao TSV foram solubilizadas por duas horas a 820 K em forno EDG FC-1, com controlador de temperaturas EDGCON 5P. A temperatura das amostras foi monitorada a partir de um termopar ligado a um indicador digital de temperaturas e inserido em uma amostra de controle, já que há uma defasagem entre a temperatura indicada no controlador e a temperatura da câmara do forno. Após atingirem o tempo de solubilização, foram resfriadas em água à temperatura ambiente.

O tratamento de precipitação foi feito a 653 K, em duas etapas. Primeiramente foram feitos ensaios preliminares para se determinar os valores ótimos de tempo de tratamento. Para isto, amostras com os dois níveis de tamanho inicial de grãos foram aquecidas à temperatura de precipitação, no mesmo forno utilizado para a solubilização, por tempos de 2, 4, 6, 8, 15 e 25 horas.

Os estudos preliminares mostraram condições de otimização do TSV diferentes para as amostras com grãos refinados e grosseiros, mostradas na TABELA 3.3.

Tabela 3.3 - Parâmetros definidos para o tratamento térmico de superenvelhecimento.

Tratamento Térmico	
Tamanho de grão	Tempo a 653 K (h)
Refinado	25
Grosseiro	6

Após definidas as condições ótimas, foram feitos os tratamentos de solubilização e precipitação nas amostras a serem submetidas à reofundição.

3.3.3 - Deformação das amostras

Os corpos de prova obtidos com microestrutura adequada para cada tipo de tratamento termomecânico - estrutura dendrítica para o TDS e estrutura precipitada para o TSV - foram então submetidos a dois diferentes graus - 45 % e 80 % - de deformação real, por compressão, calculados pela seguinte equação:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{h_i}{h_f}\right) \quad \text{eq. 3.1}$$

ε - quantidade de deformação

h_i - altura inicial

h_f - altura final

A altura inicial foi variada de modo a se obter, após cada grau de deformação, tamanhos de corpos de prova iguais para garantir-se o mesmo regime de aquecimento na reofundição. Os ensaios foram realizados em prensa hidráulica de 30 ton, à temperatura ambiente.

3.3.4 - Reofundição

A Fusão Parcial Controlada das amostras foi feita em forno de câmara tubular vertical, de aquecimento por elementos resistivos (Globar). Foi instalado um Controlador de Temperaturas Digital, PID, modelo Omron E5BX obtendo-se maior precisão, estabilidade térmica e versatilidade.

As amostras deformadas foram cortadas nas dimensões aproximadas de 9x8 mm e 15 mm de altura e furadas até a metade de sua altura. Cada amostra foi colocada em uma “cesta” de arame presa a um fio de aço, e um termopar foi inserido no furo. Este conjunto foi então colocado na câmara do forno por sua abertura superior, de modo que a amostra ficasse suspensa pelo fio de aço. Assim que o tempo de tratamento (0 ou 300 s) era atingido, soltava-se o fio para que a amostra fosse resfriada em um recipiente com água à temperatura ambiente, colocado abaixo da abertura inferior da câmara. Esta montagem permitiu o controle preciso da evolução da temperatura na amostra, evitando-se mantê-la sob aquecimento mais tempo que o necessário.

Os tempos estabelecidos foram medidos a partir do momento que as amostras atingiram a temperatura de refulusão utilizada em todos os ensaios, ou seja, 908 K. A taxa média de aquecimento foi de 0,92 K/s. Uma curva típica pode ser observada na FIGURA 3.7. O tempo médio consumido pelas amostras até a temperatura de refulusão foi de 612 ± 56 s, enquanto o tempo médio dentro da zona pastosa, entre 906,5 K e 908 K foi de 49 ± 5 s.

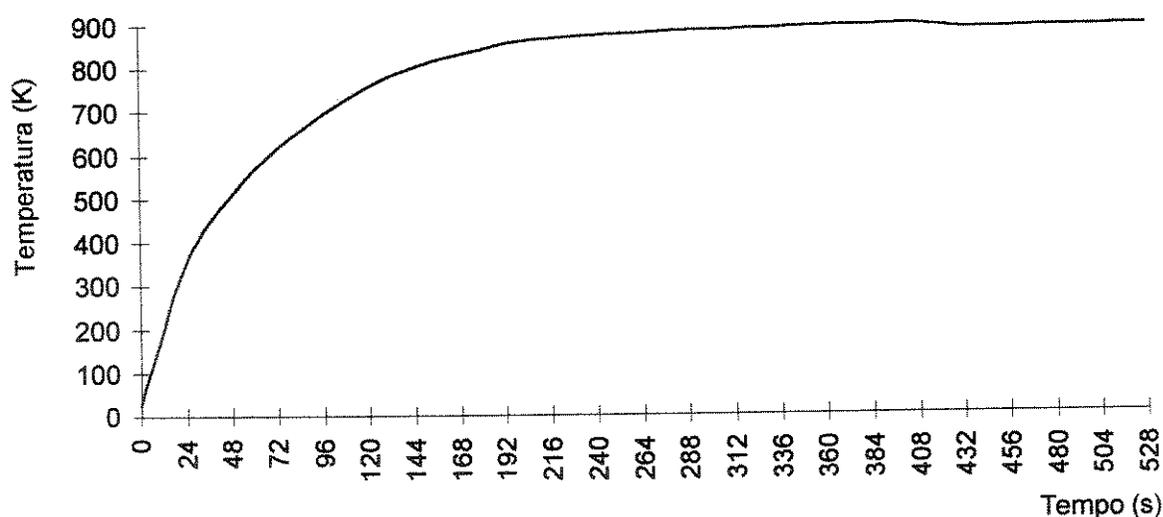
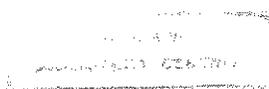


Figura 3.7 - Curva típica de aquecimento das amostras submetidas ao tratamento de refulusão a 908 K.

A temperatura de tratamento para refulusão, de 908 K, foi estabelecida segundo a equação de Scheil, para a obtenção de fração líquida da ordem de 30 %.

$$f_s = 1 - \left(\frac{C_l}{C_0} \right)^{-1/(1-k)} \quad \text{eq. 3.2}$$

f_s - fração sólida



o auxílio de um analisador de imagens acoplado ao microscópio óptico. A contagem foi feita manualmente, medindo-se pelo menos três ramos secundários de cada vez, paralelamente ao ramo primário.

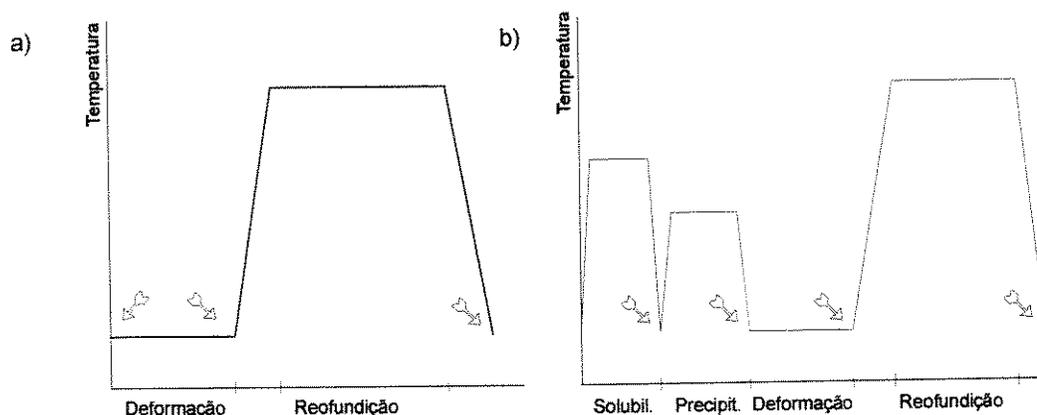


Figura 3.9 - Pontos de análise microestrutural, indicados por setas, para os Tratamentos Termomecânicos estudados: a) TDS, b) TSV.

Microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para análise quantitativa do teor de Cu em solução na fase primária da liga em seus diversos estágios, da composição de contornos e de compostos intermetálicos. Foi utilizado microscópio tipo Stereoscan S-8, marca Cambridge, com microssonda. As amostras foram lixadas até 1200 mesh e polidas com pasta de diamante até 0,25 μm .

3.3.6 - Fator de forma e fração sólida

Os parâmetros fator de forma e fração sólida foram medidos através de programa de análise de imagens, acoplado ao microscópio óptico. O fator de forma, utilizado para caracterizar o grau de globularização da fase primária da estrutura reofundida, é definido como a razão entre a maior e menor dimensões de cada partícula analisada. O valor 1 indica uma partícula de forma esférica. A fração sólida é fornecida diretamente pelo programa de análise.

Para aferir os parâmetros e garantir a consistência dos resultados obtidos, foi realizada análise estatística apresentada no APÊNDICE A.

CAPÍTULO 4

Resultados e discussões

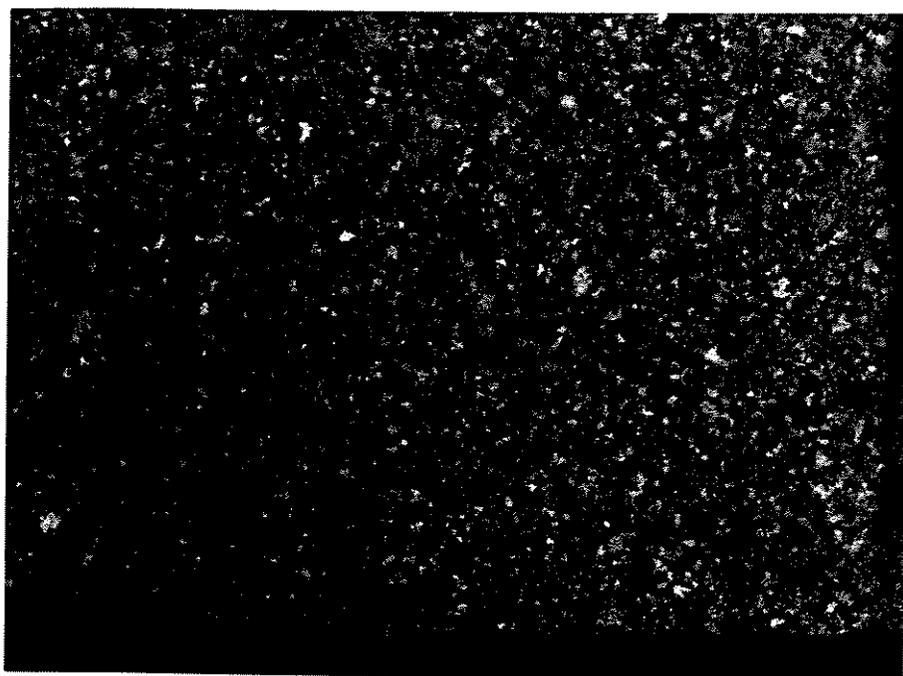
Neste capítulo são apresentados, em primeiro lugar, os resultados obtidos no preparo de amostras para os testes de reofundição: a obtenção de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grãos, parte das quais são submetidas à deformação a frio a partir do estado fundido, enquanto outra parte é submetida à solubilização, envelhecimento e em seguida à deformação a frio. Em seguida são apresentados os resultados de reofundição e uma análise comparativa dos processos estudados, TDS e TSV, na produção de estruturas reofundidas.

4.1 - Preparo de amostras para reofundição por TDS

Nos ensaios de reofundição por TDS foram utilizadas como matéria prima estruturas fundidas e deformadas a frio. Como indicado no Capítulo 3, foram produzidas amostras a partir de material solidificado em diferentes condições de extração de calor, para a promoção de diferentes tamanhos de grãos, seguido de deformação a frio. Os resultados obtidos nesta etapa estão apresentados a seguir.

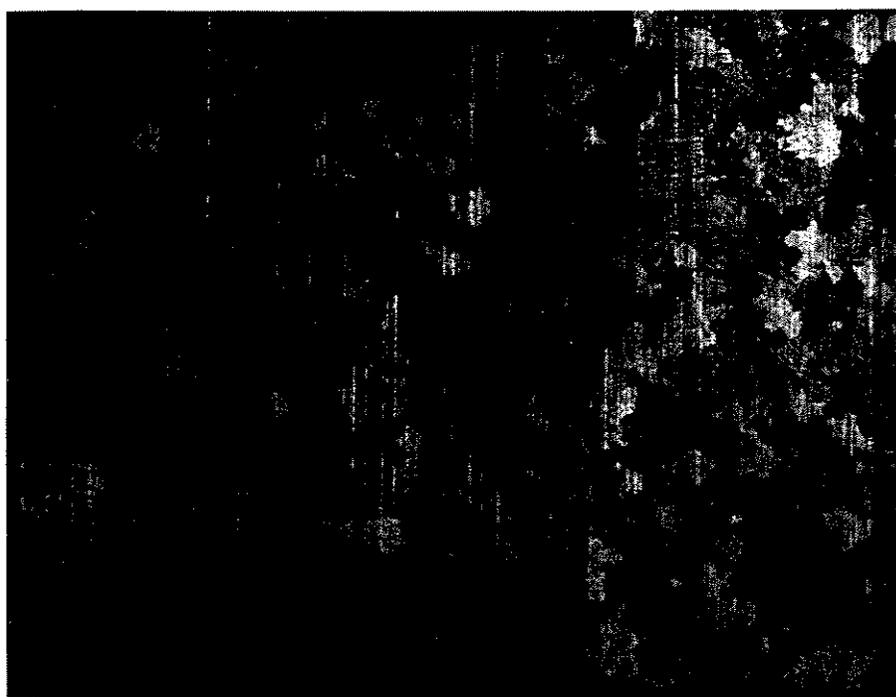
4.1.1 - Estruturas fundidas

A FIGURA 4.1. apresenta macroestruturas típicas produzidas pela fundição em: a) coquilha e b) molde refratário. Pode-se observar em ambos os casos estrutura totalmente equiaxial e homogênea, com distintos tamanhos de grãos em função do material do molde utilizado: grãos finos para a maior taxa de extração de calor (molde metálico) e grãos grosseiros para a menor taxa (molde refratário).



a)

5 mm



b)

5 mm

Figura 4.1 - Macroestruturas de seções dos lingotes obtidos para a preparação dos corpos de prova: (a) Solidificação em molde metálico; b) Solidificação em molde refratário.

A medida do tamanho médio dos grãos forneceu os resultados apresentados na TABELA 4.1.

Tabela 4.1 - Valores dos tamanhos de grãos das estruturas fundidas nos diferentes tipos de moldes.

Tipo de molde	Tamanho médio de grão (μm)
Molde metálico	403 ± 35
Molde refratário	1290 ± 125

Quanto à microestrutura, os resultados obtidos são apresentados na FIGURA 4.2 (a) e (b). Em (a) são mostradas microestruturas típicas dos corpos de prova solidificados em molde metálico e em (b) microestruturas de corpos de prova obtidos em molde refratário. Ambas apresentam estrutura dendrítica, com valores de espaçamento dendrítico secundário, medidos para os dois tipos de estruturas, apresentados na TABELA 4.2. Como era de se esperar, estes valores guardam estreita correlação com os valores de tamanho de grãos correspondentes, fornecendo um valor de espaçamento menor para a estrutura mais refinada.

Tabela 4.2 - Valores dos espaçamentos dendríticos secundários das estruturas fundidas nos diferentes tipos de moldes.

Tipo de molde	Espaçamento Secundário (μm)
Molde Metálico	$40,1 \pm 6,6$
Molde Refratário	$102,3 \pm 20,4$

Pode-se observar a presença de eutético em veios mais finos na estrutura refinada e conseqüente melhor distribuição desta fase na matriz Al- α . Também pode ser claramente observada microsegregação do Cu no interior dos ramos dendríticos.

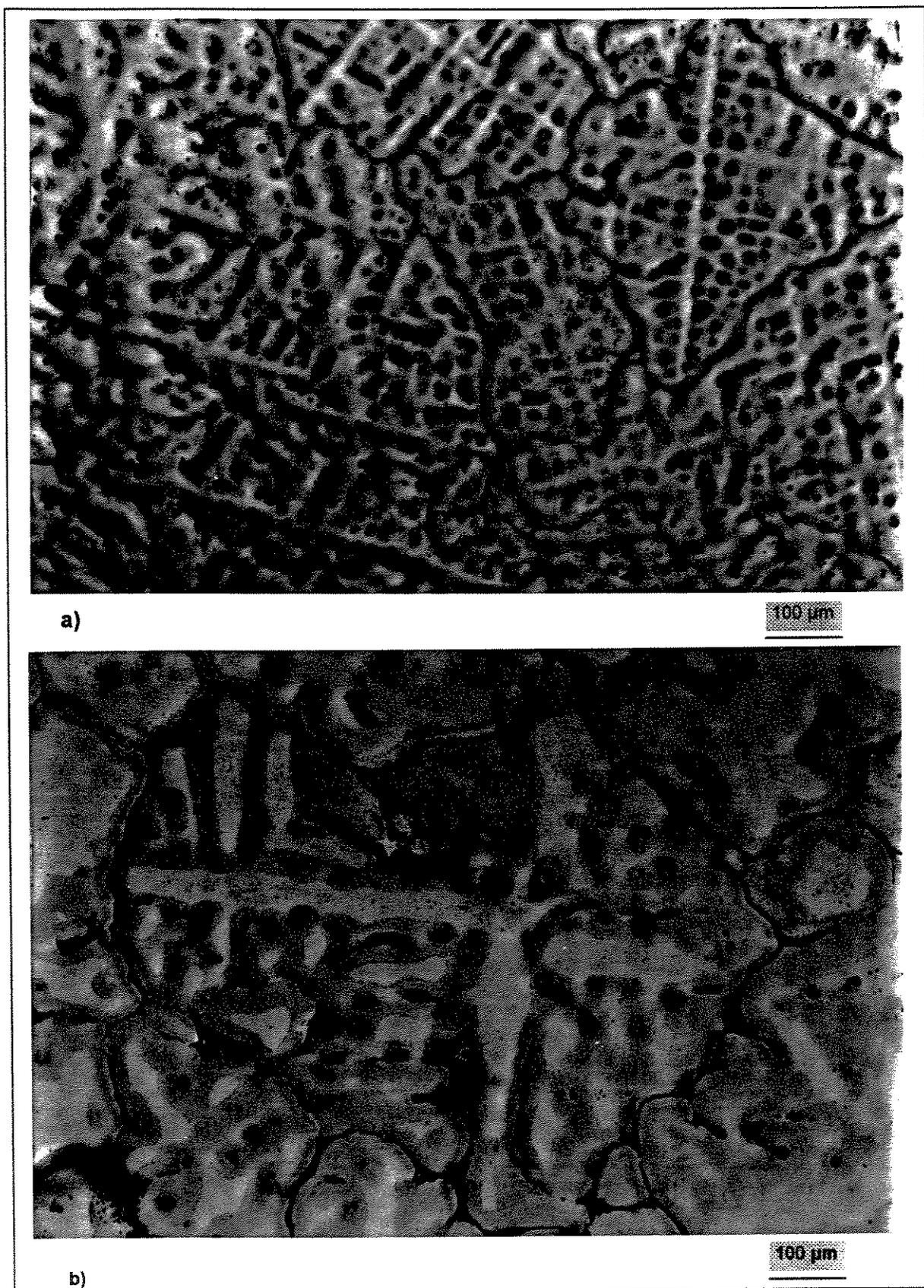


Figura 4.2 - Microestruturas da liga Al-3,35%Cu obtidas para a preparação de corpos de prova com grãos refinados e grosseiros: a) solidificada em molde metálico; b) solidificada em molde refratário

Microanálise ao longo da região mais fortemente colorizada pelo reagente específico utilizado mostraram elevados teores de Cu em solução no Al- α nestas regiões. A FIGURA 4.3 (a) apresenta foto obtida em MEV, da estrutura fundida com grãos grosseiros, com indicação das regiões de análise, cujos resultados são apresentados na FIGURA 4.3 (b).

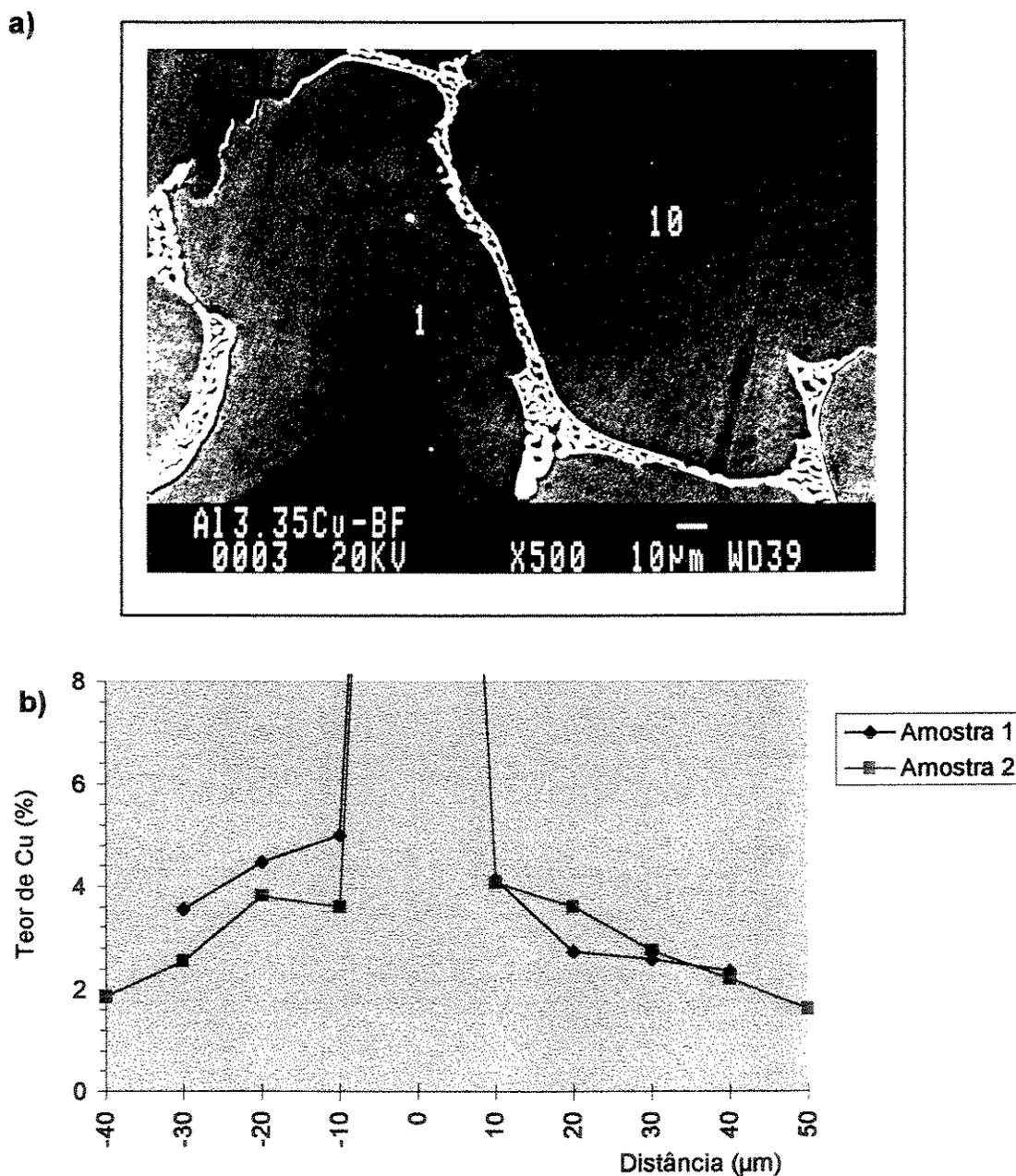


Figura 4.3 - Microanálise da liga Al-3,35%Cu fundida, com grãos grosseiros: a) foto típica obtida em MEV mostrando os pontos de análise da amostra 1; b) curva da variação do teor de Cu com a distância a partir do contorno dendrítico (ponto 0).

A varredura partiu do interior de uma dendrita, cruzando o contorno, até o interior de outra dendrita. A origem do eixo das abscissas coincide com o contorno. Observa-se que no

centro da dendrita o teor de Cu é menor que o nominal, aumentando a concentração conforme se caminha para seus contornos. Nas regiões interdendríticas, o teor chega a 33 %, indicando a formação de CuAl_2 , presente na forma de eutético lamelar fase α - CuAl_2 .

Os valores de Cu obtidos ao longo de duas linhas de varredura são apresentados na TABELA 4.3. Pode-se observar a elevação do teor de Cu em solução no Al- α em regiões próximas ao contorno interdendrítico.

Tabela 4.3 - Teor de Cu na fase primária em função da distância de contorno interdendrítico. A posição 0 coincide com o contorno.

Posição (μm)	Teor de Cu (%)									
	-40	-30	-20	-10	0	10	20	30	40	50
Varredura 1		3,56	4,49	5	36,52	4,15	2,75	2,58	2,36	
Varredura 2	1,88	2,56	3,83	3,62	32,61	4,08	3,62	2,76	2,2	1,62

4.1.2 - Estruturas deformadas

Parte das estruturas fundidas produzidas, com diferentes tamanhos de grãos, foram submetidas à deformação a frio por compressão para obtenção de amostras para re fundição por TDS.

A FIGURA 4.4 mostra microestruturas típicas de amostras deformadas 45 %, a partir dos fundidos de granulometria refinada. Pode-se observar que as dendritas estão deformadas, alinhando-se na direção perpendicular à direção de aplicação da força de compressão, mantendo os contornos dendríticos nítidos.

Nota-se uma diferença importante entre a região central da amostra (FIG. 4.4 (a)) e sua região inferior (FIG. 4.4 (b)), apoiada sobre a base da prensa. Existe uma heterogeneidade na distribuição da deformação, favorecendo a região central em detrimento da inferior. Nesta última as dendritas estão pouco deformadas, guardando muita semelhança com a microestrutura original (FIG. 4.2 (a)), enquanto na região central há o rompimento do eutético e sua redistribuição como partículas menores.

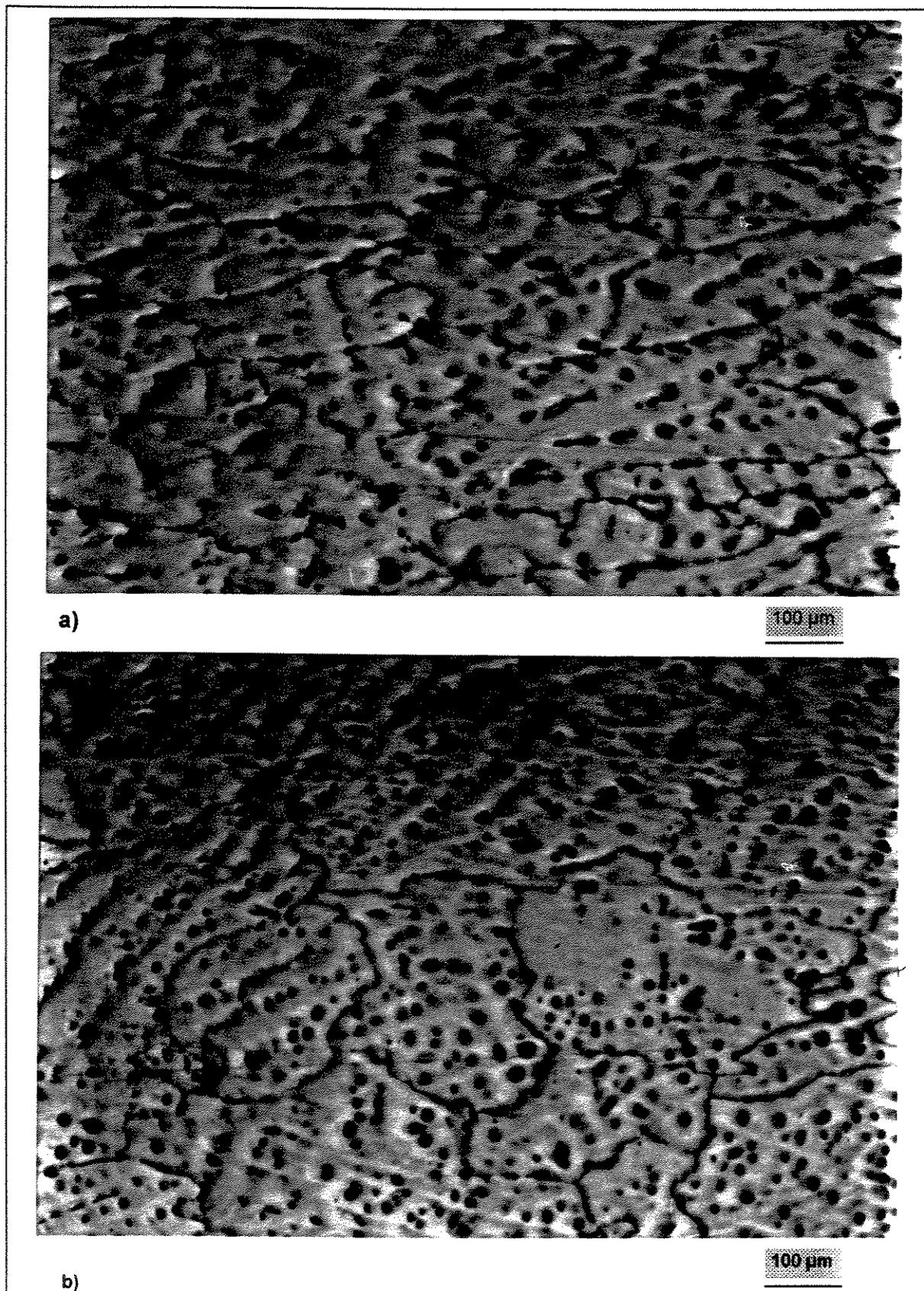


Figura 4.4 - Microestruturas de amostras de grãos refinados submetidas à deformação de compressão de 45 %: a) região central da amostra; b) região inferior.

A FIGURA 4.5 apresenta microestruturas refinadas submetidas à deformação de 80 %. A diferença de deformação entre as regiões central (FIG 4.5 (a)) e inferior (FIG. 4.5 (b)) da amostra permanece, mas neste caso inclusive a região inferior está bastante deformada. O eutético segregado nos espaçamentos interdendríticos é ainda mais fragmentado, devido à maior intensidade de deformação imposta sobre a amostra. Espera-se com isto uma qualidade melhor do reofundido obtido em relação à amostra com deformação menor.

Com a maior deformação imposta as dendritas apresentam-se mais deformadas e mais difíceis de serem identificadas, pois seus contornos perdem a continuidade. A redução das distâncias entre ramos dendríticos é importante para a obtenção de grãos mais refinados na recristalização, já que esta envolve fenômenos de migração de discordâncias e difusão de átomos no estado sólido.

As FIGURAS 4.6 e 4.7 apresentam microestruturas típicas das amostras para reofundição, preparadas pela compressão a frio de estruturas fundidas grosseiras, para 45 % e 80 % de deformação, respectivamente.

As observações feitas com relação à estrutura refinada também têm validade para a de grãos grosseiros: heterogeneidade na distribuição da deformação na direção da aplicação da força e diminuição das distâncias interdendríticas na direção vertical.

Neste caso, porém, por serem bem mais grosseiros, os contornos dendríticos se mantêm contínuos mesmo para o maior grau de deformação, havendo menor grau de fragmentação.

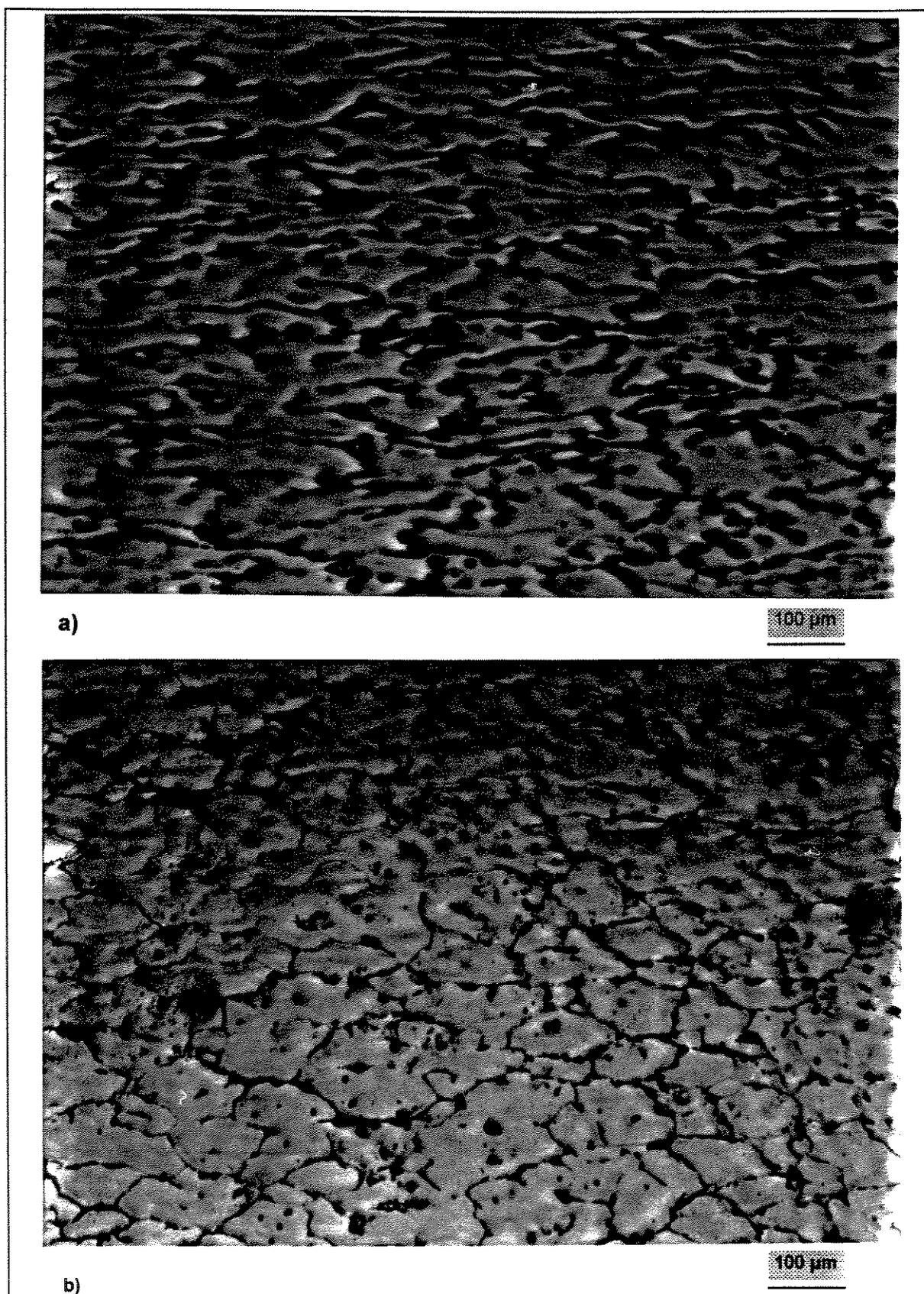


Figura 4.5 - Microestruturas de amostras de grãos refinados submetidas à deformação de compressão de 80 %: a) região central da amostra; b) região inferior.

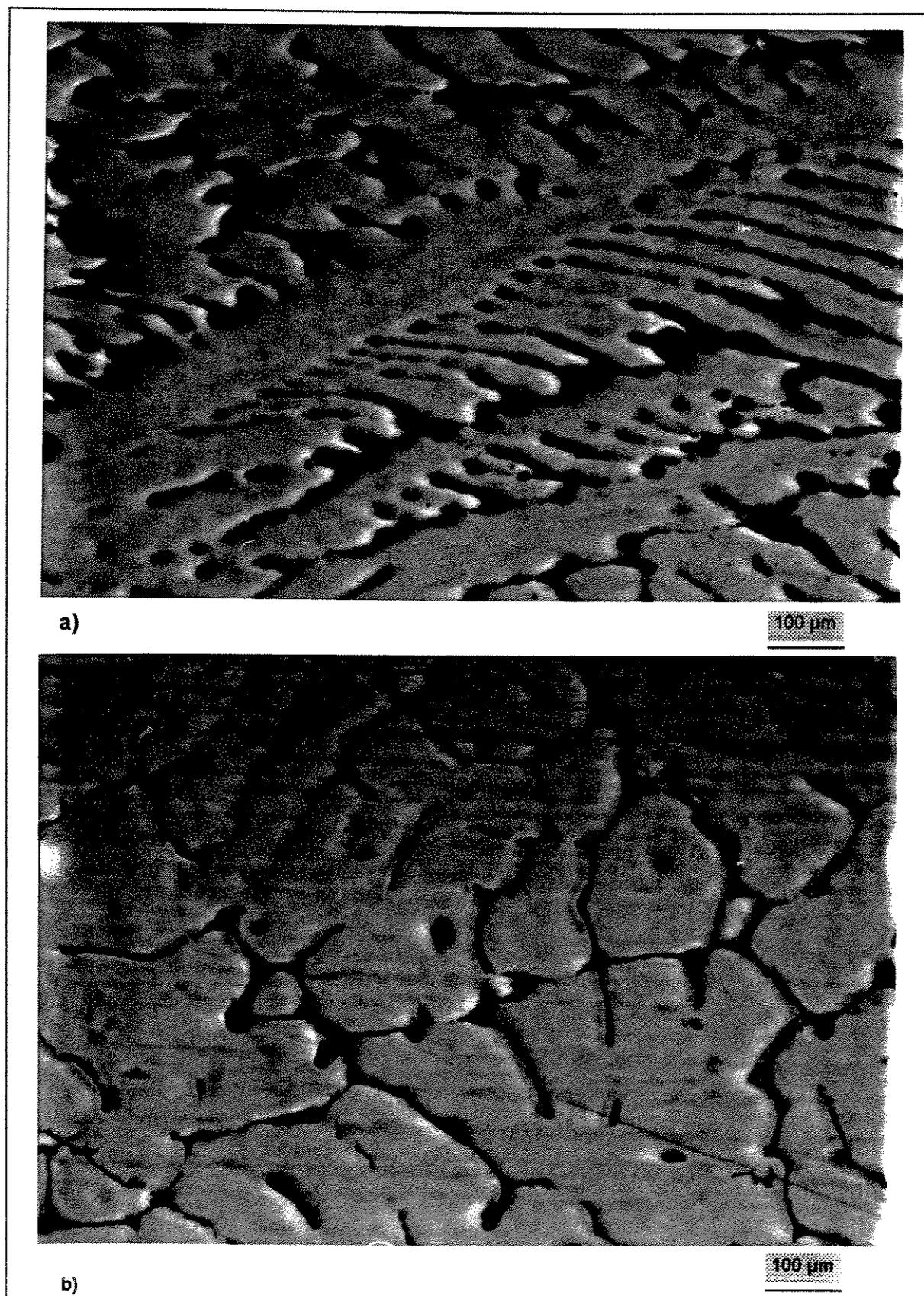


Figura 4.6 - Microestruturas de amostras com grãos grosseiros submetidas à deformação de compressão de 45 %: a) região central da amostra; b) região inferior.

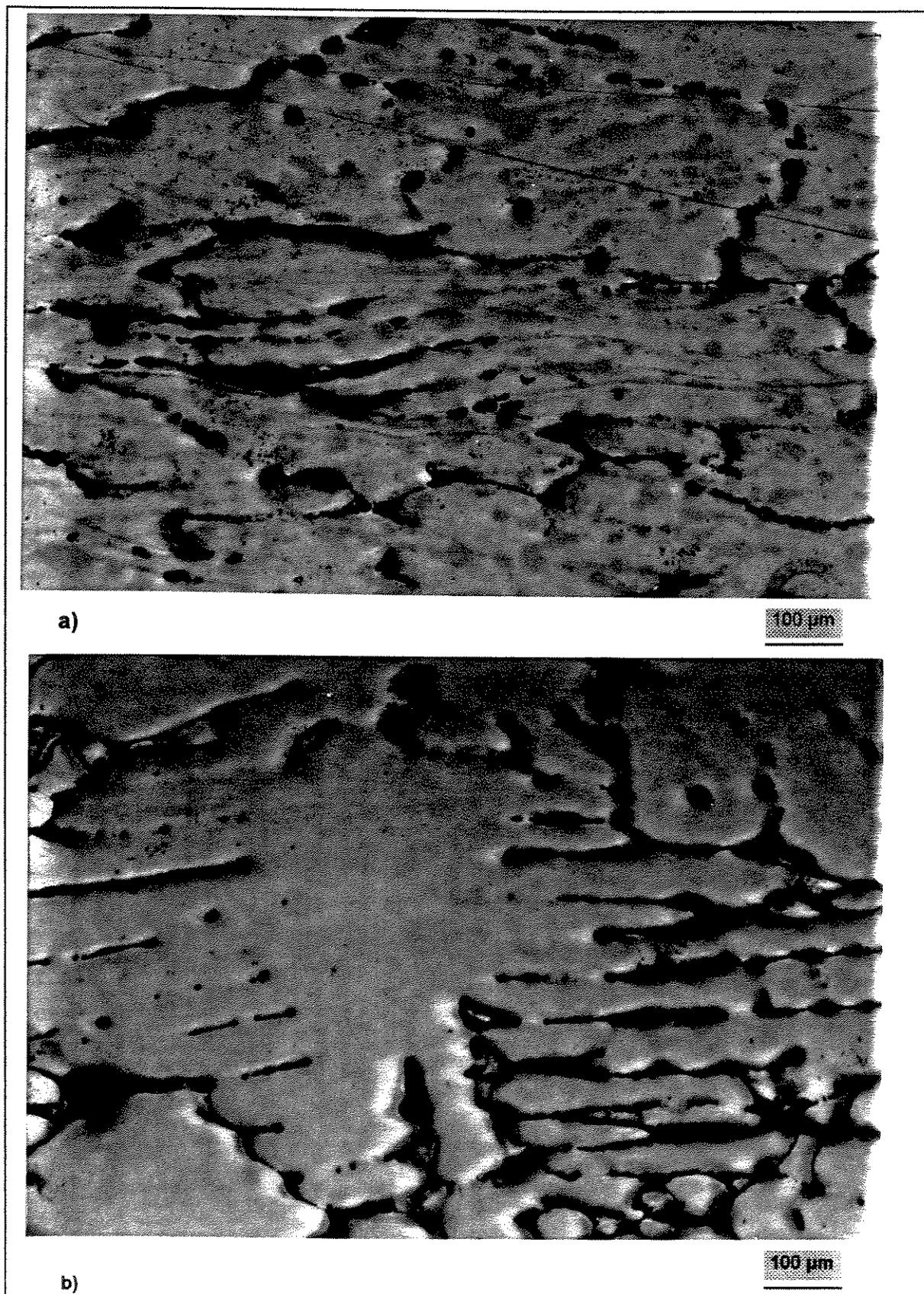


Figura 4.7 - Microestrutura de amostra com grãos grosseiros submetida à deformação de compressão de 80 %: a) região central da amostra; b) região inferior.

4.2 - Preparo de amostras para reofundição por TSV

4.2.1 - Estruturas superenvelhecidas

Uma segunda parte das estruturas fundidas contendo grãos grosseiros ou refinados foi submetida a tratamento de solubilização e superenvelhecimento. Os resultados do tratamento de solubilização por 2 horas a 820 K mostraram total dissolução do eutético tanto para as estruturas refinadas quanto grosseiras. No entanto, foram notados fases intermetálicas não dissolvidas, na forma de partículas ou veios em ambos tipos de estrutura. Estes intermetálicos foram analisados com microanálise por feixe de elétrons em microscópio eletrônico de varredura (MEV) indicando a presença de Al, Fe e Cu.

Quanto ao superenvelhecimento, foi necessário realizar uma série de ensaios preliminares para a determinação do tempo mais adequado para a obtenção de partículas CuAl_2 de dimensões apropriadas ao objetivo do trabalho. Em ligas bifásicas, fases secundárias que se apresentam como partículas na matriz da fase primária têm um comportamento duplo em relação à eficiência de recristalização. Dispersões de partículas grandes e bem espaçadas têm o efeito de acelerar a recristalização, enquanto partículas pequenas e pouco espaçadas inibem a nucleação, levando a uma considerável redução na taxa de recristalização.

Além desses requisitos geométricos, é necessário que a fase secundária seja incoerente com a matriz e indeformável. No caso de ligas Al-Cu isto significa a necessidade de obter-se precipitados de segunda fase na sua forma mais estável (fase θ), o que é conseguido através do superenvelhecimento da liga.

Para que as condições microestruturais mais adequadas - precipitados grandes e bem espaçados - fossem alcançadas, foi necessário, portanto, realizar-se uma série de ensaios preliminares para determinar-se o tempo ideal do tratamento de precipitação. Segundo MONDOLFO (1976), a temperatura mínima de nucleação da fase θ em ligas de Al-Cu é 500 K, enquanto que para a liga Al-3,35%Cu, a temperatura *solvus* é de aproximadamente 775 K. Portanto, é nesse intervalo que deve ser realizado o tratamento térmico. Quanto maior a temperatura utilizada, menor é o tempo necessário para a nucleação e crescimento da fase θ . Por outro lado, temperaturas altas aumentam a solubilidade de Cu no Al- α , deixando menos Cu para ser precipitado na forma de CuAl_2 .

Optou-se pela fixação da temperatura de tratamento em 653 K, aproximadamente o valor médio entre as duas temperaturas limites, e estudar-se a influência do tempo de tratamento sobre a morfologia das partículas precipitadas, conforme as condições indicadas no capítulo 3. Os resultados obtidos para os tempos de 2 e 25 horas para amostras com grãos refinados e 2 e 6 horas para as estruturas originalmente grosseiras, são apresentados nas FIGURAS 4.8 e 4.9, respectivamente.

Pode-se observar o mesmo tipo de estrutura em todos os casos; constituída de uma matriz homogênea recoberta por precipitados globulares, de coloração escura, e precipitados irregulares ou na forma de agulhas, de coloração acinzentada. Resultados de microanálise caracterizaram os precipitados de coloração cinza como intermetálicos complexos de Al-Cu-Fe e os precipitados globulares escuros, de pequenas dimensões, como CuAl_2 . A composição da matriz apresentou em média 97,06 % de Al e 2,94 % de Cu (para amostras submetidas a 6 horas de tratamento), teor superior à solubilidade do Cu em Al- α à temperatura de tratamento que é da ordem de 1 % segundo o diagrama de fases.

Algumas amostras apresentaram precipitados globulares de grandes dimensões, de forma aleatória, sem uma relação precisa com o tempo de envelhecimento ou o tamanho inicial de grãos, que também foram caracterizados como CuAl_2 , apresentando-se geralmente associados com intermetálicos Al-Cu-Fe. Supõe-se que estes intermetálicos tenham atuado como nucleantes de precipitados de CuAl_2 , permitindo uma taxa de crescimento mais elevada durante o tratamento de superenvelhecimento ou ainda como estabilizadores da fase eutética durante o tratamento de solubilização.

A FIGURA 4.10 apresenta com mais detalhe a associação entre compostos intermetálicos e precipitados de CuAl_2 de grandes dimensões, que são maiores nas estruturas inicialmente grosseiras, com diâmetro variando entre 5 e 10 μm , enquanto nas amostras com grãos refinados o tamanho varia de 2 a 4 μm , o que leva a crer na possibilidade de se tratarem de eutético não dissolvido na solubilização.

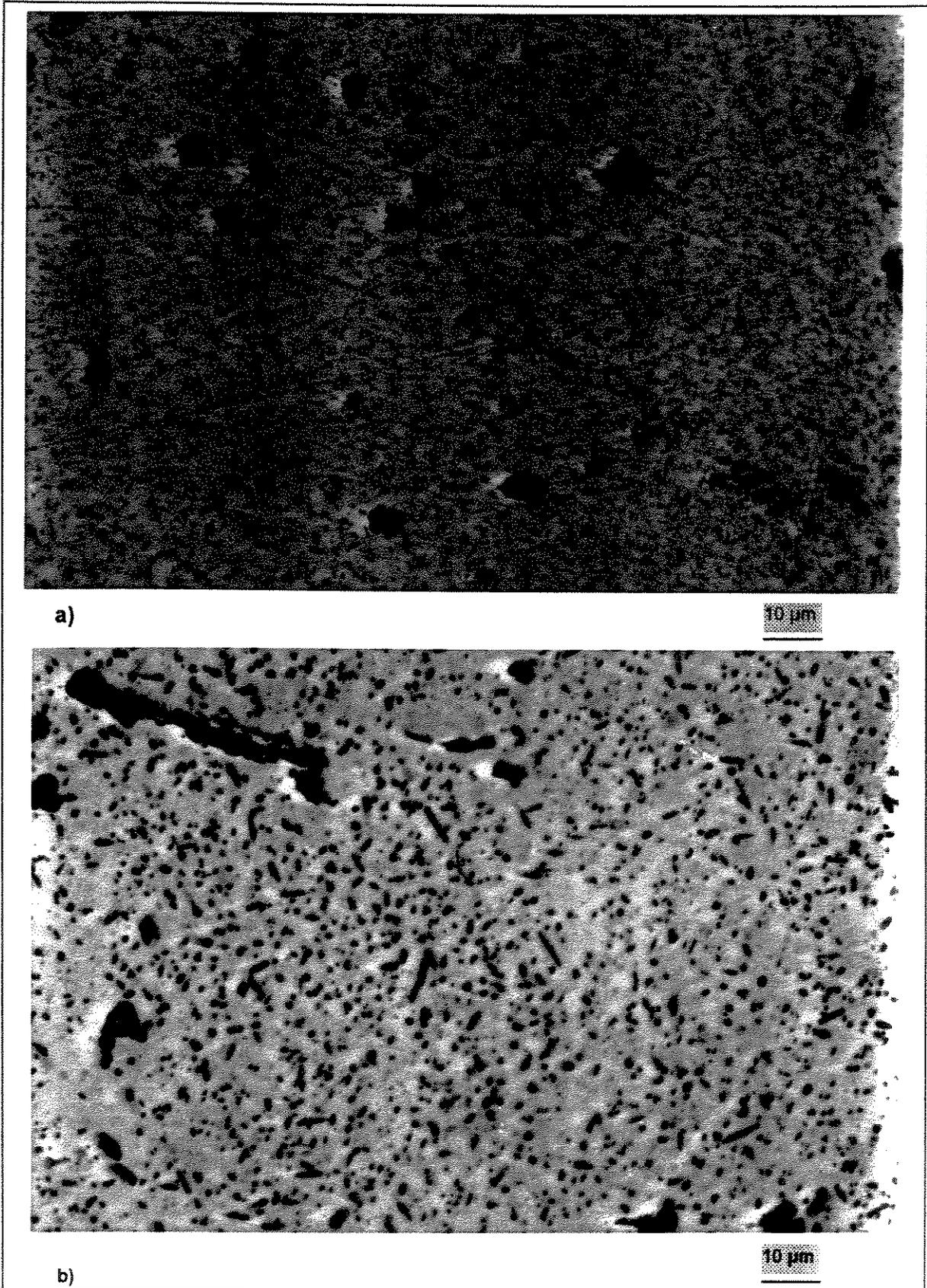


Figura 4.8 - Microestruturas de amostras com grãos refinados, solubilizadas por 2 horas a 820 K e envelhecidas a 653 K: a) 2 horas; b) 25 horas.

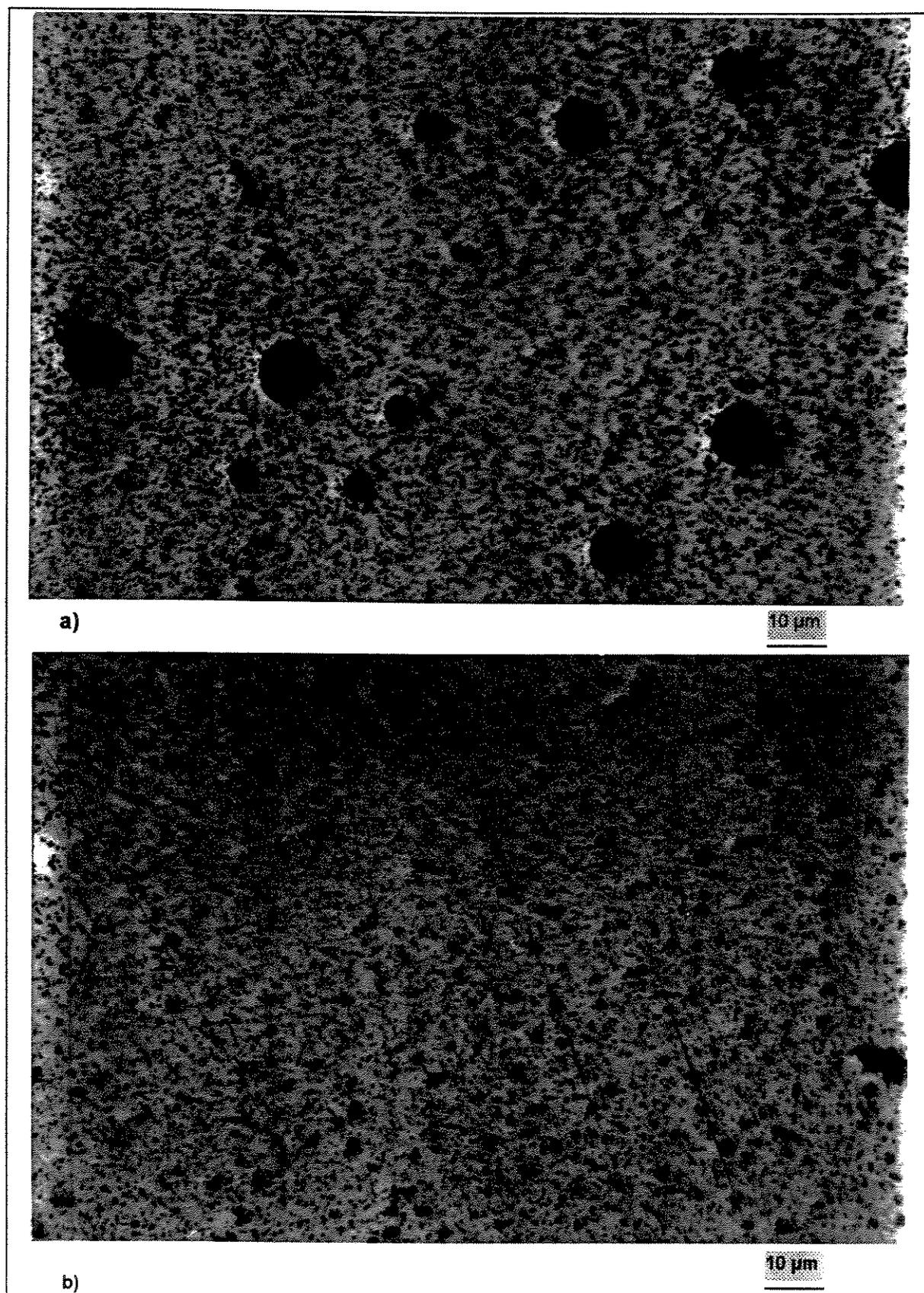


Figura 4.9 - Microestruturas de amostras com grãos grosseiros, solubilizadas por 2 horas a 820 K e envelhecidas a 653 K: a) 2 horas; b) 6 horas.

Pode-se notar, também, pela observação das FIGURAS 4.8 e 4.9, o aumento do tamanho de partículas dos precipitados finos com o aumento do tempo de tratamento, o que favorece a nucleação de grãos recristalizados. Porém, como a taxa de crescimento de precipitados é decrescente para valores crescentes de seu tamanho médio (MARTIN & DOHERTY, 1976) tempos superiores aos utilizados não são compensadores. As estruturas obtidas após envelhecimento podem ser caracterizadas como superenvelhecidas, dada a intensa presença de partículas de CuAl_2 microscopicamente visíveis, para todos os tempos de tratamento testados.

Para a determinação do tempo de superenvelhecimento adequado aos objetivos do trabalho, isto é, obtenção de partículas precipitadas com dimensões apropriadas à produção de estruturas recristalizadas de grãos finos no processo de re fundição posterior, foram realizados testes preliminares de recristalização. Assim, foram todas submetidas à deformação a frio de 80 % e aquecidas a 893 K para recristalização completa.

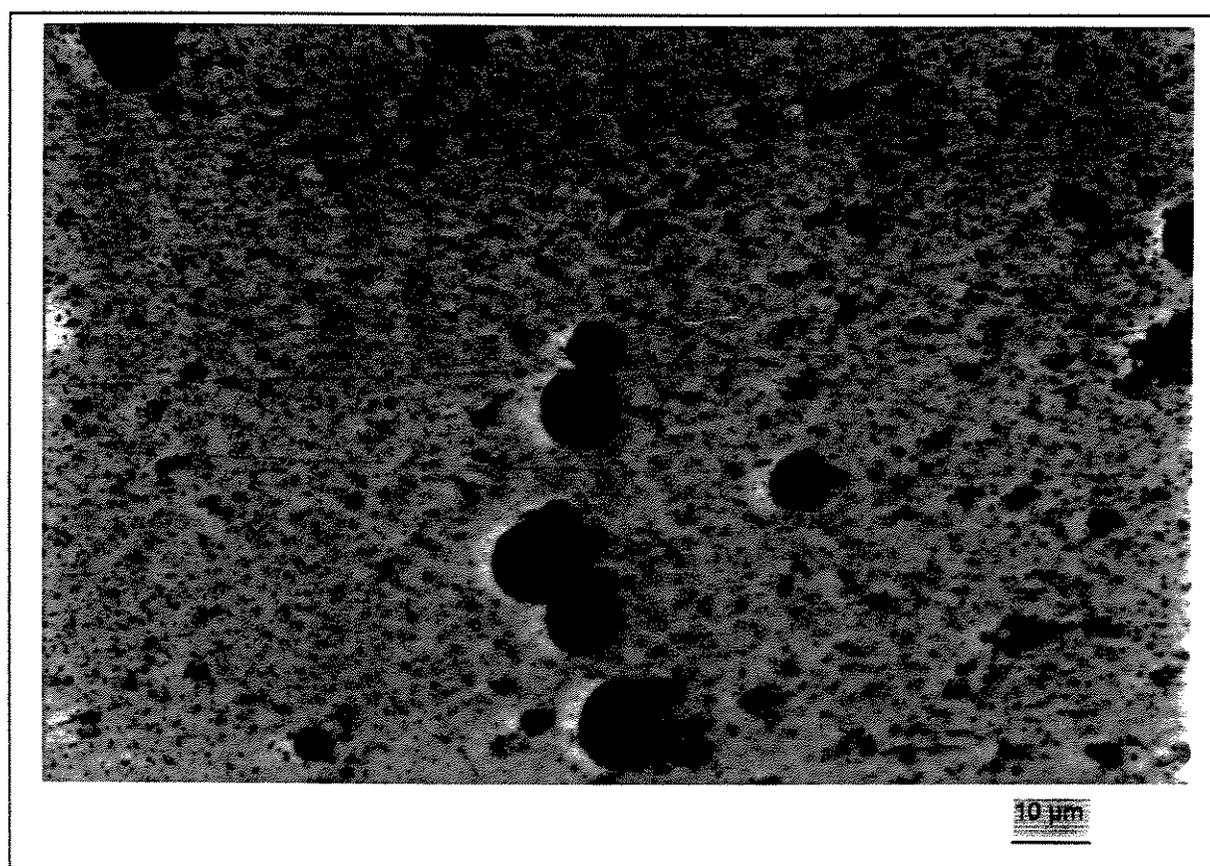


Figura 4.10 - Microestrutura de amostra com grãos grosseiros, solubilizada por 2 horas a 820 K e precipitada por 8 horas a 653 K, mostrando grandes partículas de CuAl_2 ligadas a compostos intermetálicos.

Os resultados obtidos, em termos de tamanho de grãos recristalizados, são apresentados na FIGURA 4.11. Pode-se observar que em todos os casos há significativa redução do tamanho de grãos da estrutura recristalizada em relação à original. A razão de redução foi muito mais acentuada na estrutura originalmente grosseira. Para as estruturas de grãos finos, o aumento do tempo de superenvelhecimento (aumento das dimensões das partículas precipitadas), levou à redução do tamanho dos grãos na estrutura recristalizada, de maneira contínua, enquanto que para amostras constituídas inicialmente de grãos grosseiros o tamanho de grãos recristalizados é reduzido com o aumento do tempo de envelhecimento até 6 h, a partir do qual passa a aumentar.

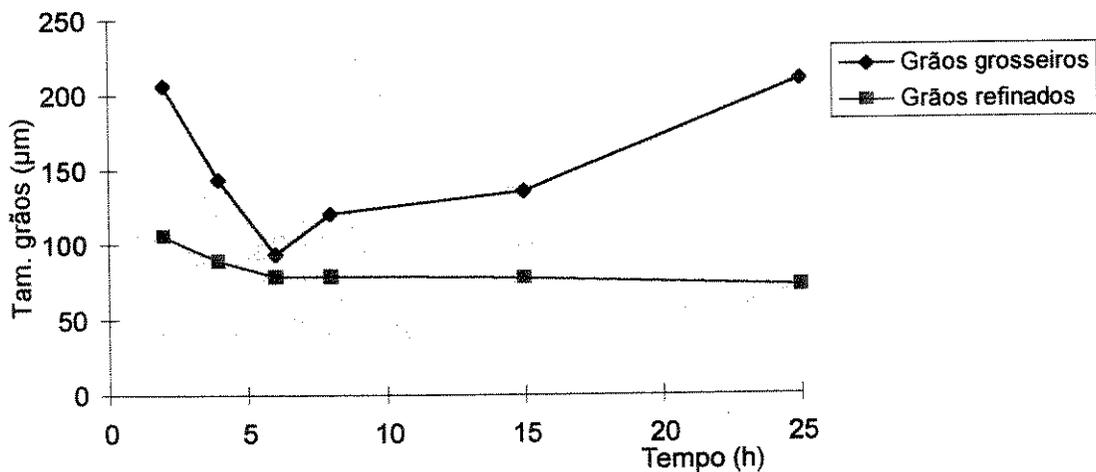


Figura 4.11 - Variação do tamanho médio de grãos recristalizados a 893 K em função do tempo de superenvelhecimento prévio.

WERT et al (1981) chegaram a um resultado semelhante com liga Al 7075. Para tais autores, para uma determinada distribuição de tamanho de partículas, função do tempo de envelhecimento, são obtidos grãos mais refinados. Nesta distribuição, partículas com tamanho mais favorável à nucleação intensa aparecem em maior densidade. Além disso, seus dados revelaram que apenas 10 % de partículas presentes nucleiam grãos recristalizados.

PAILLARD & HUMPHREYS (1996) observaram que, em condições controladas de superenvelhecimento, é possível que a nucleação estimulada por partículas (PSN) tenha eficiência máxima, de forma que cada partícula presente nucleie um grão recristalizado, com tamanho de grão da ordem de 20 µm. Os resultados de tamanhos de grãos recristalizados obtidos mostram que os tratamentos de superenvelhecimento realizados não conseguiram atingir esta eficiência, resultando em grãos da ordem de 70 a 100 µm. A hipótese mais

provável é a existência de uma estrutura “mista”, com partículas grandes que estimulam a nucleação, e uma dispersão de partículas pequenas, que podem precipitar durante o aquecimento, reduzindo a taxa geral de nucleação.

Os resultados obtidos com os ensaios de recristalização indicam que o tempo mais adequado para o superenvelhecimento das amostras com grãos grosseiros é o de 6 horas, enquanto para as amostras com grãos refinados será usado o tempo de 25 horas, para a temperatura de superenvelhecimento utilizada de 653 K. Estas condições produzem a melhor relação tamanho de grãos / partículas precipitadas, para a máxima redução do tamanho de grãos recristalizados.

4.2.2 - Estruturas superenvelhecidas e deformadas

As estruturas superenvelhecidas nas condições mais apropriadas para o trabalho foram submetidas à deformação por compressão a frio para a obtenção de amostras para testes de reofundição.

As microestruturas resultantes são apresentadas nas FIGURAS 4.12 e 4.13, para os casos de amostras produzidas a partir de grãos grosseiros e refinados, respectivamente. Pode-se observar que em todos os casos as microestruturas das amostras superenvelhecidas e deformadas apresentam as mesmas características que antes da compressão: a fase secundária, CuAl_2 , sob a forma de partículas distribuídas aleatoriamente na matriz da fase primária, permanecendo com forma esférica, podendo-se avaliar que não sofreram deformação durante a compressão, requisito necessário para criar-se um campo de tensões e atuarem como nucleadoras de novos grãos.

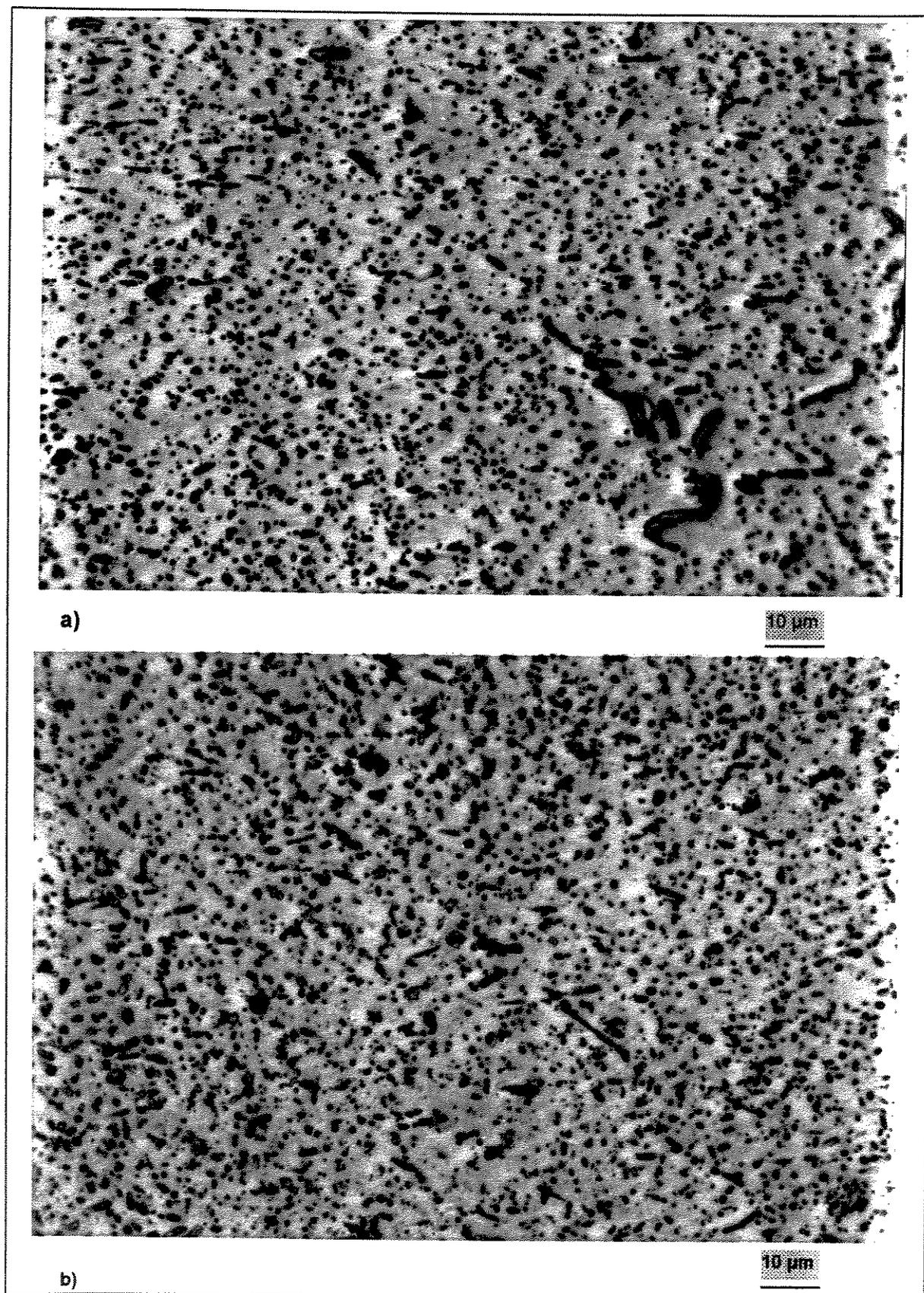


Figura 4.12 - Microestrutura de amostras com grãos refinados, solubilizadas e superenvelhecidas por 25 h, e deformadas por compressão: a) deformação de 45 %; b) deformação de 80 %.

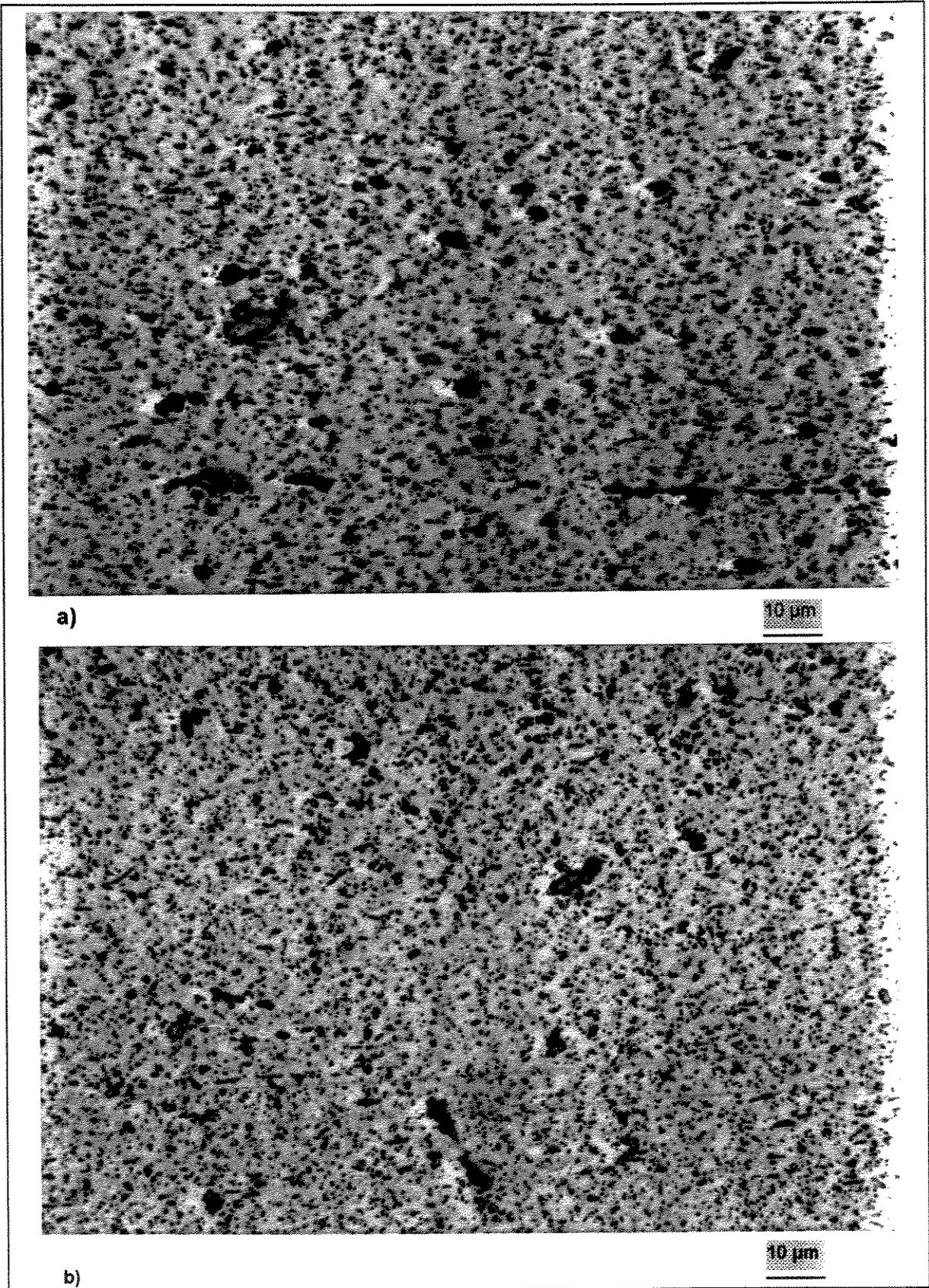


Figura 4.13 - Microestrutura de amostras com grãos grosseiros, solubilizadas e superenvelhecidas por 6 h, e deformadas por compressão: a) deformação de 45 %; b) deformação de 80 %.

4.3 - Estruturas reofundidas obtidas por TDS

4.3.1 - Resultados qualitativos

As FIGURAS 4.14 e 4.15 apresentam micrografias da liga Al-3,35%Cu com grãos refinados, submetida à deformação real de 45 % e 80 % e reofundida por TDS com tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 0 s, respectivamente.

Pode-se observar em todos os casos estruturas globulares semelhantes. Este tipo de estrutura é típico de estado reofundido (ZOQUI, 1995), onde, no estado semi-sólido, a fase primária toma a forma globular sendo circundada por líquido. No resfriamento da pasta reofundida, o líquido presente solidifica-se como fase secundária, no caso o eutético Al- α +CuAl₂.

Para o caso de amostras previamente submetidas a 45 % de deformação pode-se observar estruturas globulares de reduzidas dimensões na região central das amostras, enquanto a região inferior, com uma espessura de aproximadamente 2 mm junto à base da prensa, apresenta glóbulos irregulares de grandes dimensões, conseqüência do menor grau de deformação nesta região.

Heterogeneidades na distribuição de deformação, comuns na conformação plástica, podem, portanto, produzir estruturas reofundidas heterogêneas, comprometendo o desempenho da pasta reofundida na tixoconformação.

No caso de amostras submetidas previamente a 80 % de deformação, o nível de tensões produzidas na parte inferior da amostra foi suficiente para a promoção de eficiente recristalização, levando à maior homogeneidade da estrutura obtida. As microestruturas mostram ainda a presença de poças de eutético e precipitados de CuAl₂, confirmados por microanálise, no interior dos glóbulos da fase primária, em maior número e tamanho na região periférica da amostra, submetida a menor grau de deformação. Foi ainda detectada a presença de intermetálicos Al-Fe-Cu no interior dos glóbulos.

A camada de eutético circundando os glóbulos da fase primária é fina, em função da baixa temperatura de reofundição, apenas 1,5 K acima da temperatura *solidus*, resultando, pela equação de Scheil (EQ. 3.2), em fração líquida de 30 %, o que pode incluir as supostas poças de líquido no interior dos glóbulos (eutético na temperatura ambiente).

As FIGURAS 4.16 e 4.17 apresentam micrografias da liga Al-3,35%Cu com grãos grosseiros, deformada 45 % e 80 %, respectivamente, e submetida à reofundição por TDS, com tempo de tratamento de reofundição de 0 s. Pode-se observar que para amostras submetidas à menor deformação, mesmo na região central, a estrutura não apresenta a fase primária totalmente globularizada, típica de reofundidos, mas na forma de ramos dendríticos engrossados, em alguns casos com ramos separados em início de processo de globularização. Ao contrário da liga refinada, praticamente não há poças no interior das partículas da fase primária e a presença de poros é mais notada.

Na região inferior da amostra, mostrada na FIGURA 4.16 (b), não há formação de estrutura reofundida globular. A fase primária apresenta-se na forma de dendritas engrossadas, onde a deformação exercida foi insuficiente para mudar suas características. Como não há fragmentação de ramos, o tamanho das partículas da fase primária resultante é da mesma ordem que o das dendritas iniciais (compare com a FIG. 4.6.b). Também é visível o coalescimento entre ramos dendríticos, originando poças de eutético no interior da fase α .

A FIGURA 4.17 mostra micrografias das regiões central e inferior da liga fundida com grãos grosseiros e deformada 80 %, após serem submetidas ao tratamento térmico de reofundição. A estrutura da fase primária neste caso apresenta maior grau de globularização do que a obtida a partir do material deformado 45 %. Os glóbulos não são, no entanto, totalmente esferoidizados. Algumas poças no interior da fase primária podem ser notadas, embora em pequena quantidade. Pode-se notar também que a diferença entre as estruturas na periferia e centro das amostras é menos acentuada que no caso dos reofundidos obtidos a partir de deformação de 45 %.

Na primeira série de ensaios, as amostras foram aquecidas até a temperatura de tratamento, de 908 K, e então imediatamente resfriadas. O tempo de manutenção na zona pastosa foi apenas o necessário para cada amostra ir da temperatura *solidus* até a temperatura de tratamento. Numa segunda série de experimentos efetuou-se tratamento isotérmico, após as amostras atingirem a temperatura de reofundição, de 300 s, para análise do efeito da manutenção à temperatura de reofundição na estrutura obtida.

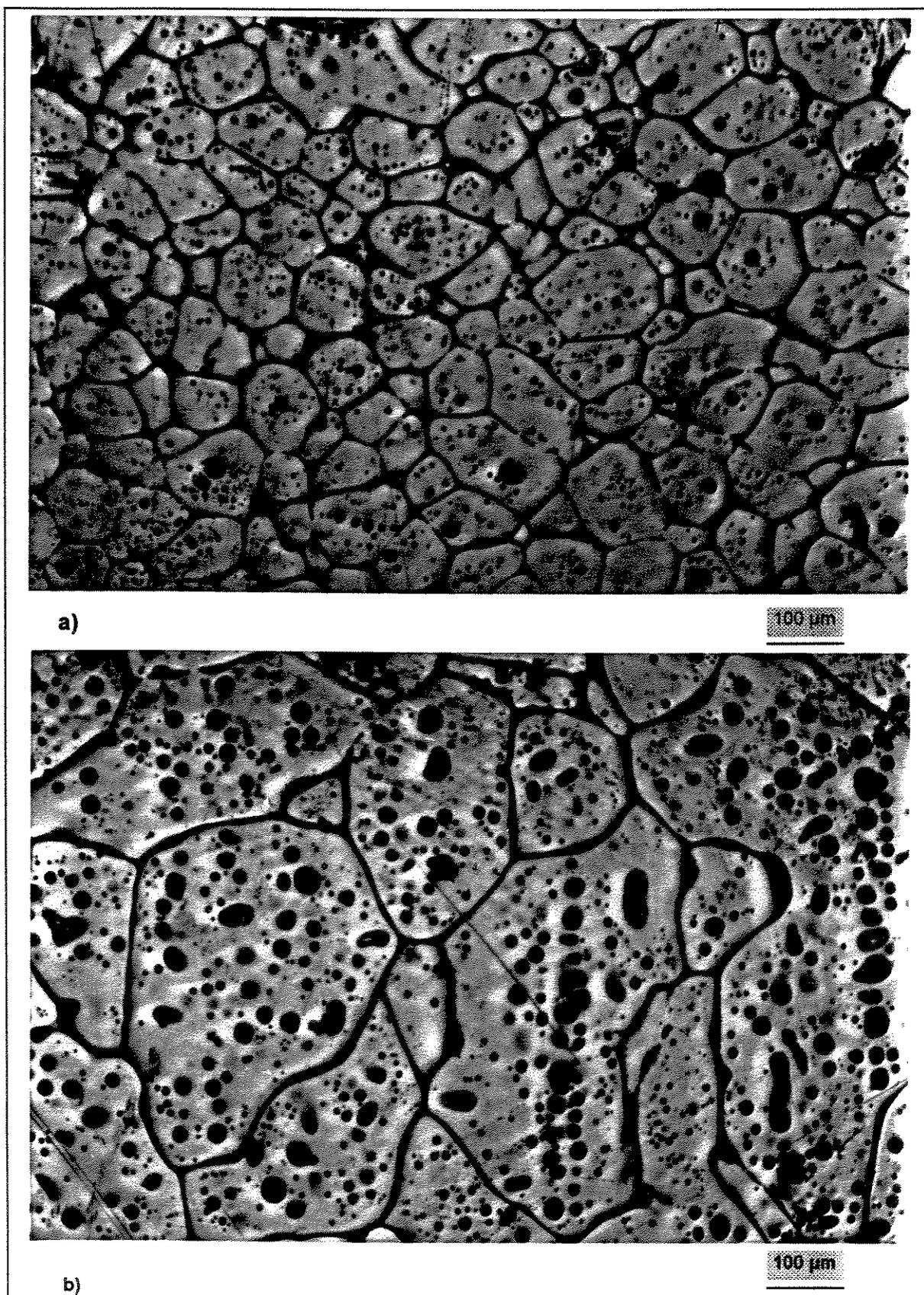


Figura 4.14 - Microestrutura de amostra com grãos refinados, deformada 45 % e reofundida a 908 K: a) região central da amostra; b) região inferior.

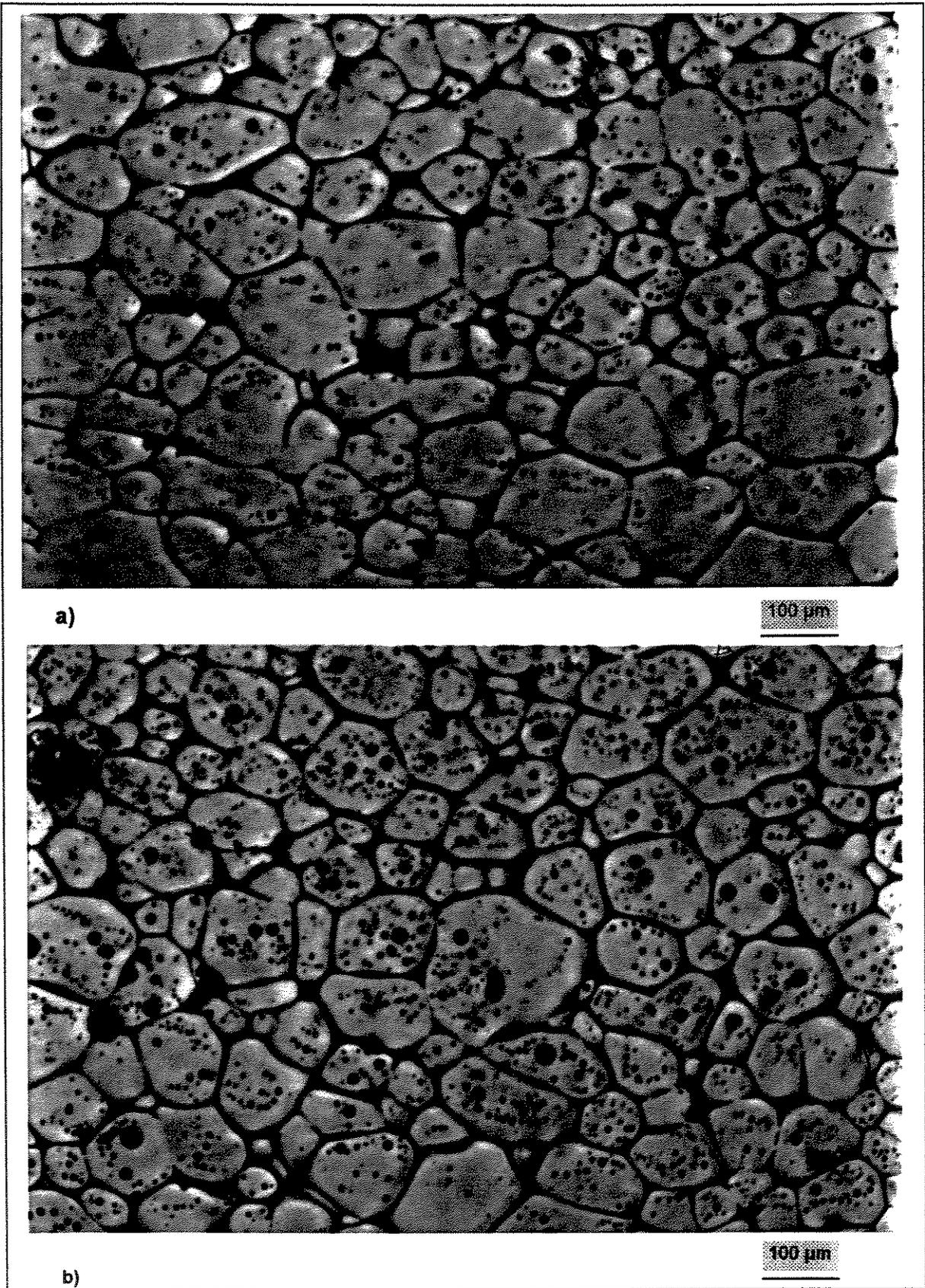


Figura 4.15 - Microestruturas de amostra com grãos refinados, deformada 80 % e refundida a 908 K: a) região central da amostra; b) região inferior.

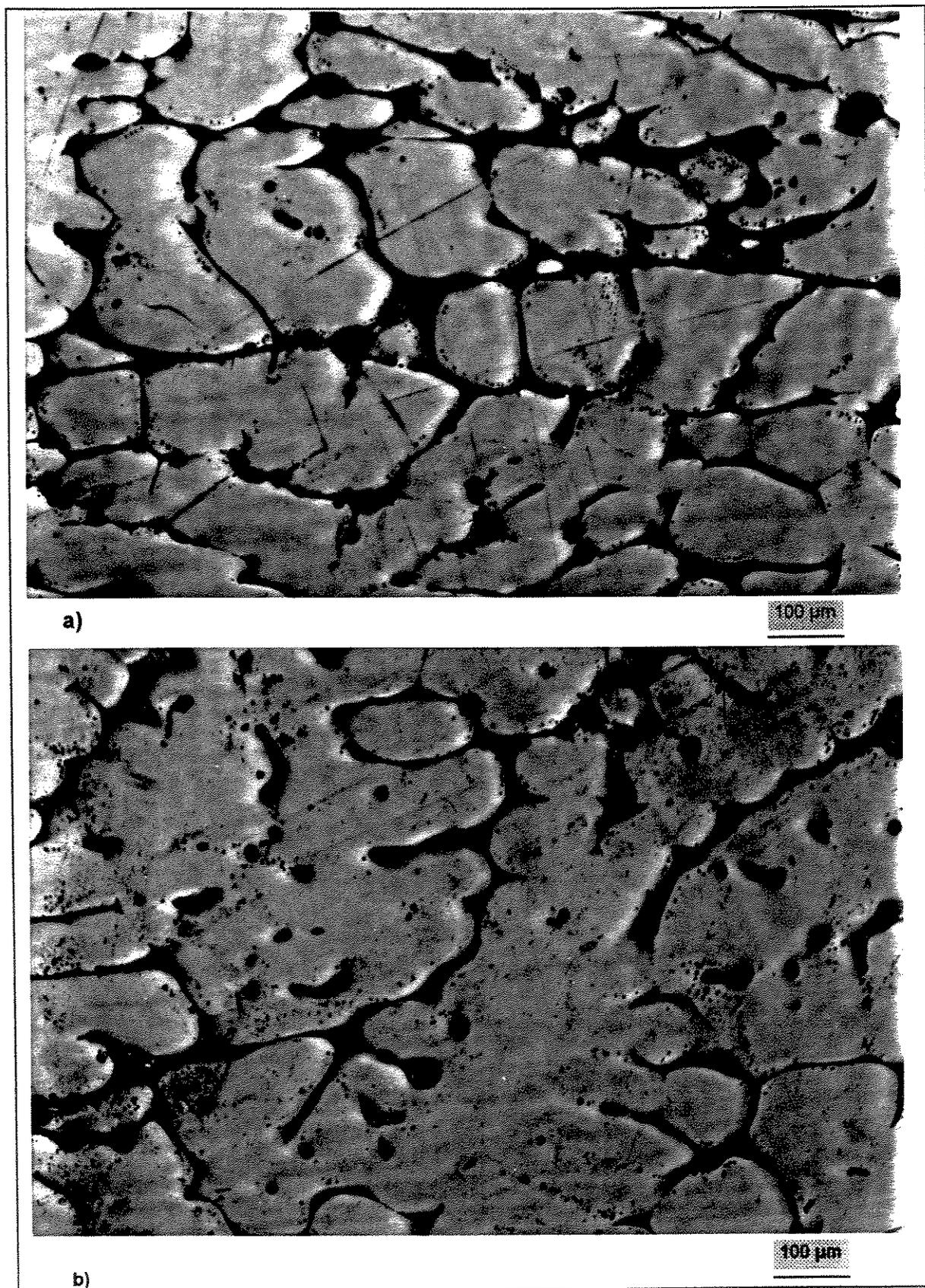


Figura 4.16 - Microestruturas de amostra com grãos grosseiros, deformada 45 % e refundida a 908 K: a) região central da amostra; b) região inferior.

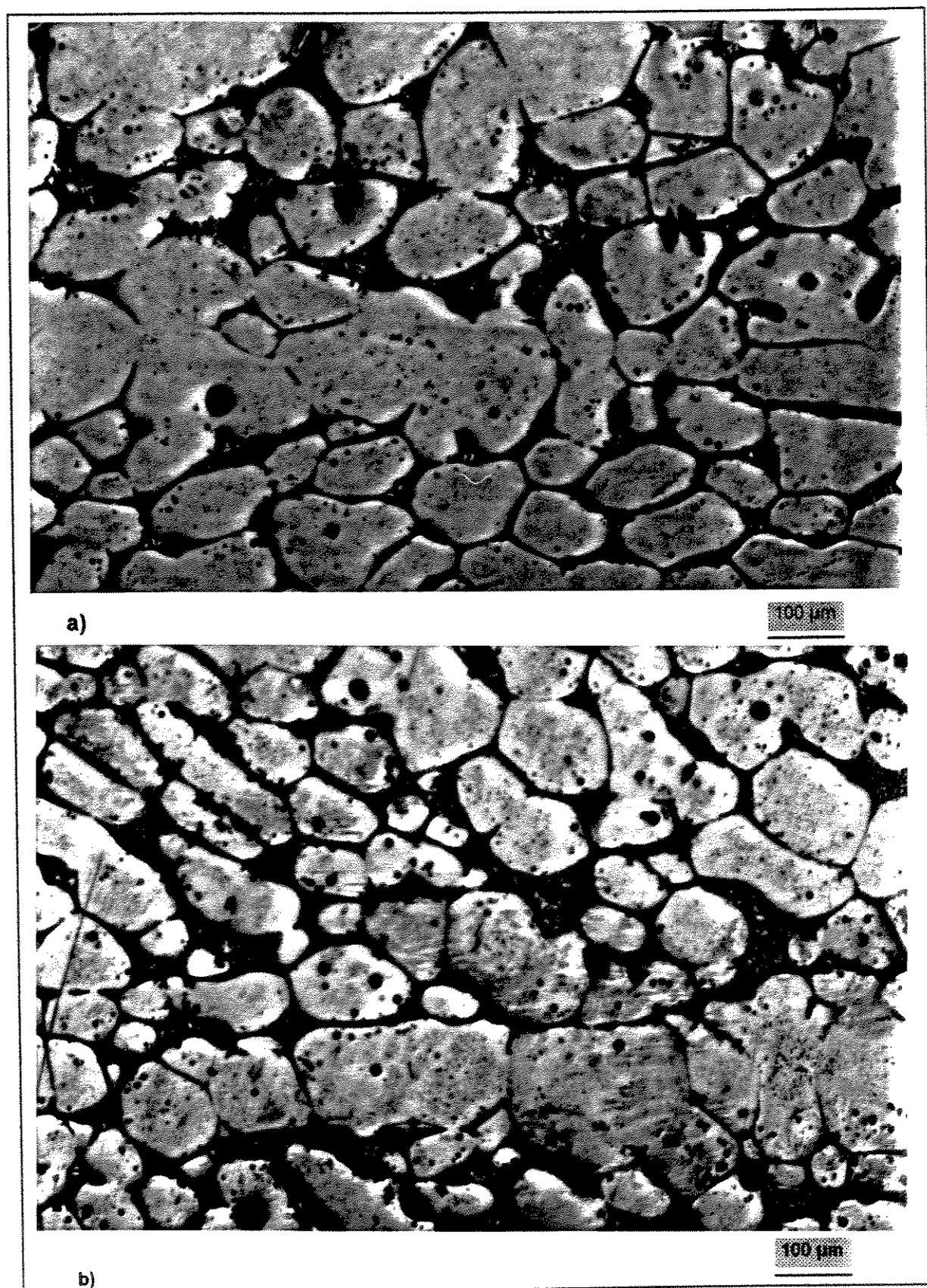


Figura 4.17 - Microestruturas de amostra com grãos grosseiros, deformada 80 % e reofundida a 908 K: a) região central da amostra; b) região inferior.

A FIGURA 4.18 mostra micrografias representativas das estruturas refundidas produzidas por TDS, com tempo de manutenção à temperatura de refulusão de 300 s. As principais tendências verificadas aqui são comuns a todas as outras amostras refulsidas a partir de diferentes condições iniciais.

Em 4.18 (a) é apresentado resultado obtido a partir de estrutura já globular no tempo de manutenção de 0 s (no caso, a região central de liga com grãos inicialmente refinados, deformada 45 %), enquanto em 4.18.b é apresentado resultado obtido a partir de estrutura não globularizada quando no tempo de manutenção de 0 s (região inferior de liga com grãos inicialmente grosseiros, deformada 45 %).

Comparando-se estas estruturas com as apresentadas nas FIGURAS 4.14 (a) e 4.16(b), respectivamente, pode-se observar que o efeito do tempo de manutenção à temperatura de refulusão é essencialmente promover a melhor globularização da fase primária ou o aumento de tamanho dos glóbulos já formados. Também pode ser notado um aumento na quantidade de líquido presente nos dois casos: o aumento de tempo de tratamento possibilita a aproximação das condições de equilíbrio, com a continuidade de fusão de sólido rico em Cu presente na periferia dos glóbulos. Assim, o aumento do tempo à temperatura de 908 K tende a aproximar a fração sólida à prevista pela equação de Scheil.

4.3.2 - Resultados quantitativos

As estruturas das pastas refulsidas por FPC a partir de estruturas fundidas e deformadas foram avaliadas quanto ao tamanho médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida, para efetuar-se uma comparação de resultados das diferentes condições de processo a que foram submetidas. Como há heterogeneidade nas amostras, devido ao perfil assimétrico da distribuição de deformação durante a compressão, foram levadas em conta, para medição do diâmetro de glóbulos, somente as regiões centrais das amostras, onde a deformação corresponde mais aproximadamente à teoricamente imposta nos ensaios. As TABELAS 4.4 e 4.5 apresentam o diâmetro médio dos glóbulos, o fator de forma e a fração sólida para cada condição de ensaio, nos tempos de manutenção à temperatura de refulusão de 0 e 300 s, respectivamente.

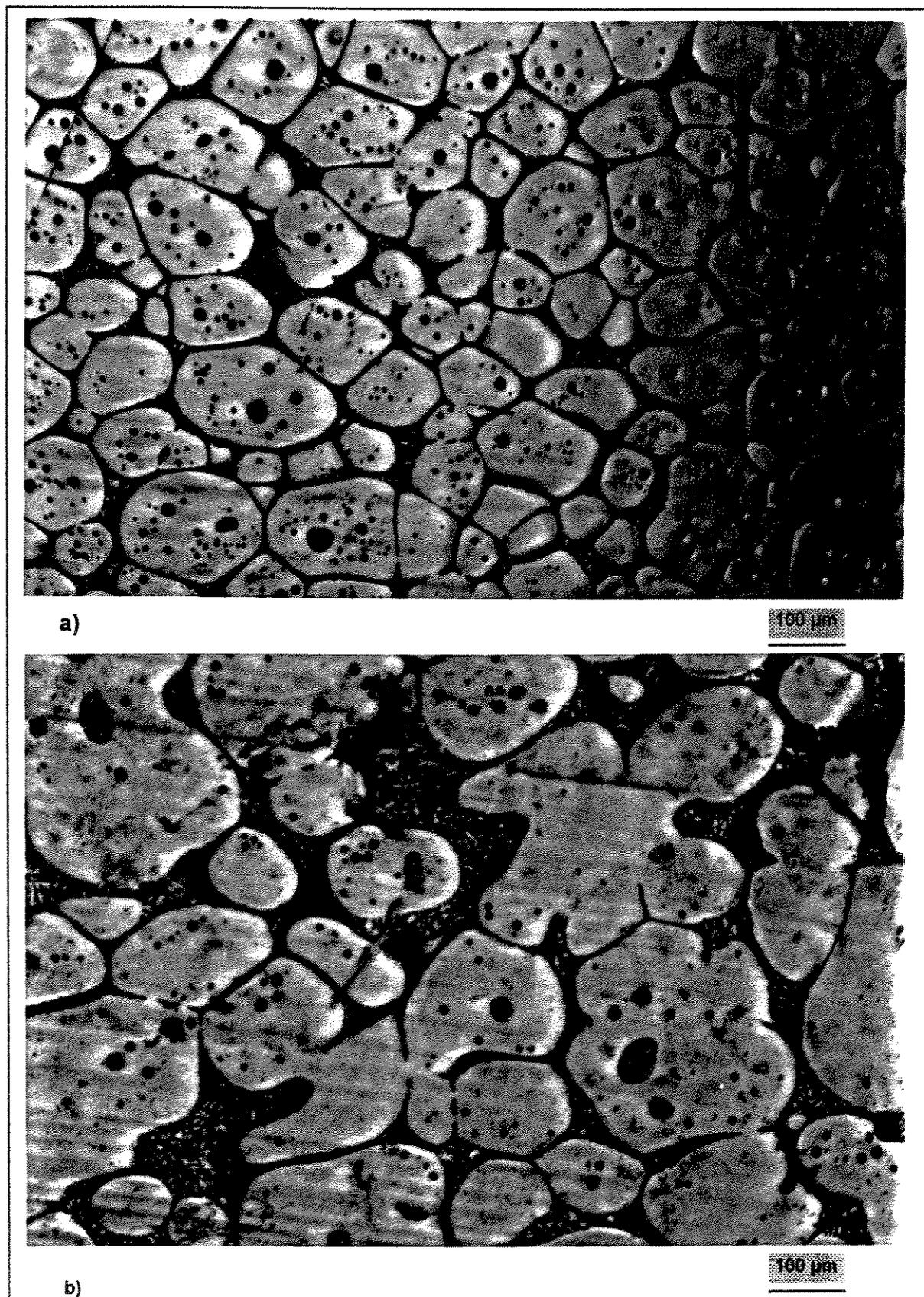


Figura 4.18 - Microestruturas de pasta refundida por TDS, por 300 s, da liga Al-3,35 %Cu, a partir das condições: a) liga fundida com grãos refinados, deformada 45 %, região central da amostra; b) liga fundida com grãos grosseiros, deformada 45 %, região inferior da amostra.

Tabela 4.4 - Diâmetro médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida dos refundidos obtidos por TDS, em função das condições de ensaio, para o tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 0 s.

Tamanho inicial de grãos (μm)	Grau de deformação (%)	Diâmetro médio dos glóbulos (μm)	Fator de forma do refundido	Fração sólida no refundido
403 \pm 35	45	75 \pm 6	1,7 \pm 0,6	0,75 \pm 0,02
403 \pm 35	80	74 \pm 5	1,6 \pm 0,7	0,76 \pm 0,02
1290 \pm 125	45	126 \pm 9	2,8 \pm 0,5	0,75 \pm 0,03
1290 \pm 125	80	117 \pm 8	2,0 \pm 0,6	0,77 \pm 0,02

Tabela 4.5 - Diâmetro médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida dos refundidos obtidos por TDS, em função das condições de ensaio, para o tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 300 s.

Tamanho inicial de grãos (μm)	Grau de deformação (%)	Diâmetro médio dos glóbulos (μm)	Fator de forma do refundido	Fração sólida no refundido
403 \pm 35	45	116 \pm 15	1,7 \pm 0,3	0,73 \pm 0,03
403 \pm 35	80	105 \pm 13	1,7 \pm 0,4	0,72 \pm 0,03
1290 \pm 125	45	157 \pm 19	1,8 \pm 0,5	0,71 \pm 0,02
1290 \pm 125	80	142 \pm 18	1,8 \pm 0,3	0,72 \pm 0,03

A análise da TABELA 4.4 mostra, para refundidos obtidos por TDS com tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 0 s, que:

⇒ Quanto ao diâmetro médio de glóbulos refundidos - os resultados mostram a drástica redução do tamanho de grãos/glóbulos na estrutura da liga, pelo tratamento de reofundição, indicando eficiente recristalização em todos os casos. Pode-se observar que as dimensões nos grãos refundidos obtidos a partir de estruturas previamente refinadas não dependem do grau de deformação imposto, de 45 e 80 %, e são de menor valor do que os obtidos para os refundidos a partir de estruturas originalmente grosseiras. Neste caso, o maior grau de deformação do material leva à

produção de glóbulos ligeiramente menores, com uma diferença não significativa do ponto de vista estatístico,

⇒ quanto ao fator de forma nas estruturas reofundidas - o fator de forma reflete o grau de globularização atingido, podendo-se observar menores valores para as estruturas reofundidas obtidas a partir da liga refinada, em relação à liga com grãos grosseiros. Da mesma maneira que o comportamento do diâmetro médio dos glóbulos, o fator de forma não parece depender do grau de deformação imposto, no caso de reofundidos produzidos a partir do material refinado. O maior valor do fator de forma para os reofundidos obtidos a partir de fundidos grosseiros indica menor grau de globularização da estrutura, confirmando a observação das microestruturas. Neste caso, a maior deformação prévia leva à redução do fator de forma, ou à maior globularização da estrutura, conforme também observado qualitativamente,

⇒ quanto à fração sólida presente na pasta reofundida - os valores obtidos são semelhantes em todos os casos, como era de se esperar, uma vez que a temperatura de tratamento térmico para FPC foi mantida constante em todos os casos. Os valores obtidos estão em razoável concordância com os calculados pela equação de Scheil; a utilização de condições de equilíbrio na dedução da equação de Scheil explica a divergência entre valores calculados e medidos.

A análise da TABELA 4.5, com os resultados obtidos para estruturas reofundidas por TDS após 300 s de manutenção na temperatura de reofundição, mostra que:

⇒ Quanto ao diâmetro médio de glóbulos reofundidos - os resultados obtidos após manutenção na temperatura de reofundição por 300 s mostram o aumento do diâmetro médio, em relação ao tempo de tratamento de 0 s e um aumento de maior proporção nos valores do desvio padrão, indicando um espalhamento da curva de distribuição do valor médio, isto é, indicando maior heterogeneidade nas dimensões dos glóbulos. As dimensões dos glóbulos reofundidos obtidos a partir de estruturas previamente refinadas são de menor valor que dos reofundidos a partir de estruturas originalmente grosseiras e ambas não dependem do grau de deformação imposto, pois, embora as diferenças entre os valores médios dos diâmetros dos glóbulos tenham aumentado, os desvios padrões também aumentaram, tornando estas

diferenças estatisticamente não significativas. O aumento do tempo tende a tornar semelhantes as estruturas produzidas a partir de diferentes graus de deformação,

⇒ quanto ao fator de forma nas estruturas reofundidas - o efeito do tempo de manutenção do material na temperatura de reofundição é a maior esferoidização da fase primária. Este fato pode ser comprovado pela comparação dos valores de fator de forma obtidos nas quatro condições de ensaio, praticamente idênticos, comprovando as observações microestruturais,

⇒ quanto à fração sólida presente na pasta reofundida - os valores obtidos mantêm-se semelhantes em todos os casos, já que a temperatura de tratamento térmico para FPC continuou constante em todos os casos. No entanto, os valores são menores que os medidos para o tempo de 0 s, indicando uma condição mais próxima ao equilíbrio, prevista pela equação de Scheil, devido ao maior tempo envolvido.

As estruturas reofundidas obtidas foram também caracterizadas quantitativamente em termos do perfil de distribuição de Cu presente na fase primária globular. Nas microestruturas apresentadas pode-se notar a inexistência de microsegregação, verificada qualitativamente pela ausência da mudança de tonalidade no interior da fase α . A FIGURA 4.19 mostra detalhe de um glóbulo típico, onde se percebe a homogeneidade de coloração no seu interior, indicando a ausência de gradiente de Cu. A periferia muito próxima ao contorno, no entanto, apresenta uma tonalidade mais escura, indicando um enriquecimento de Cu nesta região.

A presença deste halo enriquecido em Cu permanece ainda sem explicação precisa no campo do estudo dos fundamentos da reofundição, mas tem sido atribuído à incorporação de líquido enriquecido em soluto ao glóbulo da fase primária, durante a solidificação da pasta reofundida.

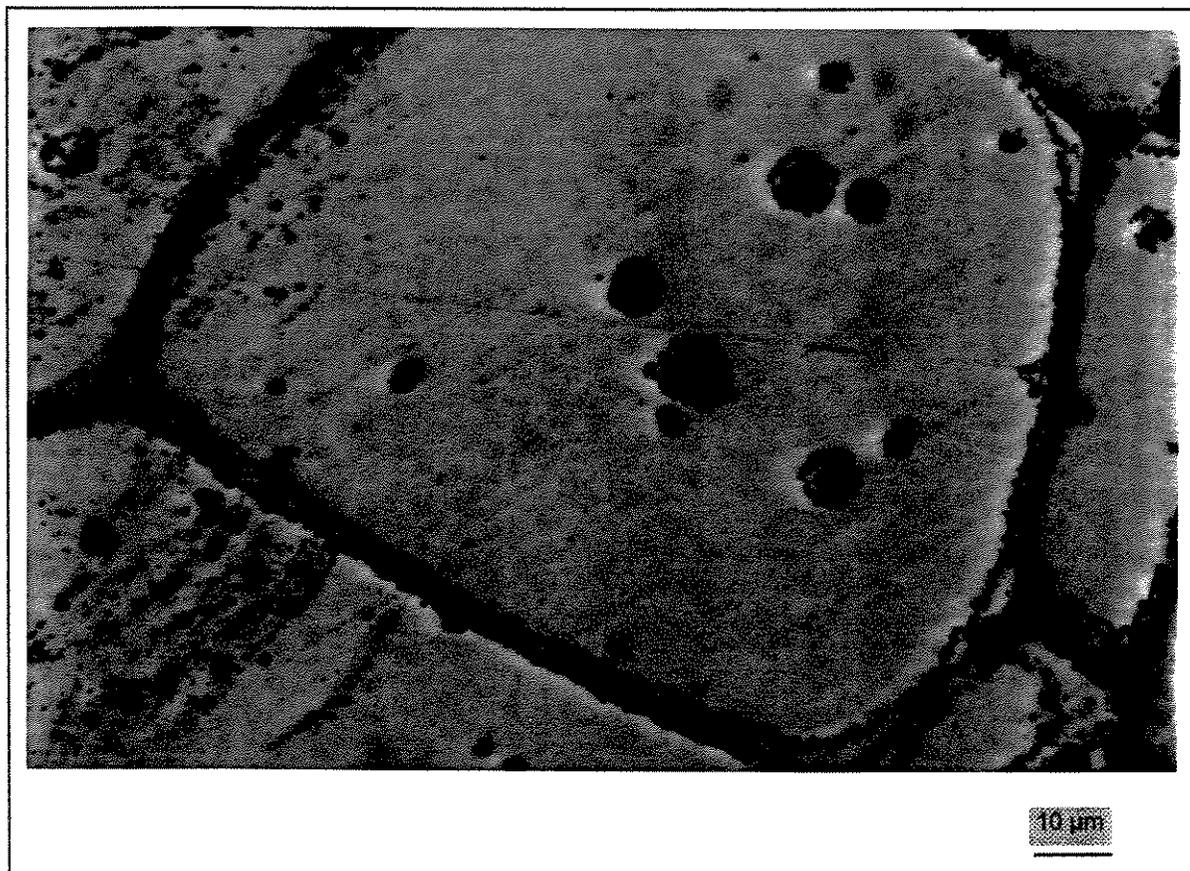


Figura 4.19 - Microestrutura típica de amostra refundida, mostrando a ausência de gradiente de Cu no interior do glóbulo.

A TABELA 4.6 e a FIGURA 4.20 apresentam resultados típicos de microanálise para o levantamento do perfil de distribuição de Cu ao longo de glóbulos da estrutura refundida. Observa-se a ausência de microsegregação, com a apresentação de um perfil plano de teores de soluto no interior dos glóbulos, e a elevação desses teores nas regiões interglobulares.

Tabela 4.6 - Teor de Cu na fase primária de refundido obtido por TDS em função da distância de contorno. A posição 0 coincide com o contorno.

Posição (μm)	Teor de Cu (%)								
	-40	-30	-20	-10	0	10	20	30	40
Varredura 1	1,6	1,8	1,6	1,4	33,6	1,3	1,5	1,2	1,2
Varredura 2	1,7	1,3	1,1	1,6	32,9	2,5	1,7	1,8	1,4

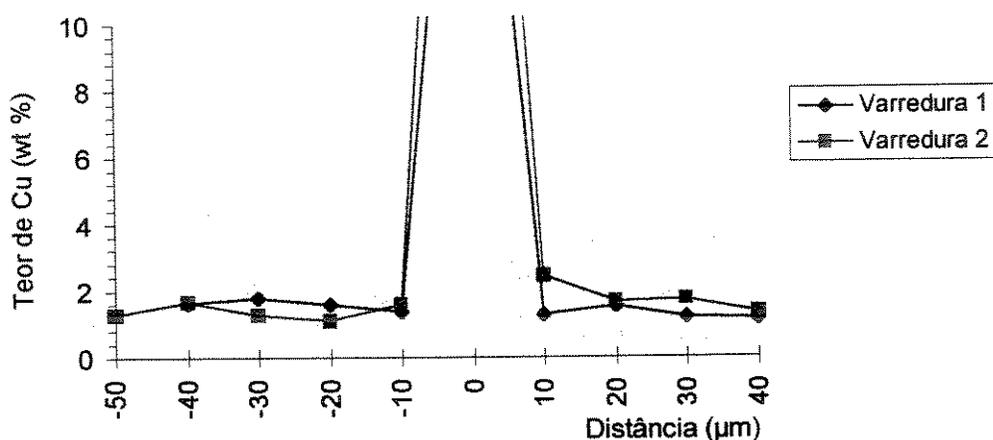


Figura 4.20 - Perfil do teor de Cu na fase primária presente em refundidos obtidos por TDS. A origem do eixo das abscissas coincide com o contorno entre dois glóbulos.

Ao contrário do observado no interior de dendritas da liga fundida, onde a rejeição do soluto durante a solidificação provoca o surgimento de microsegregação acentuada de Cu (vide FIG. 4.3), a estrutura refundida apresenta grande homogeneização no interior dos glóbulos. O teor de Cu em solução na fase primária é menor do que na estrutura bruta de fusão dada a presença, na pasta refundida, de cerca de 30 % de líquido, onde a solubilidade de Cu é mais elevada que no sólido.

As poças no interior dos glóbulos também foram analisadas, apresentando composição em torno de 50 %, próxima à do CuAl_2 , que contém 53,2 % de Cu em peso. Teores de Fe da ordem de 1 % foram detectados na microanálise destas poças, contra um valor praticamente nulo no interior dos glóbulos, indicando que estas podem ter se formado a partir de segmentos de contornos dendríticos originais.

4.3.3 - Influência dos parâmetros de processo na estrutura refundida

A. Tamanho inicial de grãos

Os resultados da TABELA 4.4 mostram uma grande influência do tamanho inicial de grãos, nos níveis utilizados, sobre o diâmetro dos glóbulos da pasta refundida obtida por TDS. Para um aumento de 220 % no tamanho inicial de grãos, ocorreu um aumento médio de 63 % do diâmetro dos glóbulos do refundido. Como somente foram pesquisados dois níveis, neste e nos testes seguintes, não há condições de se estabelecer relações matemáticas entre as

variáveis envolvidas, de forma que as linhas entre os pontos nos gráficos têm a função apenas de facilitar a visualização.

O gráfico da FIGURA 4.21 apresenta a variação do diâmetro equivalente dos glóbulos em função do tamanho inicial dos grãos, para os dois níveis de deformação utilizados. Para a liga deformada 45 %, a variação do diâmetro globular foi de 68 %, enquanto a liga com deformação de 80 % sofreu um aumento no diâmetro dos glóbulos de 58 %, quando se passa da estrutura com grãos refinados para a de grãos grosseiros. Portanto, a liga mais deformada é menos sensível à variação do tamanho inicial de grãos.

Resultados obtidos por ZOQUI (1995), em liga de Al-4,5 %Cu deformada 40 % e estruturas originais bem mais refinadas, mostram que a redução do diâmetro de glóbulos para ligas com tamanho inicial de grãos de 39 μm foi de 143 %, enquanto para ligas com grão inicial de 125 μm , a redução foi de 400 %. Os dados obtidos neste trabalho mostram uma redução de 440 % no diâmetro de glóbulos em relação aos grãos de 403 μm e de 960 % em relação aos grãos de 1290 μm , mostrando uma tendência de aumento da relação [tamanho inicial de grãos / diâmetro de glóbulos] com o aumento do tamanho inicial de grãos.

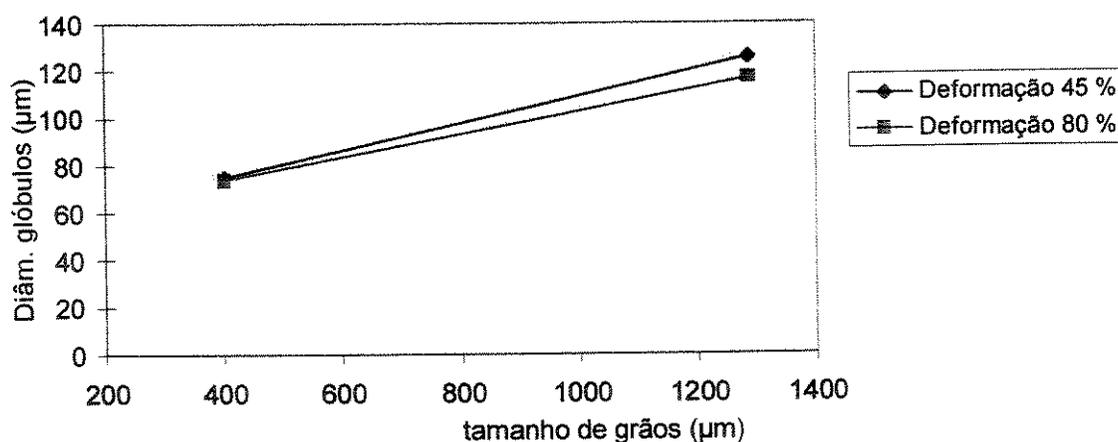


Figura 4.21 - Variação do diâmetro médio dos glóbulos de pastas refundidas da liga Al-3,35%Cu, obtidas por TDS, em função do tamanho de grãos inicial. Tempo de manutenção à temperatura de re fundição: 0 s.

O tamanho inicial de grãos tem clara influência sobre o fator de forma, nos níveis estudados. Para liga fundida com grãos refinados, o fator de forma dos re fundidos obtidos por TDS é de 1,7, independente do grau de deformação, enquanto para liga fundida com grãos grosseiros este valor sobe para 2,4 em média, considerando-se um tempo de manutenção à temperatura de re fundição de 0 s. Como já havia sido notado na análise de

microestruturas, ligas com grãos grosseiros não sofrem recristalização completa, resultando em glóbulos da fase primária menos globularizados e, por conseqüência, em valores maiores de fator de forma.

Quanto à fração sólida, como já foi assinalado, não sofre influência do tamanho inicial de grãos, já que depende apenas da temperatura de reofundição.

B - Grau de deformação

A variação do grau de deformação, nos níveis estudados, exerce uma influência pequena sobre o diâmetro final dos glóbulos. A redução média do diâmetro globular, em função do aumento da deformação, foi de apenas 5 %. A liga com grãos grosseiros exerceu mais influência sobre este valor que a liga com grãos refinados. Enquanto em liga refinada o aumento de deformação não exerceu qualquer influência no diâmetro dos glóbulos, houve uma redução de 7,1 % no caso de estruturas inicialmente grosseiras, quando se passou de um grau de deformação de 45 para 80 %. Esta diferença, no entanto, não é significativa do ponto de vista estatístico, conforme mostra a comparação entre médias realizada (APÊNDICE A). O gráfico da FIGURA 4.22 apresenta a variação do diâmetro de glóbulos da estrutura reofundida em função do grau de deformação imposto previamente à matéria prima..

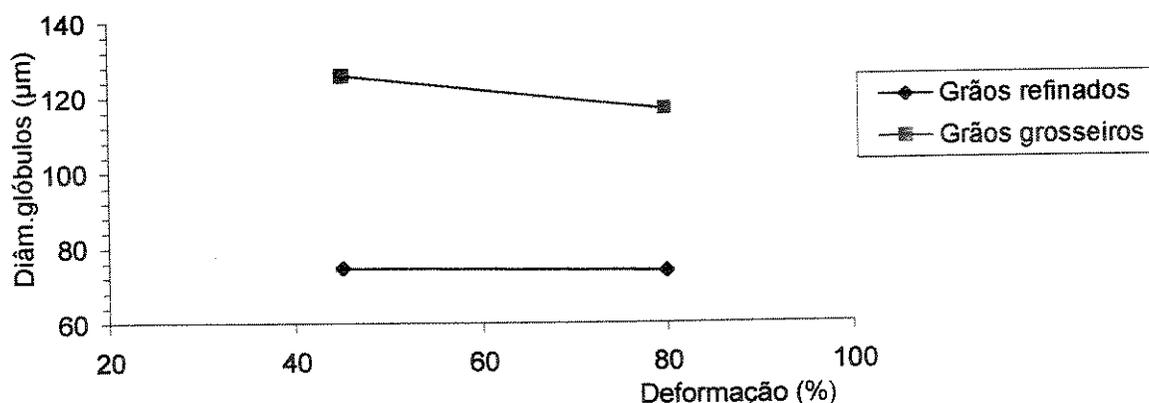


Figura 4.22 - Variação do diâmetro médio de glóbulos de pastas reofundidas obtidas por TDS em função da deformação prévia na matéria prima.

Estes resultados estão de acordo com aqueles obtidos por LOUÉ & SUÉRY (1995) e ROBERT (1989) com ligas de Al-Si, que não encontraram variação significativa do tamanho final de glóbulos em função do aumento da deformação, quando esta está acima de um patamar mínimo necessário para causar recristalização completa dos grãos.

O grau de deformação nos níveis testados exerce influência sobre o fator de forma, que passa do valor médio de 2,2, obtido para a liga deformada 45 %, para 1,8, obtido para liga deformada 80 %. Esta variação, no entanto, deve-se exclusivamente às ligas com grãos originalmente grosseiros, cujo fator de forma sofreu redução de 29 % em função do aumento do grau de deformação. Estes resultados mostram comportamentos diferentes durante globularização de ligas refinadas e grosseiras.

C. Tempo de manutenção à temperatura de reofundição

A comparação entre os resultados mostrados nas TABELAS 4.4 e 4.5 permite estabelecer o efeito do tempo de manutenção à temperatura de reofundição sobre estruturas reofundidas, em termos de tamanho de glóbulos, fator de forma e fração sólida na pasta. A FIGURA 4.23 mostra estes resultados de forma gráfica.

O aumento do tempo causa aumento do diâmetro médio de glóbulos no reofundido. Este aumento depende das condições da matéria prima. As estruturas com glóbulos menores no tempo igual a zero, isto é, produzidas a partir de liga refinada, tiveram um crescimento médio (48 %) maior que aquelas com tamanho inicial de glóbulos maior (23 %). Este resultado é coerente com a cinética de crescimento de partículas dispersas em meio sólido por difusão, regida pela equação de Gibbs-Thompson, que prevê uma taxa de crescimento maior para partículas inicialmente menores.

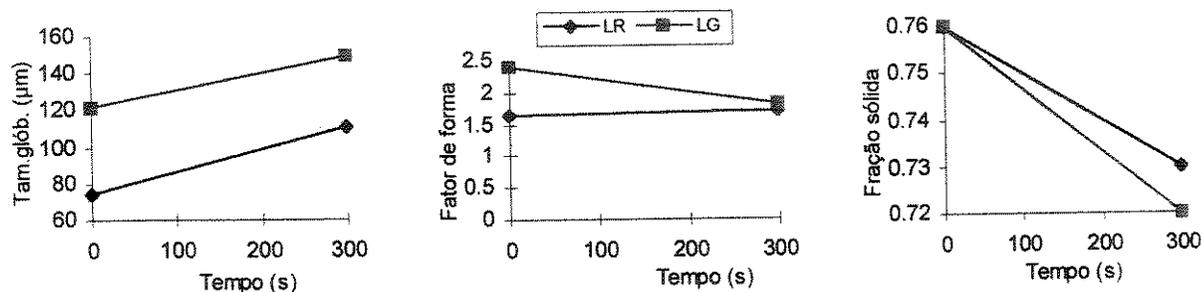


Figura 4.23 - Variação do diâmetro globular, fator de forma e fração sólida em função do tempo de manutenção à temperatura de reofundição de amostras produzidas por TDS; onde LR indica liga refinada e LG liga grosseira.

Estes resultados são compatíveis com pesquisas anteriores de ROBERT (1989) e GABATHULER (1992), que observaram taxas de crescimento de glóbulos reofundidos para ligas de Al-Si da mesma ordem de grandeza.

Pode-se notar também uma pequena redução dos valores médios do fator de forma e da fração sólida com o aumento do tempo de reofundição. No caso do fator de forma, esta redução deveu-se exclusivamente à variação dos valores relativos às estruturas reofundidas obtidas de liga com grãos grosseiros. Como estes materiais reofundidos não estavam totalmente globularizados, o tempo de manutenção à temperatura de reofundição foi fundamental para que a atuação dos mecanismos de engrossamento promovessem uma maior globularização de modo que, após 300 s, em todas as condições de testes, os fatores de forma fossem equivalentes.

Quanto à fração sólida, a redução de seu valor com o aumento do tempo deveu-se à fusão de liga rica em soluto, presente na periferia dos glóbulos. Com a manutenção por mais 300 s na zona pastosa os valores de fração sólida obtidos aproximaram-se mais daquele calculado pela equação de Scheil, refletindo uma situação mais próxima do equilíbrio.

4.3.4 - Mecanismos de reofundição por TDS

Como se pôde verificar, diferentes morfologias da fase primária de materiais reofundidos por TDS foram obtidas, em função das diferentes condições de tamanho de grãos inicial e deformação a que foram submetidas as amostras durante a produção das pastas. Basicamente, dois mecanismos estão envolvidos na formação das estruturas reofundidas apresentadas: o de globularização por engrossamento dendrítico e o de recristalização e separação de grãos recristalizados por penetração de líquido em seus contornos.

A globularização por engrossamento ocorre preferencialmente em estruturas deformadas abaixo do nível necessário para provocar recristalização de grãos: as regiões inferiores de amostras deformadas 45 %, apresentadas na FIGURA 4.14 (b) para reofundidos a partir de liga refinada, onde se percebe a fase primária com morfologia de blocos irregulares e nas estruturas grosseiras, também na região inferior das amostras, conforme apresentado na FIGURA 4.16 (b). No caso das estruturas grosseiras o mecanismo é mais lento, levando a uma condição de pior globularização, para o mesmo tempo de tratamento de reofundição. A diferença de morfologia entre elas, portanto, é função dos diferentes tamanhos de grãos iniciais, mas envolvem os mesmos mecanismos de globularização.

Em relação à liga inicialmente refinada, a comparação entre a estrutura reofundida (FIG. 4.14 (b)) e a estrutura dendrítica da matéria prima, apresentada na FIGURA 4.2 (a),

mostra que os contornos dos blocos foram formados a partir dos contornos de grãos originais, pois têm dimensões equivalentes. Esta estrutura é bastante semelhante à obtida por ZOQUI (1995) a partir de uma liga Al-4,5%Cu sem deformação. Estes fatos sugerem que as regiões inferiores das amostras deformadas 45 % não receberam energia suficiente para sofrer recristalização, envolvendo fundamentalmente globularização por engrossamento dendrítico, na forma de um arredondamento incipiente dos contornos de grãos iniciais e uma homogeneização no seu interior. Contornos interdendríticos, aprisionados no interior da fase primária são fundidos, originando as poças de líquido eutético observados no interior dos glóbulos.

Na liga com grãos grosseiros, os mesmos mecanismos de engrossamento dendrítico estão presentes na região inferior da amostra, menos deformada, porém a cinética de globularização é mais lenta, já que distâncias maiores estão envolvidas. A fase primária está engrossada, podendo-se observar a presença de muitos ramos secundários em processo de coalescimento, com evoluções similares às propostas por YOUNG & KIRKWOOD (1975) e por GENDA et al (1987). O esquema da FIGURA 4.24 identifica algumas destas ocorrências. O número de poças no interior da fase primária é menor que o verificado nas estruturas reofundidas a partir de grãos refinados, devido, provavelmente, à pior distribuição da fase secundária na estrutura grosseira, gerando menor número de poças, com dimensões maiores.

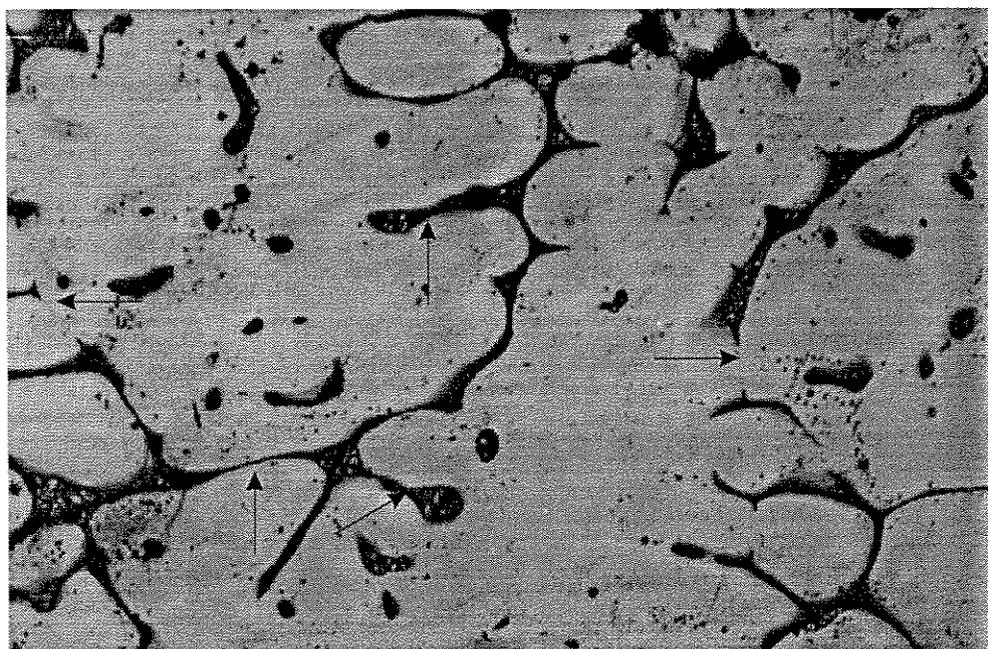


Figura 4.24 - Desenho ilustrativo, obtido da figura 4.16, identificando diferentes tipos de coalescimento presentes.

Em regiões de amostras que sofreram deformação suficiente para provocar recristalização de grãos, o mecanismo preferencial de globularização foi o de separação de grãos recristalizados. Neste caso, a formação da estrutura reofundida não passou por estágios morfológicos intermediários de engrossamento.

O reofundido obtido de liga com grãos refinados e submetidos a elevadas deformações (região central da amostra deformada 45 %, apresentada na FIGURA 4.14 (a), e amostra deformadas 80 %, apresentada na FIGURA 4.15) apresentam fase primária globularizada de pequenas dimensões. Pode-se observar a menor presença de poças de eutético no interior dos glóbulos com o aumento do grau de deformação imposto à matéria prima. A presença destas poças pode indicar a atuação de mecanismos de engrossamento, embora não preferenciais, como também podem ser resultado de contornos dendríticos fragmentados e não dissolvidos. O estudo da origem e evolução destas poças permanece um campo aberto na área de reofundição.

O material reofundido a partir de ligas com grãos grosseiros submetidas à maior deformação, apresentado nas FIGURAS 4.16 (a) e 4.17 apresenta estrutura globularizada parcialmente por recristalização, com ramos dobrados da dendrita original separados entre si por contornos espessos, e divididos em partes menores, separadas por contornos finos, ou, em alguns casos, com separação incompleta. As poças no interior da fase primária apresentam-se em menor quantidade, levando à suposição de que processos de engrossamento de ramos ou fragmentação de contornos dendríticos originais, a partir dos quais as poças fossem formadas, não sejam freqüentes.

O mecanismo mais atuante em estruturas mais fortemente deformadas foi o de recristalização de novos grãos e o “molhamento” dos contornos de alto ângulo formados, dando origem a grãos separados pelo líquido presente. A FIGURA 4.25 mostra esta seqüência: (1) a deformação imposta à estrutura dendrítica provoca a flexão de ramos; (2) a migração de discordâncias para acomodar a diferença de orientação entre duas regiões resulta em contornos de alto ângulo; (3) estes contornos são penetrados pelo líquido formado na zona pastosa; (4) ocorre a fragmentação dos ramos e sua substituição por partículas isoladas. Como já foi exposto no capítulo 2, este mecanismo tem como força motriz a redução da energia interna do material, pois a formação de duas interfaces sólido/líquido pode reduzir a energia associada ao contorno de grãos formado.

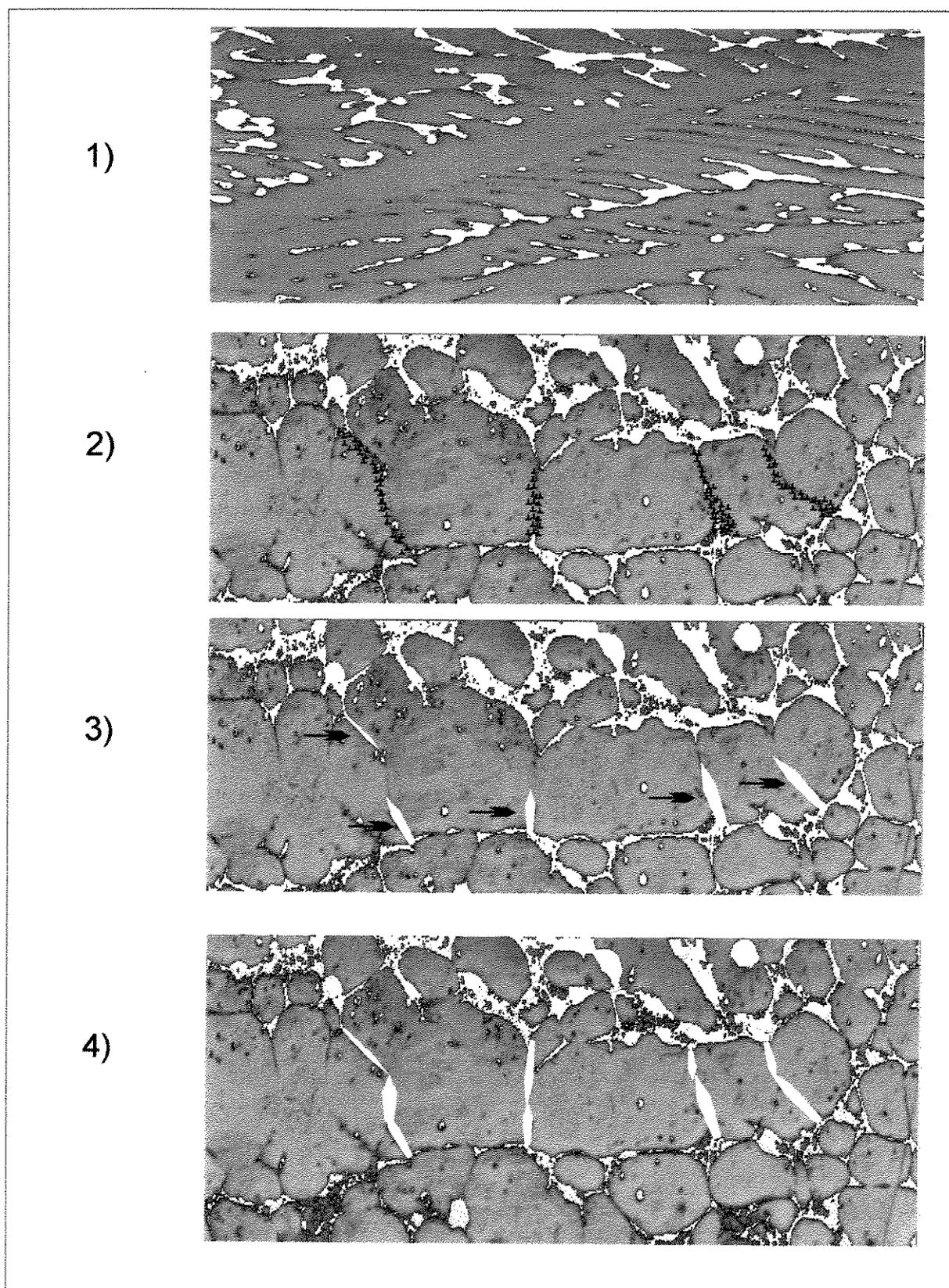


Figura 4.25 - Esquema de formação da estrutura reofundida por recristalização e separação de grãos: 1) deformação de ramos dendríticos; 2) formação de contornos de alto ângulo por recristalização; 3) molhamento dos contornos pelo líquido formado em contornos originais; 4) separação das partículas e formação da nova estrutura.

Quando a deformação imposta é insuficiente para causar uma desorientação entre duas regiões, contornos de baixa energia são formados, com uma situação energética mais favorável à sua manutenção, e não à formação de duas interfaces sólido/líquido. Neste caso, a fase sólida não é separada pelo líquido presente, impedindo o surgimento de glóbulos.

A partir das observações feitas acima, pode-se concluir de forma resumida que:

- existe um nível crítico de deformação abaixo da qual a energia interna armazenada pelo material é insuficiente para causar recristalização. Neste caso, o mecanismo de globularização da pasta reofundida atuante é o engrossamento dendrítico. Acima desse nível crítico, o mecanismo preferencial é o de recristalização e separação de grãos, proposto por VOGEL (1979),
- o tamanho inicial dos grãos não determina o tipo de mecanismo atuante, mas a sua cinética. Estruturas grosseiras necessitam maior tempo para globularização completa ou maior deformação para acelerar a recristalização,
- se o mecanismo preferencial de globularização for a recristalização, as pastas obtidas apresentam glóbulos mais esféricos, menores e homogêneos.

4.4 - Estruturas reofundidas obtidas por TSV

4.4.1 - Resultados qualitativos

As FIGURAS 4.26 e 4.27 apresentam micrografias da liga Al-3,35 %Cu, reofundida por TSV, com tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 0 s, a partir de material refinado e submetida à deformação real de 45 % e 80 %, respectivamente.

Pode-se observar em todos os casos estruturas semelhantes, com fase primária globular rodeada por eutético proveniente do resfriamento do líquido presente na liga no estado pastoso. No caso de amostras submetidas a 80 % de deformação, a fase primária apresenta glóbulos menores e distribuição mais homogênea que a liga deformada 45 %.

Da mesma forma que nos reofundidos obtidos por TDS, a deformação na região inferior é menos acentuada, mas numa faixa muito estreita, da ordem de alguns glóbulos. Nesta região a estrutura também está globularizada, com um pequeno aumento no tamanho dos glóbulos com relação à estrutura na região central. Verifica-se a presença de uma

distribuição de precipitados finos no interior da fase primária, com exceção das regiões vizinhas aos contornos. Estes precipitados podem ser o resultado de precipitação durante o aquecimento para refundição, uma vez que a fase α na matéria prima superenvelhecida apresentava teor de Cu acima do limite de solubilidade, ou podem se tratar de partículas de CuAl_2 que não foram solubilizadas no aquecimento.

Existem também algumas poças de eutético no interior dos glóbulos, provavelmente originadas dos grandes precipitados observados na liga superenvelhecida, mostrada no item 4.2 (FIG. 4.8 (a)) ou resultado de mecanismos de coalescência. Novamente estas poças se apresentam com mais freqüência no caso de amostras ou regiões submetidas a menor grau de deformação.

A FIGURA 4.28 mostra detalhe de glóbulo da fase primária de um reofundido obtido a partir de amostra com grãos refinados, superenvelhecida e deformada 80 %. Notam-se os contornos interglobulares, formados pelo eutético Al-CuAl₂ e a presença de precipitados CuAl₂, onde os maiores apresentam um anel de Cu em volta, indicando, provavelmente, o início de sua solubilização na matriz, ou sua precipitação a partir de regiões localizadas ricas em Cu. A microsegregação é pequena, restrita à área próxima aos contornos.

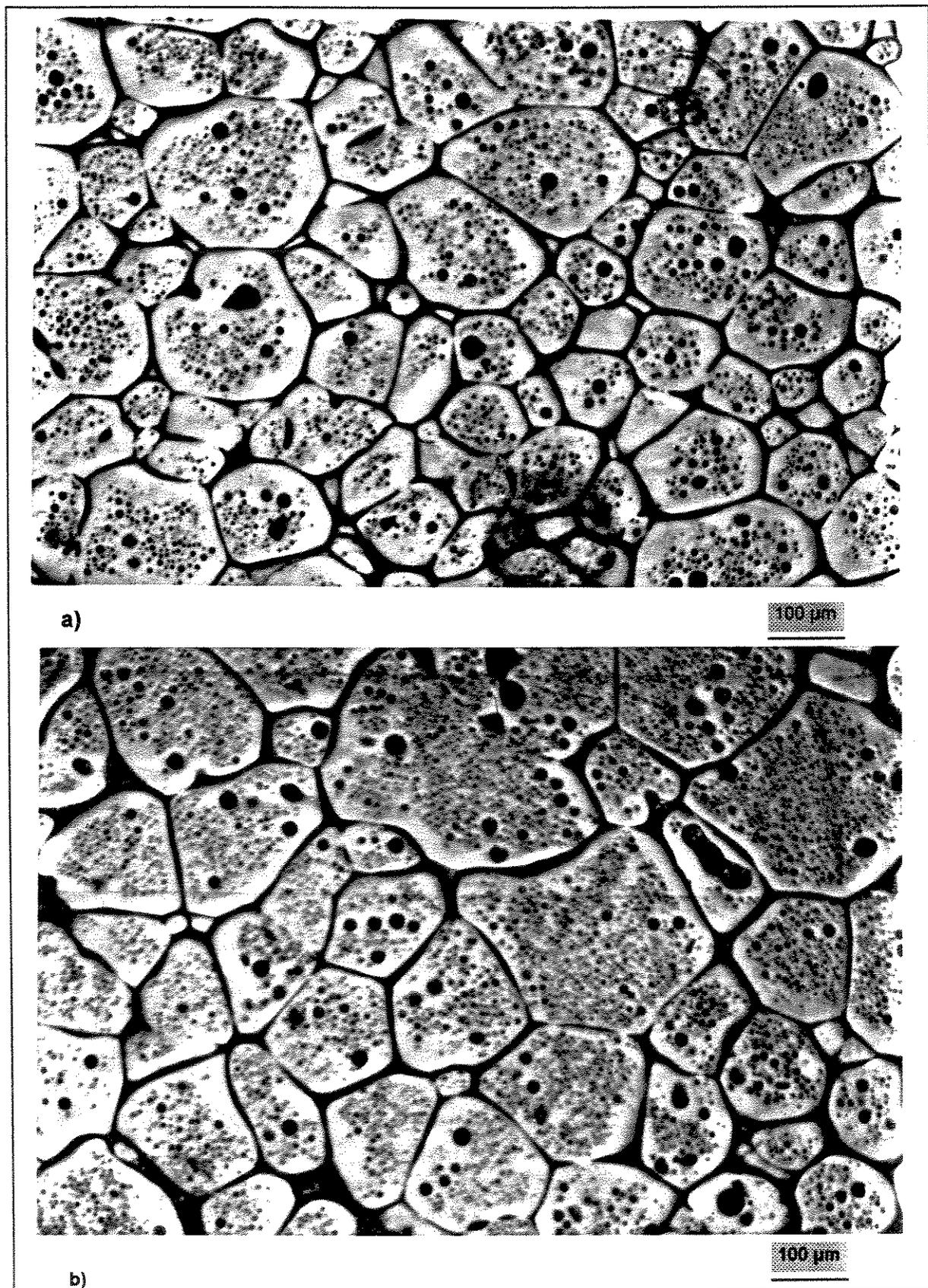


Figura 4.26 - Microestruturas de amostra com grãos refinados, superenvelhecida, deformada 45 % e refundida a 908 K: a) região central da amostra; b) região inferior.

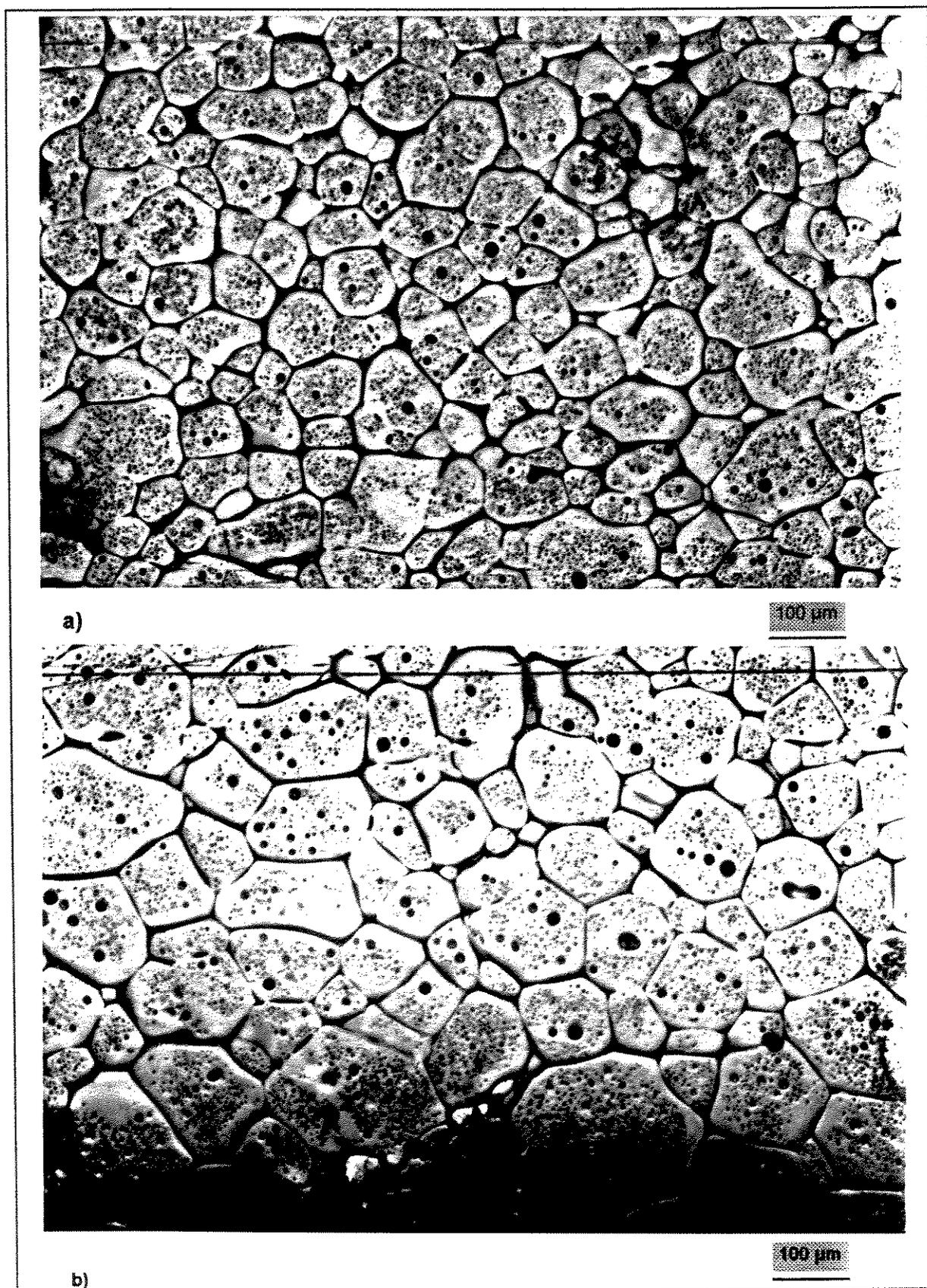


Figura 4.27 - Microestruturas de liga com grãos refinados, superenvelhecida, deformada 80 % e reofundida a 908 K: a) região central da amostra; b) região inferior.

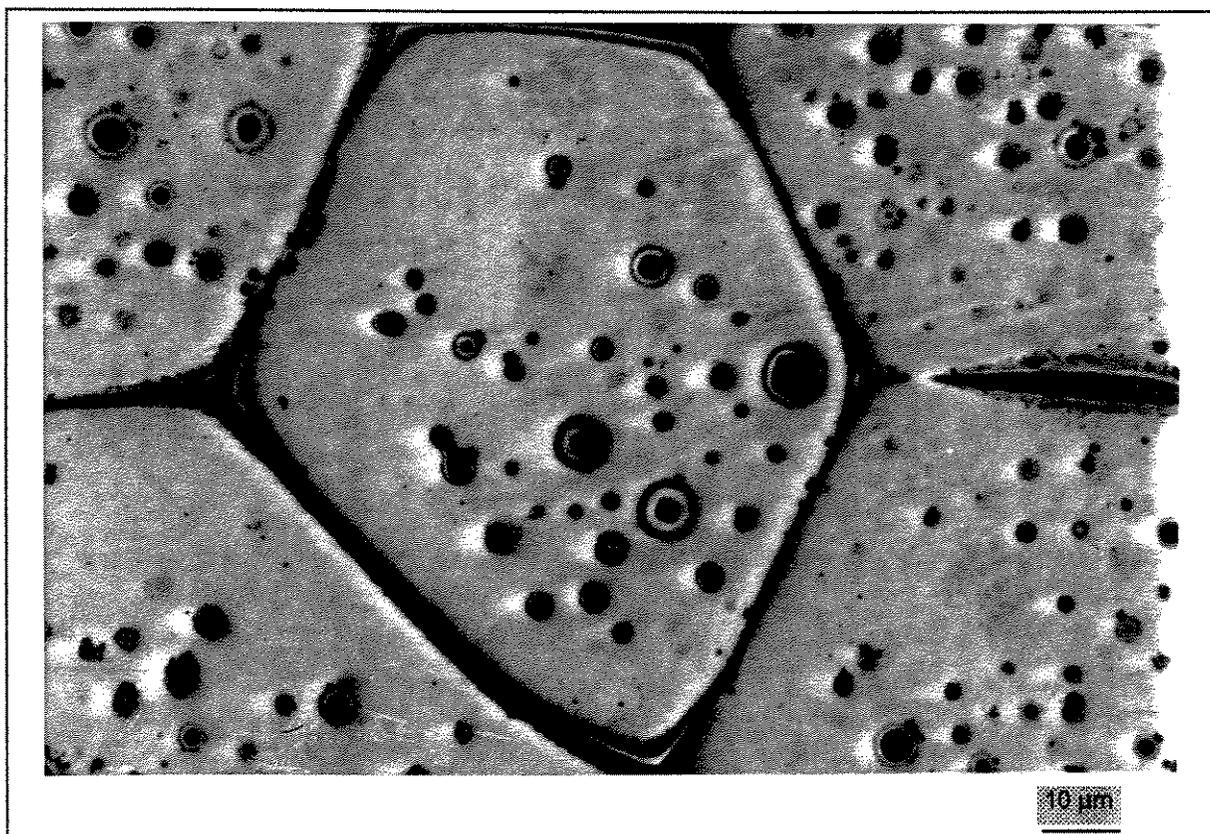


Figura 4.28 - Detalhe da microestrutura de amostra com grãos refinados, deformada 80 %, obtida por TSV. Pode-se notar os precipitados no interior dos glóbulos da fase primária e os contornos com fase secundária de composição eutética.

As FIGURAS 4.29 e 4.30 mostram as estruturas refundidas a partir da liga com grãos grosseiros e submetidas a 45 % e 80 %, respectivamente. Apresentam morfologias similares, tanto nas regiões centrais quanto nas inferiores. Nas centrais (FIG. 4.32 (a) e 4.33 (a)), a estrutura é globular, mas com alguma irregularidade na forma e de tamanho médio maior que as obtidas de amostras com grãos refinados. Novamente há grande ocorrência de precipitados CuAl_2 no interior da fase primária, com tendência a deixar um halo livre de precipitados junto à periferia dos glóbulos. Também aqui se observa menor grau de globularização nas regiões periféricas da amostra, submetidas a menor grau de deformação.

A diferença de morfologias estruturais entre regiões central e inferior de amostras é, no entanto, menor que no caso de refundidos obtidos por TDS. Pode-se observar também que, de um modo geral, as estruturas originalmente grosseiras produziram refundidos com tamanho de glóbulos maiores que as estruturas originalmente refinadas.

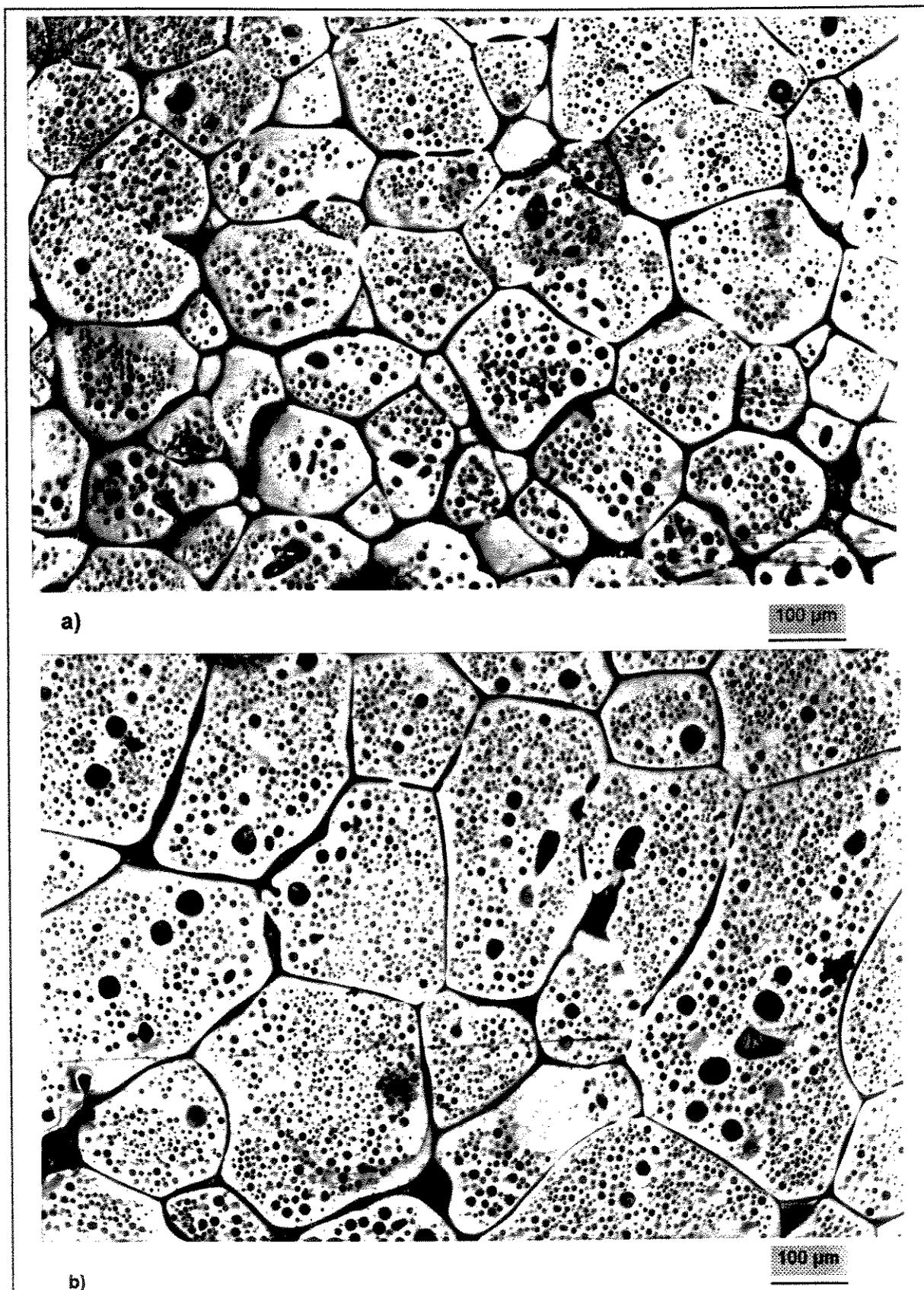


Figura 4.29 - Microestruturas de amostra com grãos grosseiros, superenvelhecida, deformada 45 % e reofundida a 908 K: a) região central da amostra; b) região inferior.

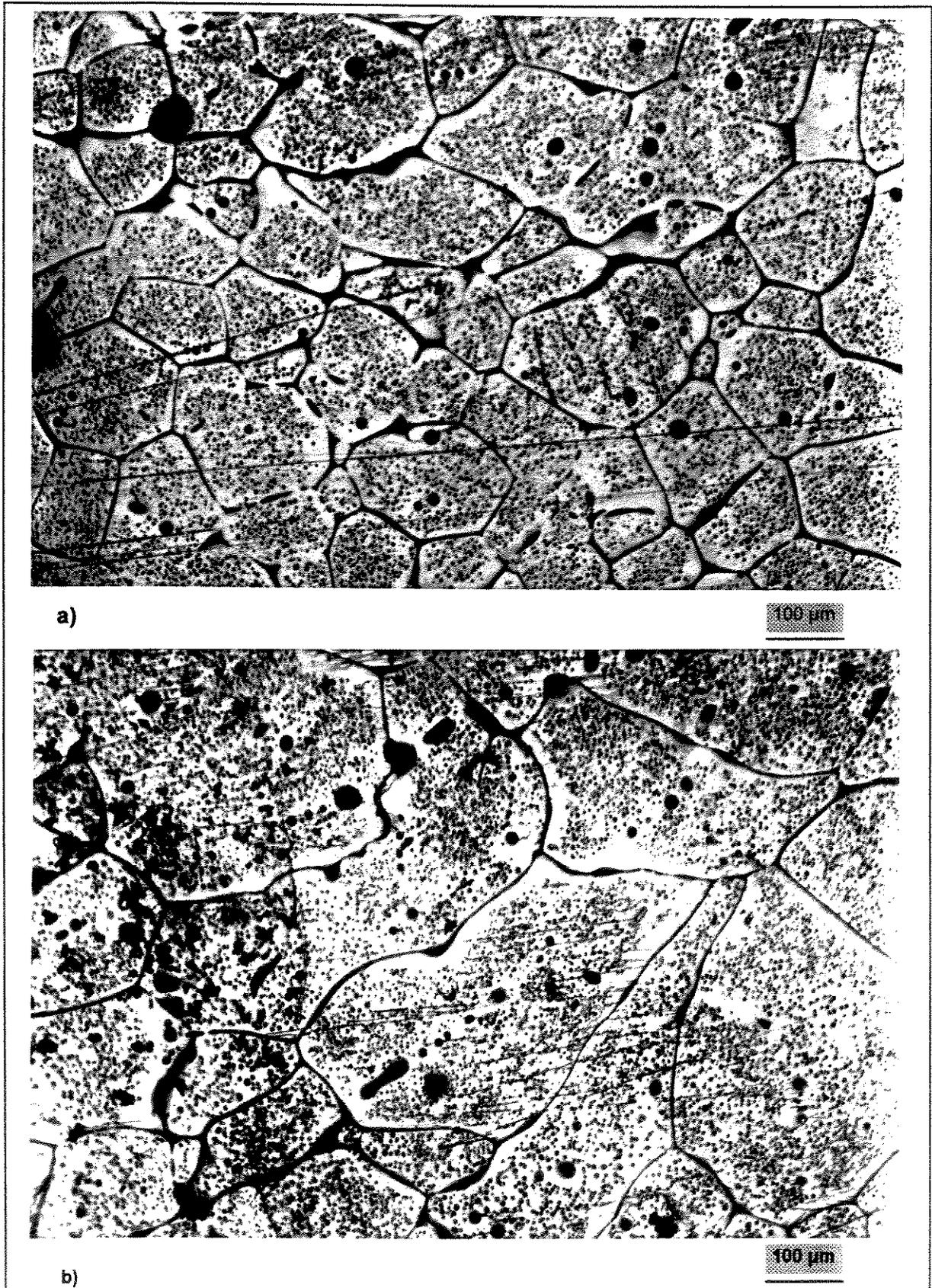


Figura 4.30 - Microestruturas de amostra com grãos grosseiros, superenvelhecida, deformada 80 % e reofundida a 908 K: a) região central da amostra; b) região inferior.

Na segunda série de experimentos, efetuou-se tratamento isotérmico, após as amostras atingirem a temperatura de reofundição, de 300 s, para análise do efeito da manutenção à temperatura de reofundição sobre a estrutura obtida. A FIGURA 4.31 mostra micrografias representativas das estruturas reofundidas produzidas por TSV, após 300 s de manutenção na temperatura de reofundição. As principais tendências verificadas aqui são comuns a todas as outras condições a que o material foi submetido. Pode-se observar o aumento da fração líquida na pasta e das dimensões dos glóbulos com o aumento do tempo de manutenção. Observa-se, também, o aumento de dimensões de precipitados no interior dos glóbulos, provavelmente devido a fenômenos de coalescência, já que seu número parece diminuir (comparar FIG. 4.31 (a) com FIG. 4.29 (a) e FIG. 4.31 (b) FIG. 4.30(b)).

O coalescimento dos precipitados presentes no interior dos glóbulos não é favorável à tixotrofia, pois, para uma mesma fração sólida, reduz a quantidade de líquido interglobular, aumentando o atrito entre as partículas da fase primária durante o escoamento.

Nota-se com mais clareza, devido ao coalescimento, a existência de faixa no interior dos glóbulos, ao redor dos contornos, sem a presença de precipitados, acentuando a tendência já verificada nas micrografias da liga reofundida e imediatamente resfriada (tempo de reofundição igual a zero).

4.4.2 - Resultados quantitativos

As estruturas das pastas reofundidas obtidas por TSV foram avaliadas quanto aos mesmos parâmetros utilizados na análise dos reofundidos obtidos por TDS: tamanho médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida. As TABELAS 4.6 e 4.7 apresentam os resultados obtidos para cada condição de ensaio, para os tempos de manutenção à temperatura de reofundição de 0 e 300 s, respectivamente.

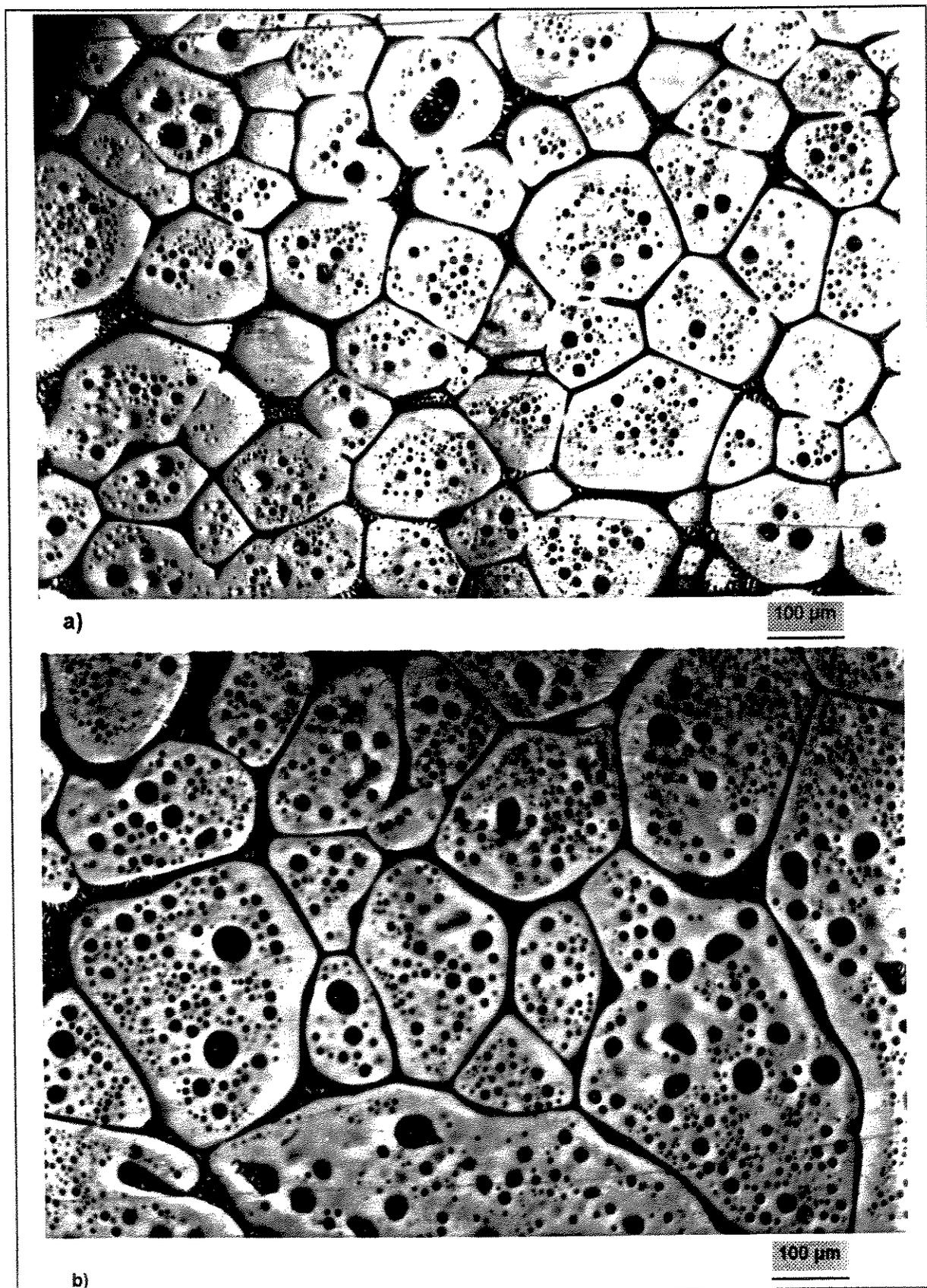


Figura 4.31 - Microestruturas de pastas refundidas obtidos por TSV, após 300 s de manutenção à temperatura de re fundição: a) liga refinada, deformada 45 %, região central da amostra; b) liga grosseira, deformada 45 %, região inferior.

Tabela 4.7 - Diâmetro médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida dos refundidos obtidos por TSV, em função das condições de ensaio, para o tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 0 s.

Tamanho inicial de grãos (μm)	Grau de deformação (%)	Diâmetro médio dos glóbulos (μm)	Fator de forma do refundido	Fração sólida no refundido
403	45	77 ± 5	$1,7 \pm 0,5$	$0,77 \pm 0,02$
	80	63 ± 4	$1,7 \pm 0,5$	$0,76 \pm 0,03$
1290	45	98 ± 5	$2,0 \pm 0,8$	$0,75 \pm 0,02$
	80	87 ± 4	$1,9 \pm 0,8$	$0,75 \pm 0,03$

Tabela 4.8 - Diâmetro médio de glóbulos, fator de forma e fração sólida dos refundidos obtidos por TSV, em função das condições de ensaio, para o tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 300 s.

Tamanho inicial de grãos (μm)	Grau de deformação (%)	Diâmetro médio dos glóbulos (μm)	Fator de forma do refundido	Fração sólida no refundido
403	45	112 ± 11	$1,8 \pm 0,4$	$0,72 \pm 0,01$
	80	108 ± 14	$1,6 \pm 0,5$	$0,70 \pm 0,03$
1290	45	128 ± 13	$1,7 \pm 0,3$	$0,70 \pm 0,02$
	80	122 ± 15	$1,7 \pm 0,4$	$0,70 \pm 0,03$

A análise da TABELA 4.7 mostra, para refundidos obtidos por TSV com tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 0 s, que:

⇒ Quanto ao diâmetro médio de glóbulos refundidos - o tamanho de grãos/glóbulos na estrutura da liga refundida sofreu grande redução em relação ao tamanho inicial de grãos, indicando eficiente recristalização em todos os casos. Esta redução foi de 988 % em média, sendo de 476 % para a liga inicialmente refinada e 1295 % para a liga grosseira, mostrando a mesma tendência, já verificada para TDS, de aumento da razão de redução do diâmetro dos glóbulos com o aumento do tamanho inicial de grãos. No caso de refundidos obtidos por TSV, há uma dependência das dimensões nos glóbulos refundidos ao tamanho inicial de grãos e ao grau de deformação, tanto

para ligas refinadas quanto para grosseiras. Tamanho inicial de grãos menor e maior grau de deformação imposto ao material levam à produção de glóbulos menores,

⇒ quanto ao fator de forma nas estruturas reofundidas - pode-se observar valores ligeiramente menores para as estruturas reofundidas obtidas a partir da liga refinada, em relação à liga com grãos grosseiros, mas parece não depender do grau de deformação imposto, para um mesmo tamanho inicial de grãos. Estes resultados refletem a observação feita na análise microestrutural, de que em todas as condições de testes ocorreu recristalização dos grãos, com a obtenção de reofundidos globularizados. A recristalização parece menos eficiente, no entanto, nas estruturas originalmente grosseiras,

⇒ quanto à fração sólida presente na pasta reofundida - de maneira semelhante aos reofundidos obtidos por TDS, a fração sólida obtida em todos os casos é praticamente a mesma, já que a temperatura de reofundição foi constante.

A análise da TABELA 4.8, com os resultados obtidos para estruturas reofundidas por TDS após 300 s de manutenção na temperatura de reofundição, mostra que:

⇒ Quanto ao diâmetro médio de glóbulos reofundidos - os resultados obtidos após manutenção na temperatura de reofundição por 300 s mostram as mesmas tendências verificadas em relação às amostras obtidas por TDS: o aumento do diâmetro médio, em relação ao tempo de tratamento de 0 s e um aumento de maior proporção nos valores do desvio padrão, observando-se um espalhamento da curva de distribuição, indicando a atuação preferencial de mecanismos de coalescimento no crescimento dos glóbulos,

⇒ quanto ao fator de forma - o aumento do tempo de reofundição leva à homogeneização do fator de forma, isto é, à complementação da globularização da estrutura,

⇒ quanto à fração sólida presente na pasta reofundida - pode-se observar que o aumento do tempo de manutenção à temperatura de reofundição produz uma redução na fração sólida da pasta, aproximando-se às condições de equilíbrio, onde é previsto um valor de 0,30.

As estruturas refundidas por TSV foram caracterizadas quantitativamente em termos do perfil de distribuição de Cu presente na fase primária globular. Nas microestruturas apresentadas (vide FIG. 4.28) pode-se notar a homogeneidade de coloração no interior da fase, indicando a ausência de gradiente de Cu.

A FIGURA 4.32 e a TABELA 4.9 apresentam resultados típicos de microanálise para o levantamento do perfil de distribuição de Cu ao longo de glóbulos da estrutura refundida por TSV. Observa-se a ausência de microsegregação, com a apresentação de um perfil plano de teores de soluto no interior dos glóbulos, e a elevação desses teores nas regiões interglobulares.

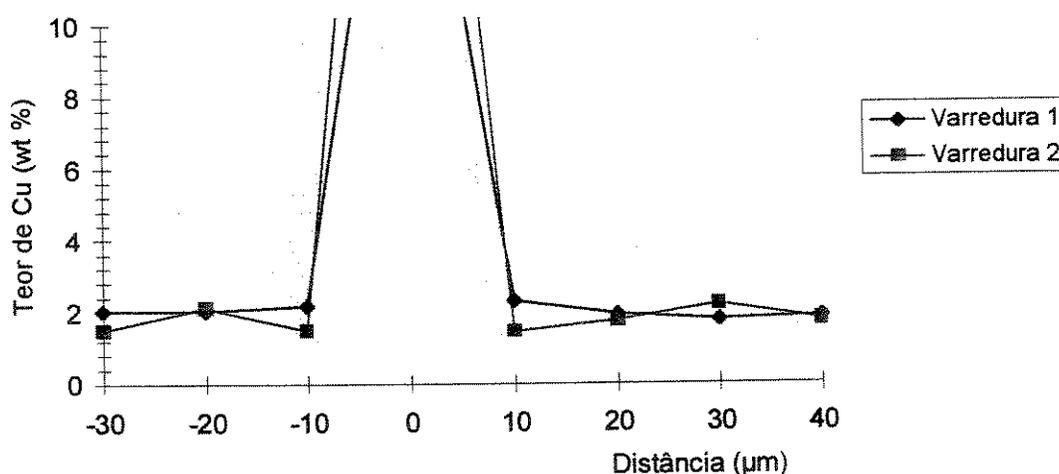


Figura 4.32 - Perfil do teor de Cu na fase primária presente em refundidos obtidos por TSV. A origem do eixo das abscissas coincide com o contorno entre dois glóbulos.

Tabela 4.9 - Teor de Cu na fase primária de refundidos obtidos por TSV em função da distância de contorno. A posição 0 coincide com o contorno.

Posição (μm)	Teor de Cu (%)							
	-30	-20	-10	0	10	20	30	40
Varredura 1	2,05	2,03	2,19	20,04	2,34	1,94	1,80	1,89
Varredura 2	1,51	2,12	1,5	29,82	1,48	1,76	2,23	1,79

A origem das abscissas coincide com o contorno interglobular, notando-se o perfil plano do teor de Cu no interior dos glóbulos, revelando a ausência de microsegregação. Este teor é menor que na estrutura bruta de fusão, porém maior, em média, que nas amostras obtidas por

TDS, pois parte do Cu está contido nas partículas da segunda fase presentes na matriz de Al- α . Como conseqüência, o teor de Cu presente em contornos interglobulares de reofundidos obtidos por TSV diminui.

Os precipitados maiores presentes no interior dos glóbulos foram analisados, apresentando teores altos de Cu e forte presença de ferro, com composição típica de 56 % de Al, 41 % de Cu e 3 % de Fe. São provenientes, provavelmente, dos grandes precipitados encontrados em algumas amostras envelhecidas, que sempre estavam acompanhados por intermetálicos com presença de Fe.

4.4.3 - Influência dos parâmetros de processo na estrutura reofundida

A. Tamanho inicial de grãos

A influência do tamanho inicial de grãos sobre o diâmetro médio equivalente da estrutura reofundida por um tempo de 0 s está mostrada graficamente na FIGURA 4.33. A variação do diâmetro médio dos glóbulos em função do aumento do tamanho inicial de grãos foi de 31 %. As amostras deformadas 45 % sofreram uma variação de 27 %, enquanto as amostras deformadas 80 % variaram 36 %, mostrando que a liga mais deformada é mais sensível à variação do tamanho inicial de grãos. Os resultados indicam que o tamanho prévio de grãos interfere também na recristalização, mesmo com a matéria prima no estado superenvelhecido.

No caso de reofundidos por TSV, o tamanho inicial de grãos tem pequena influência sobre o fator de forma, como já foi notado. Para reofundidos obtidos a partir de matéria prima com grãos refinados, o fator de forma médio é de 1,7, enquanto reofundidos produzidos a partir da liga grosseira apresentam valor médio de 1,95, considerando-se um tempo de manutenção à temperatura de reofundição de 0 s. Esta pequena diferença deve-se às regiões dos reofundidos a partir de liga grosseira onde a recristalização não foi completa.

Quanto à fração sólida, como já foi assinalado, não sofre influência do tamanho de grãos inicial, já que depende apenas da temperatura de reofundição.

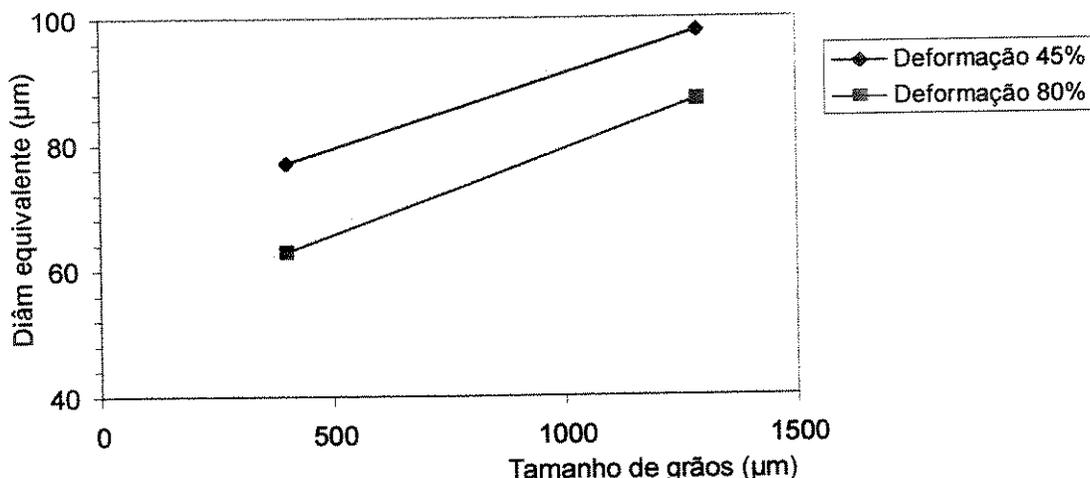


Figura 4.33 - Variação do diâmetro médio dos glóbulos de pastas refundidas obtidas por TSV em função do tamanho inicial dos grãos da matéria prima, para tempo de 0 s.

B - Grau de deformação

A FIGURA 4.34 mostra a variação do diâmetro médio dos glóbulos dos refundidos produzidos por TSV em função dos graus de deformação utilizados, para tempos de tratamento de 0 s. O aumento do grau de deformação resultou numa redução média do diâmetro de glóbulos em 14 %. A variação do diâmetro de glóbulos no refundido obtido a partir de material refinado foi de 17 %, e no refundido obtido a partir da liga com grãos grosseiros foi de 11 %. As estruturas refundidas por TSV mostram, portanto, dependência do grau de deformação à que as amostras são submetidas. Estes resultados estão de acordo com pesquisas na área de recristalização de grãos de ligas com partículas dispersas de segunda fase. Segundo WERT (1981), a densidade de grãos recristalizados em liga 7075 passa a apresentar saturação apenas para reduções por laminação maiores que 85 %.

O fato da liga previamente refinada produzir refundidos com variação no diâmetro globular proporcionalmente maior que a liga grosseira, quando há aumento de deformação, mostra que há influência tanto do grau de deformação quanto do tamanho inicial de grãos nos mecanismos de globularização. É provável que o fenômeno de “nucleação estimulada por partículas” (PSN) tenha ocorrido com maior intensidade para o caso da liga refinada e com maior deformação, provocando uma redução mais acentuada do diâmetro equivalente dos glóbulos.

O grau de deformação não exerce influência sobre o fator de forma, confirmando a boa globularização ocorrida para os dois níveis de deformação aplicados.

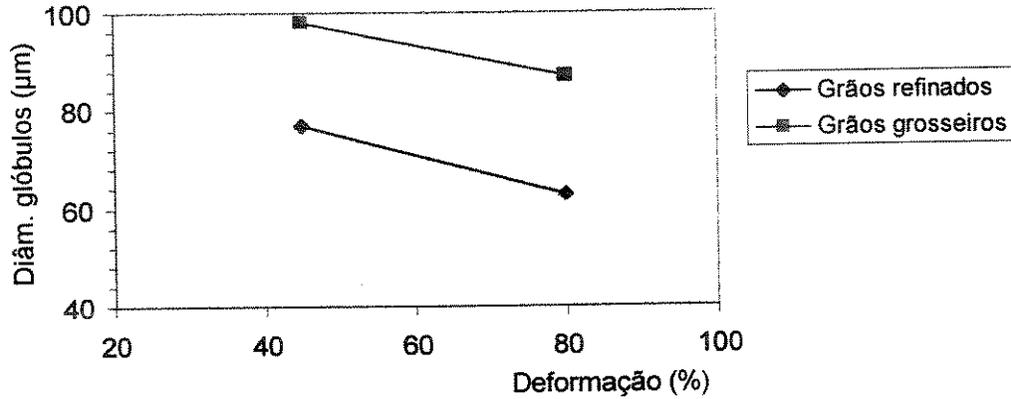


Figura 4.34 - Variação do diâmetro médio de glóbulos de pastas reofundidas obtidas por TSV em função da deformação prévia na matéria prima. Tempo de tratamento de 0 s.

C. Tempo de manutenção à temperatura de reofundição

A comparação entre os resultados mostrados nas TABELAS 4.6 e 4.7 permite estabelecer o efeito do tempo de manutenção à temperatura de reofundição sobre estruturas reofundidas. A FIGURA 4.35 mostra estes resultados de forma gráfica.

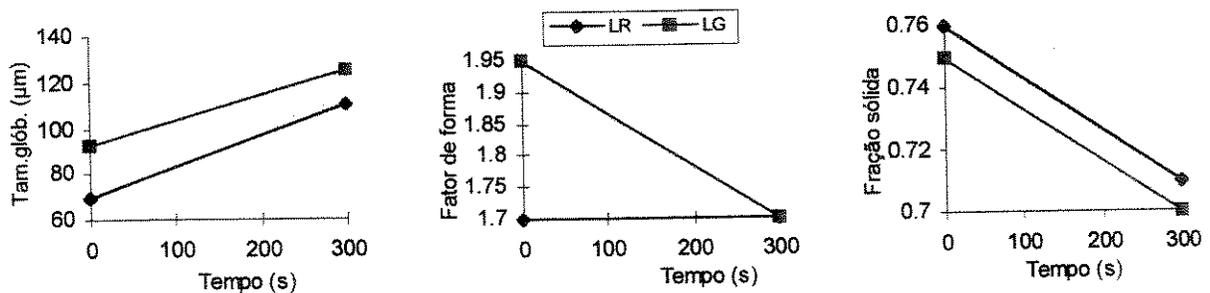


Figura 4.35 - Variação do diâmetro globular, fator de forma e fração sólida em função do tempo de manutenção à temperatura de reofundição de liga produzida por TSV; onde LR indica liga refinada e LG liga grosseira.

Quanto ao tamanho de glóbulos, observa-se um aumento médio de 57 % nos reofundidos produzidos de liga refinada, enquanto nos reofundidos a partir de liga grosseira o crescimento foi de 35 % em média. Observa-se, novamente, taxa de crescimento maior para os reofundidos produzidos a partir de estruturas inicialmente refinadas, isto é, estruturas que produziram, com 0 s, os menores glóbulos.

Quanto ao fator de forma, o efeito do tempo de manutenção à temperatura de reofundição é o de convergir para o valor médio de 1,7, mostrando que, após 300 s de tratamento térmico na temperatura de reofundição, a fase primária está homogeneamente globularizada.

Quanto à fração sólida, ocorreu uma redução devido à continuidade de fusão de sólido rico em soluto, presente na periferia dos glóbulos. Com a manutenção por mais 300 s na zona pastosa os valores de fração sólida obtidos aproximaram-se mais daquele calculado pela equação de Scheil, refletindo uma situação mais próxima do equilíbrio.

4.4.4 - Mecanismos de reofundição por TSV

Neste item serão discutidos os possíveis mecanismos, ou etapas de um mecanismo, que dão origem a pastas reofundidas com estrutura globular a partir de ligas que sofrem tratamento térmico de solubilização e superenvelhecimento.

As estruturas reofundidas obtidas em todas condições testadas, já globulares e com dimensões de glóbulos significativamente inferiores aos tamanhos iniciais de grãos da matéria prima, leva à suposição de que o mecanismo fundamental na formação de estruturas reofundidas é a recristalização e separação de grãos, dando origem aos glóbulos na pasta reofundida. Os ensaios preliminares de recristalização, sem fase líquida, mostraram que ocorre formação de novos grãos nas amostras envelhecidas, provavelmente nucleados pelas partículas dispersas de precipitados, compostos intermetálicos presentes, contornos de grãos remanescentes e outros substratos.

Na temperatura de recristalização, cerca de 573 K para a liga Al-Cu, as fases α e θ estão presentes. Com o aquecimento da estrutura superenvelhecida para reofundição, ao atravessar a linha *solvus* a fase θ não é solubilizada devido ao aquecimento rápido. Este sistema de equilíbrio instável tem alta energia, e com a manutenção do aquecimento além da temperatura *solidus*, onde o estado de equilíbrio do sistema é fase α + líquido, o Cu presente nas partículas precipitadas mais próximas aos contornos provavelmente difunde rapidamente para eles, formando líquido rico em Cu, abaixando a energia interna do sistema e resultando em regiões livres de precipitados junto aos contornos. Com a formação de uma fase líquida, os grãos recristalizados se separam, constituindo-se nos glóbulos da fase primária, obtendo-se assim uma pasta com estrutura reofundida típica.

A principal observação que dá apoio a esta sugestão é a existência de faixa na fase primária, ao longo de contornos, sem a presença de partículas precipitadas. Os ensaios de recristalização a 893 K, isto é, sem a formação de líquido, resultaram em estruturas de grãos recristalizados sem a presença dessas faixas. Como estes ensaios são feitos a temperaturas

inferiores à *solidus*, uma explicação razoável para o surgimento de regiões com ausência de precipitados nos refundidos é a difusão de Cu para os contornos, quando a liga está na zona pastosa, com a conseqüente formação da fase líquida. Os anéis em torno de precipitados no interior de glóbulos da estrutura reofundida (FIG. 4.28) mostram a ocorrência de difusão de Cu na matriz, a partir dos precipitados, durante a reofundição.

A nucleação de grãos recristalizados deve ocorrer em regiões com alta deformação localizada devido à presença de precipitados incoerentes na matriz submetida à deformação, sendo responsáveis por alta taxa de nucleação. Grãos nucleados nestas regiões tendem a crescer até se encontrarem e coalescer, se a distância interpartículas for pequena, levando à incorporação de precipitados no seu interior antes da formação de fase líquida. Com a presença de líquido em contornos, difusão de Cu pode ocorrer nesta direção, segundo descrição anterior, levando à formação da estrutura reofundida observada. A FIGURA 4.36 apresenta esquematicamente este mecanismo proposto.

4.5 - Análise comparativa entre os processos de reofundição por TDS e TSV

A seguir é feita uma análise comparativa entre os dois processos de reofundição testados neste trabalho: por tratamento simples de estruturas deformadas a frio e o proposto tratamento de estruturas superenvelhecidas e deformadas.

Em primeiro lugar, as microestruturas apresentadas anteriormente mostraram, de maneira geral, que por TDS de ligas refinadas podem ser obtidos refundidos globulares para qualquer grau de deformação, enquanto que o uso de matéria prima com grãos grosseiros pode não promover a globularização da estrutura.

Estruturas refinadas produzem glóbulos de pequenas dimensões mesmo para 45 % de deformação prévia na matéria prima; enquanto para matéria prima com grãos grosseiros, o diâmetro de glóbulos obtido é dependente do grau de deformação aplicado. Este resultado leva à obtenção de estruturas reofundidas heterogêneas em diferentes regiões do produto.

Estes resultados podem ser atribuídos a dois diferentes mecanismos de globularização: recristalização e engrossamento dendrítico. No caso de prevalecer engrossamento, estruturas grosseiras e não globulares são produzidas.

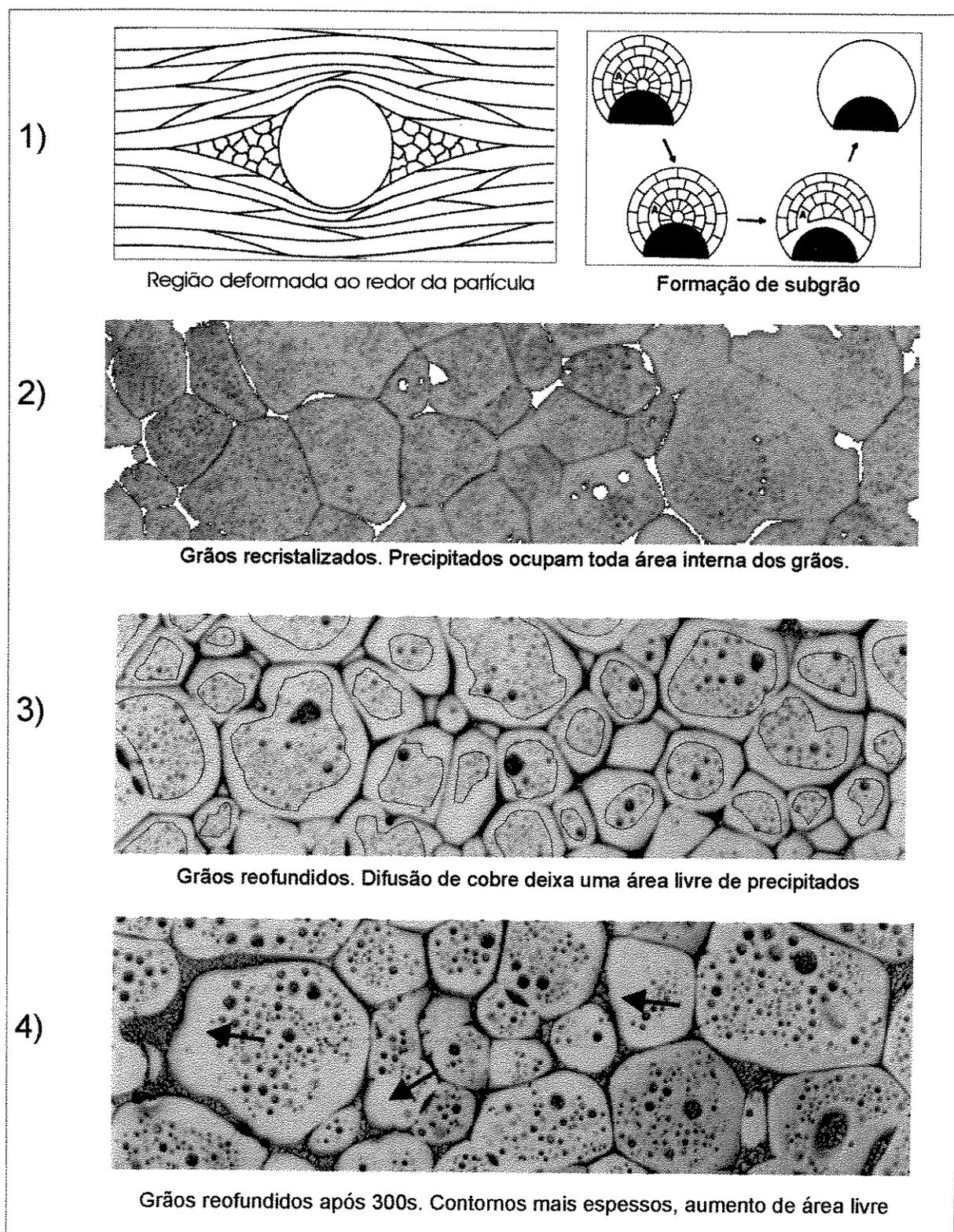


Figura 4.36 - Esquema ilustrativo do mecanismo proposto de formação de pastas reofundidas a partir de ligas envelhecidas: 1) recristalização a partir de precipitados; 2) formação de glóbulos por coalescimento de grãos recristalizados; 3) fusão dos contornos, separação dos grãos e difusão de Cu para os contornos; 4) pasta reofundida obtida.

As microestruturas refundidas obtidas a partir de TSV, por sua vez, apresentaram, em todas as condições, estruturas globulares e de menores tamanhos de glóbulos que os obtidos por TDS. Além disso, microestruturas mais homogêneas em todas as regiões do produto são obtidas.

Estes resultados indicam a praticamente exclusiva atuação de mecanismos de recristalização na formação da estrutura refundida. Neste caso, as melhores condições de reofundição (menor tamanho de glóbulo na pasta) foram obtidas para a situação de maior estímulo à recristalização: maior deformação prévia, menor tamanho de grão original e maior dimensão de precipitados.

Uma outra diferença entre estruturas refundidas por TDS e TSV é a presença de precipitados CuAl_2 no interior da fase globular da pasta. Sua influência nas propriedades de escoamento e propriedades mecânicas finais do refundido precisa ser determinada.

Algumas análises quantitativas comparativas entre refundidos por TDS e TSV são feitas a seguir. O gráfico da FIGURA 4.37 apresenta esquematicamente o efeito do tipo de processo de reofundição no diâmetro médio de glóbulos obtido na pasta refundida. Para as amostras deformadas 45 %, o TSV provocou uma redução média de 13 % no diâmetro médio da estrutura refundida, em relação ao TDS; para as amostras deformadas 80 %, a redução média foi de 21 %.

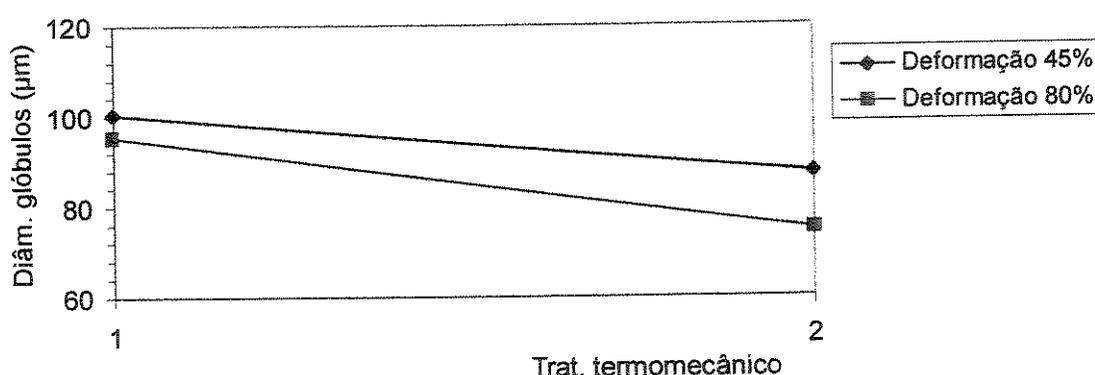


Figura 4.37 - Efeito de tipo de tratamento termomecânico sobre o diâmetro médio de glóbulos de refundidos obtidos por TDS (1) e TSV (2), para cada grau de deformação utilizado.

O efeito do tratamento termomecânico, levando-se em conta a variação do tamanho inicial de grãos, pode ser verificado na FIGURA 4.38. Enquanto que para refundidos obtidos a partir de ligas refinadas não há variação significativa do diâmetro dos glóbulos com

a mudança de tratamento termomecânico, as ligas com grãos grosseiros produziram, por TSV, refundidos com diâmetro de glóbulos 24 % menor em média. Isto é, o TSV exerce uma influência bem maior no refundido obtido quando o tamanho inicial de grãos é maior. Este resultado novamente mostra o papel fundamental da recristalização na promoção de estruturas refundidas de boa qualidade, com glóbulos de pequenas dimensões.

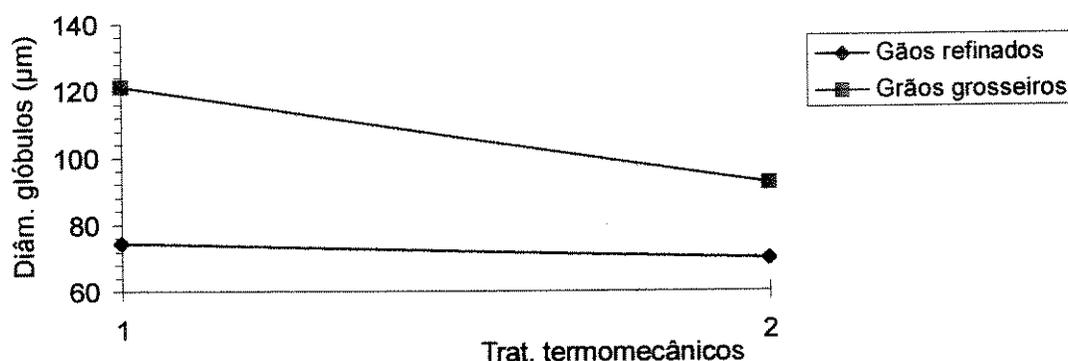


Figura 4.38 - Efeito do tratamento termomecânico sobre o diâmetro médio de glóbulos de refundidos obtidos por TDS (1) e TSV (2), para cada tamanho inicial de grãos utilizado.

A influência de cada condição de teste sobre o diâmetro equivalente dos glóbulos das estruturas refundidas obtidas, em função dos tipos de tratamentos termomecânicos utilizados, está mostrada graficamente na FIGURA 4.39, onde LR refere-se às ligas com grãos refinados e LG às ligas com grãos grosseiros.

Pode-se notar resultados em geral mais favoráveis às amostras envelhecidas. O teste estatístico de comparação entre médias, mostrou que as diferenças entre os resultados obtidos nos dois tratamentos termomecânicos em cada condição de ensaio são significativas, com exceção da condição de grãos refinados e deformados 45 %, onde os resultados são equivalentes.

A TABELA 4.10 apresenta as variações do diâmetro médio ($\bar{\phi}_i$) relativas a cada condição de ensaio, tendo como base o tratamento TDS. Os resultados mostram que o maior efeito da variação de tratamento termomecânico ocorreu nos refundidos obtidos a partir de matéria prima com estrutura grosseira. Nestes, a redução do diâmetro é atribuída exclusivamente ao efeito do tratamento, já que o efeito da deformação é igual nos dois casos, isto é, as retas [LG, 45%] e [LG, 80%] são praticamente paralelas.

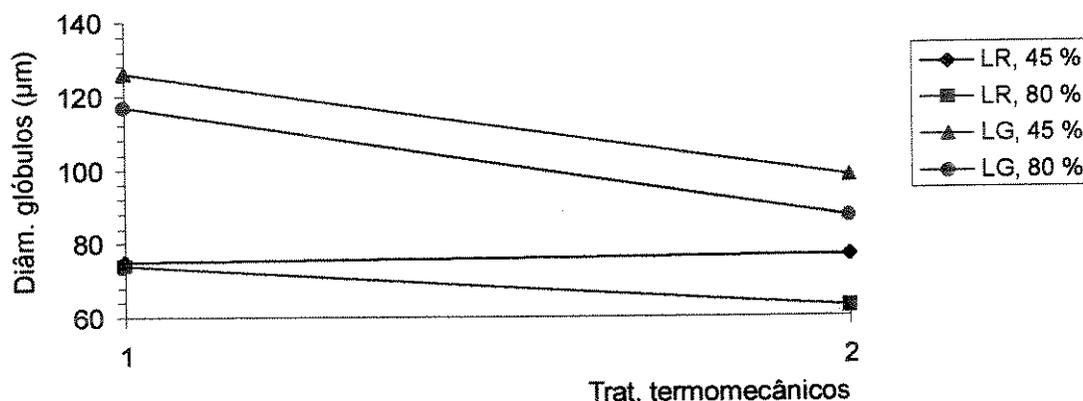


Figura 4.39 - Efeito do tratamento termomecânico sobre o diâmetro médio de glóbulos de reofundidos obtidos por TDS (1) e TSV (2), para todas condições de ensaio. LR refere-se à liga refinada e LG à liga grosseira.

A variação de tratamento não exerceu efeito sobre o reofundido obtido a partir de liga refinada deformada 45 %. Segundo HUMPHREYS (1977), uma deformação mínima de 65 % deve ser aplicada para que o efeito da nucleação estimulada por partículas seja eficiente, resultando em grãos recristalizados menores. O melhor resultado absoluto foi obtido com a liga de grãos refinados, envelhecida e deformada 80 %, que forneceu reofundidos com diâmetro de glóbulos de 63 µm. Como já foi notado, esta foi, provavelmente, a condição de ensaio mais favorável à nucleação estimulada por partículas de segunda fase, propiciada pelo elevado grau de deformação. Por outro lado, o pior resultado absoluto, isto é, a maior dimensão de glóbulos, foi obtido no reofundido obtido por TDS, produzido a partir de ligas com grãos grosseiros e reduzida deformação.

Tabela 4.10 - Variação do diâmetro médio de glóbulos das estruturas reofundidas por TSV em relação ao diâmetro médio de glóbulos das estruturas reofundidas por TDS.

Condição de ensaio	Variação do diâmetro médio ($\frac{\phi_2 - \phi_1}{\phi_1} \times 100$) (%)
LG, 45 %	22
LG, 80 %	26
LR, 45 %	-3
LR, 80 %	15

O fator de forma medido mostra situações equivalentes entre os reofundidos obtidos da liga fundida e da liga envelhecida, com exceção daquele obtido a partir de liga com grãos

grosseiros e deformada 45 %. Neste caso, o fator de forma medido nos reofundidos a partir da liga no estado fundido é 2,8, enquanto o valor para o reofundido da liga envelhecida é 2,0. Esta diferença é atribuída ao fato de que no primeiro a recristalização foi parcial, com muitos glóbulos formados a partir do engrossamento de dendritas, diminuindo sua esfericidade. Nos demais casos, a recristalização de grãos a partir de estruturas deformadas proporcionou a formação de glóbulos mais esféricos nos dois tratamentos utilizados, independentemente do nível de deformação aplicado.

Como resultado geral, pode-se dizer que a rota alternativa TSV proposta pode trazer significativas vantagens sobre a reofundição por simples tratamento térmico de estruturas deformadas: estruturas mais esferoidizadas e com glóbulos de menores dimensões podem ser produzidos.

CAPÍTULO 5

Conclusões e sugestões

5.1 - Sobre os processos de obtenção de refundidos utilizados

- Os resultados obtidos neste trabalho mostram a viabilidade da utilização de tratamentos termomecânicos para a obtenção de estruturas refundidas por Fusão Parcial Controlada. Tanto o tratamento de deformação de estruturas fundidas (TDS), já conhecido, quanto o tratamento de solubilização e envelhecimento de ligas dendríticas seguido por deformação (TSV), proposto neste trabalho, produziram refundidos com fase primária globularizada e de pequenas dimensões.

- TSV acarreta, de modo geral, estruturas refundidas com glóbulos mais esféricos e de menores dimensões que os obtidos por TDS. Foram conseguidas reduções médias, em relação ao tamanho inicial de grãos, de 764 % no diâmetro de glóbulos de refundidos obtidos por TDS e 988 % quando obtidos por TSV. Esta redução é mais acentuada, nos dois casos, quando parte-se de estruturas dendríticas grosseiras.

- Embora o tratamento proposto (TSV) produza refundidos com fase primária mais globular e refinada quando comparado com TDS, apresenta, em relação a este, a desvantagem de ser necessária uma operação adicional, acarretando aumento de custo de processo. Um balanço entre vantagens e desvantagens apresentadas deve ser feito em cada caso específico.

5.2 - Efeito dos parâmetros de processamento

- Quanto ao tamanho inicial de grãos da matéria prima: a redução do tamanho inicial de grãos leva à redução do tamanho de glóbulos obtido na pasta refundida. A razão de redução,

no entanto, depende do tipo de tratamento utilizado. No TDS a redução é de 39 %, enquanto no TSV este valor é de 24 %, quando se reduz o tamanho inicial de grãos em 69 %.

- Quanto ao grau de deformação prévio da matéria prima: Os refundidos obtidos por TDS não sofreram alteração no diâmetro de glóbulos em função do aumento da deformação de 45 % para 80 %, enquanto refundidos produzidos por TSV mostraram-se dependentes da variação do grau de deformação: A redução média do diâmetro de glóbulos em função do aumento de deformação foi de 14 %. Portanto, na produção de refundidos da liga Al-3,35wt%Cu por TDS não é interessante a utilização de graus de deformação acima do nível mínimo estudado, enquanto no caso de refundidos produzidos por TSV pode-se aumentar o grau de deformação além destes níveis, para se conseguir diâmetros de glóbulos ainda menores.

- Quanto à influência do tipo de tratamento termomecânico aplicado às amostras: observou-se que em todas as condições testadas os diâmetros de glóbulos dos refundidos obtidos por TSV foram menores, com exceção para a condição de liga refinada e deformada 45 %, com resultados equivalentes. A redução média do diâmetro de glóbulos dos refundidos obtidos por TSV, em relação aos obtidos por TDS, foi de 17 %.

- Quanto ao tempo de tratamento de refundição: O aumento do tempo de refundição, de 0 para 300 s, resulta no crescimento dos glóbulos por mecanismos de coalescimento para os dois tratamentos testados, da ordem de 38 %; e numa redução do fator de forma da ordem de 10,5 %, indicando maior globularização da fase primária.

- A fração sólida apresentou resultados equivalentes em todas as condições testadas, visto que a temperatura de refundição foi mantida constante, porém sofreu uma redução com o aumento do tempo de refundição, aproximando-se da condição de equilíbrio, calculada pela equação de Scheil (0,7).

- Pode-se concluir, de maneira geral, que a aplicação do tratamento termomecânico alternativo proposto, TSV, é mais vantajosa que o TDS nas condições de ligas com grãos grosseiros e quando podem ser aplicados altos graus de deformação, produzindo-se refundidos com glóbulos mais esféricos e refinados.

5.3 - Mecanismos envolvidos

- Nos refundidos obtidos por TDS, houve atuação de dois tipos de mecanismos de globularização da fase primária: por engrossamento dendrítico e por recristalização e separação de grãos. O primeiro foi preponderante nas amostras e regiões submetidas a baixos graus de deformação, insuficientes para fornecer a energia interna necessária para a ocorrência de recristalização; e o segundo foi preponderante nas amostras e regiões onde a deformação aplicada foi suficiente para que ocorresse recristalização de grãos.

- Nos refundidos obtidos por TSV, o mecanismo preponderante foi, em todos os casos, o de recristalização de grãos e sua separação pela fase líquida formada na zona pastosa, resultando em refundido mais homogêneo e totalmente globularizado, com dimensões de glóbulos menores.

5.4 - Sugestões para trabalhos posteriores

- Estudo da influência da composição de liga, envolvendo teores maiores de Cu e ligas de Al-Si, sobre a intensidade de recristalização dos materiais submetidos a TSV.

- Estudo do efeito do aumento do grau de deformação sobre as dimensões dos glóbulos de ligas refundidas por TSV.

- Estudo da influência de outros parâmetros de processo, como taxa de aquecimento na reofundição e modos de deformação (laminação e forjamento), sobre refundidos obtidos por Fusão Parcial Controlada.

- Ensaios comparativos de tixoconformação entre refundidos obtidos por TSV e pelos processos convencionais.

- Estudo da influência da microestrutura de ligas refundidas por TSV sobre as propriedades mecânicas do produto obtido.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALUMINIUM PECHINEY. *Althix® Billets*. Catálogo técnico, Compiègne, April, 1996, 8p.
- BROOKS, R. G., MOORE, C., LEATHAN, A. G., COOMBS, J. S. *Powder metallurgy*. London: The Metals Society, 1977. P.100-102: The Osprey process.
- BUBENIK, Rubens. *Projeto e construção de equipamento eletromagnético para a produção de matéria prima para tixotomografia de ligas metálicas*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1998. 123 p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Mecânica).
- CAHN, R. W. Recovery and recrystallization. In: CAHN, R. W., HAAGEN P. (Ed.). *Physical Metallurgy*. 3.ed. Amsterdam: North-Holland Physics Publishing, 1983. V.2, Cap. 25, p.1596-1671.
- COTTERIL, P., MOULD, P. R. *Recrystallization and grain growth in metals*. 1. Ed. New York: John Wiley & Sons, 1976. p.5-18, 181-244.
- COTTRELL, A. H. *Dislocations and plastic flow in crystals*. Oxford: Clarendon Press, 1953. 223 p. Cap. V: Work hardening, annealing, and creep, p.151-213.
- DECKER, R. F. Net shape metals and MMC's produced by thixomolding. *Materials Processing Report*, v.5, n.9, p.1-2, Dec. 1989.
- CROCKET, M. J., DAVIES, A. R., WALTERS, K. *Numerical Simulation of Non-newtonian Flow*. Amsterdam: Elsevier Science Publisher, 1985, p. 1-7.
- DOHERTY, R. D. Nucleation of recrystallization in single phase and dispersion hardened polycrystalline materials In: RISO INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE, 1, 1980, Roskild. *Proceedings ...* Roskild: Riso National Laboratory, 1980. p. 57-69.

- DOHERTY, R.D., LEE, Ho-In, FEEST, E. A. Microstructure of stir-cast metals. *Materials Science and Engineering*, Lausanne, v.65, n.1, p.181-189, Jan. 1984.
- DOHERTY, R. D., MARTIN, J. W. The effect of a dispersed second phase on the recrystallization of Aluminium-Copper alloys. *Journal of the Institute of Metals*, v. 9, 1962-63, p. 332-338.
- FLEMINGS, Merton C. Behaviour of metal alloys in the semisolid state. *Metallurgical Transactions A*, New York, v. 22A, n. 5, p.957-981, May 1991
- GABATHULER, J. P. Evaluation of various processes for the production of billets with thixotropic properties. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMISOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 2, 1992, Cambridge. *Proceedings...* Cambridge: 1992, p.33-46.
- GENDA, Gu, YUYON, Chen, GEING, An. Mechanism of coarsening of dendrite during solidification. In: SOLIDIFICATION PROCESSING CONFERENCE. 1987, Sheffield. *Proceedings...* London: 1987, p.416-419.
- HUMPHREYS, F. J. The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed Alluminium. *Acta Metallurgica*, v. 25, n. 11, p.1323-1344, Nov. 1977.
- HUMPHREYS, F. J. Recrystallization mechanisms in two phase alloys. *Metal Science*, p.136-145, Mar.-Apr. 1979
- HUMPHREYS, F. J. Nucleation of recrystallization in metals and alloys with large particles. In: RISO INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE, 1, 1980, Roskild. *Proceedings ...* Roskild: Riso National Laboratory, 1980. p.35-43.
- HUMPHREYS, F. J. & JENSEN, D. JUUL Structure and texture evolution during the recrystallization of particle containing materials. In: RISO INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE, 7, 1986, Roskild. *Proceedings ...* Roskild: Riso National Laboratory, 1986. p.93-106.
- ITT CORPORATION, New York, Kenneth P. Young, Curtis P. Kyonka, James A. Courtois. *Fine grained metal composition*. C.I. C22F ¼. USA n. 4.415.374, mar. 30 1982, Nov. 15 1983. *Metals Handbook, Casting*. 9 ed. 1988, v.15, Molding and casting processes

- JOLY, P. A., MEHRABIAN, R. The rheology of a partially solid alloy. *Journal of Materials Science*, London, v.11, n.8, p.1393-1418, Aug. 1976.
- KAHLWEIT, M. On the ageing of dendrites. *Scripta Metallurgica*, New York, v.5, n.2, p.251, May, 1968.
- KAPRANOS, P., KIRKWOOD, D. H., SELLARS, C. M. The microstructure of thixotropic alloy slurries. In: EUROPEAN CONFERENCE ON ADVANCED MATERIALS AND PROCESSES, 3, 1993, Paris. *Journal de Physique IV*. V3, C7, Nov. 1993. p.835-840.
- KAPRANOS, P., KIRKWOOD, D. H., SELLARS, C. M. Semi-solid processing of tool steel. In: EUROPEAN CONFERENCE ON ADVANCED MATERIALS AND PROCESSES, 1, 1989, Aachen. *Proceedings...* Oberursel: Ed. Exner, 1990. p.165-168.
- KATTAMIS, T. Z., COUGHLIN, J. C., FLEMINGS, M. C. Influence of coarsening on dendrite arm spacing of aluminium-copper alloys. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, New York, v.239, n. 10, p.1504-1511, Oct. 1967.
- KENNEY, M. P., COURTOIS, J. A., EVANS, R. D., FARRIOR, G. M., KYONKA, C. P., KOCH, A., YOUNG, K. P. Semisolid metal casting and forging. In: *Metals Handbook*, Casting. 9 ed. 1988, v.15, Moulding and casting processes. p.327-338.
- KIRKWOOD, D. H. Semisolid metal processing. *International Material Reviews*, London, v.39, n.5, p.173-189, May 1994.
- LEE, H. I., DOHERTY, R. D., FEEST, E. A., TICHMARSH, J. M. Structure and segregation of stir-cast aluminium alloys. In: SOLIDIFICATION TECHNOLOGY IN THE FOUNDRY AND CASTHOUSE, 1980, Warwick. *Proceedings...* London: The Metals Society, 1980. p.119-125.
- LOUÉ, W. R., SUÉRY, M. Microstructural evolution during partial remelting of Al-Si7Mg alloys. *Materials science and engineering A*, Lausanne, v. A203, n. 1, p.1-13, Jan. 1995.
- MARTIN, J. W., DOHERTY, R. D. *Stability of microstructures in metallic systems*. 1. ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1976. 298p. Cap. 4: Microstructural instability due to interfaces, p.154-243.
- McCARTNEY, D. G. Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants. *International Materials Reviews*, London, v.34, n.5, p.247-260, may 1989.

- MILLER, I., FREUND, John E. *Probability and statistics for engineers*. 2. ed. New Jersey: Prentice-Hall Inc., 1977. 529p. Cap. 7: Inferences concerning means, p.180-214.
- MONDOLFO, L. F. *Aluminium alloys: Structure and properties*. London: Butterworth & Co., 1976. Part 2: Binary alloys, p.211-416.
- MONTEL-ROVIRA, M. M., ROBERT, M. H. Obtenção de pastas reofundidas por Fusão Parcial Controlada de estruturas super-refinadas. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 12, 1996, Águas de Lindóia. *Anais...* São Paulo: ABC, ABM, ABPol, 1996. P.660-663.
- MOSCHINI, R. Mass production of fuel rails by pressure die casting in the semi-solid state. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 4, 1996, Sheffield. *Proceedings...* London: 1996. p.248-250.
- PAILLARD, P., HUMPHREYS, F. J., The influence of particle distribution on the recrystallization of Al-4%Cu Alloys. *Materials Science Forum*, Switzerland, v.217-222, fasc.1, p.511-516, 1996.
- PILLING, J., HELLAWELL, A. Mechanical deformation of dendrites by fluid flow. *Metallurgical and Materials Transactions A*, New York, v. 27A, n. 1, p.229-232, Jan. 1996.
- PINNA, F. Development of aluminium innovative materials for application in the transportation field. In: CONFERENCE ON MATERIALS DEVELOPMENT IN RAIL, TIRE, WING, HULL TRANSPORTATION, 1992, Genoa. *Proceedings...* Milano: Associazione Italiana di Metallurgia, 1992. P.57-70.
- REEVES, J. J., KATTAMIS, T. Z. A model for isothermal dendrite coarsening. *Scripta Metallurgica*, Oxford, v. 5, n. 3, p. 223-230, Mar. 1971
- ROBERT, Maria Helena. *Proposição de um novo processo para a obtenção de pastas metálicas reofundidas*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP. 1989, 151 p. (Tese, Livre Docência em Engenharia Mecânica).
- ROBERT, M. H., KIRKWOOD, D. H. Alloy slurry formation by partial melting. In: CONFERENCE ON THE SOLIDIFICATION OF METALS, 1988, *Proceedings...*, 1988, p.373-376.

- ROBERT, M. H. Partial melting as an efficient method to produce rheocast alloy slurries. *Transactions of the Japan Foundrymen's Society*, Tokyo, v.12, p.45-51, Oct. 1993.
- SANDSTRÖM, R. Recrystallization in the presence of a distribution of coarse particles. In: RISO INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE, 1, 1980, Roskild. *Proceedings ...* Roskild: Riso National Laboratory, 1980. p. 121-125.
- SHIN, D. S., LEE, J. I., LEE, J. C., LEE, H. I. Microstructural evolution of primary crystals in rheocast Al-Si alloys. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMISOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 4, 1996, Sheffield. *Proceedings...* London: 1996. p. 92-96.
- TIETMANN, A., BREMER, T., HIRT, G., KOPP, R. Preliminary results in thixoforging wrought aluminium alloys. in: INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMISOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 2, 1992, Cambridge. *Proceedings...* Cambridge: 1992, p. 170-179.
- TILLER, W. A., O'HARA, S. On the mechanisms of crystal multiplication during solidification in the presence of fluid motion: Part 2. In: CONFERENCE ON THE SOLIDIFICATION OF METALS, 1, 1967, Brighton. *Proceedings...* London: [s. n.], 1967, p.27-36.
- TURKELI, A., AKBAS, N. Formation of non-dendritic structure in 7075 wrought aluminium alloy by SIMA process and effect of heat treatment. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMISOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 4, 1996, Sheffield. *Proceedings...* London: 1996, p.71-74.
- VOGEL, A. Turbulent flow and solidification: stir-cast microstructure. *Metal Science*, London, v. 12, n. 12, p.576-578, Dec. 1978.
- VOGEL, A., DOHERTY, R. D., CANTOR, B. Stir cast microstructure and slow crack growth. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON SOLIDIFICATION AND CASTING OF METALS, 1977, Sheffield, *Proceedings...* London: TMS, 1979. p. 518-525.

- WERT, J. A., PATON, N. E., HAMILTON, C. H., MAHONEY, M. W. Grain refinement in 7075 aluminium by thermomechanical processing. *Metallurgical Transactions A*, New York. v. 12A, p.1267-1276, July 1981.
- YEH, J., JONG, S. The cast structure of a 7075 alloy produced by a Water Cooling Centrifugal Casting. *Metallurgical and Materials Transactions A*, New York, v. 25A, p. 643-650, Mar. 1994.
- YOUNG, K. P., KIRKWOOD, D. H. The dendrite arm spacings of aluminium-copper alloys solidified under steady state conditions. *Metallurgical Transactions A*, New York. v. 6 A, p. 197-205, Jan. 1975.
- ZOQUI, Eugênio José. *Obtenção e caracterização mecânico-metalúrgica da liga Al-4,5%Cu no estado reofundido*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, 1995. 248 p. (Tese, Doutorado em Engenharia Mecânica).
- ZOQUI, Eugênio José, ROBERT, Maria Helena. Contribution to the study of mechanisms involved in the formation of rheocast structure. *Journal of Materials Processing Technology*, Lausanne, 1988 (in press).

Apêndice A

Análise estatística

Abaixo estão mostrados os procedimentos estatísticos realizados para se fazer a análise dos resultados obtidos. O planejamento experimental utilizado envolveu a aleatorização completa das amostras, tanto na escolha das réplicas, quanto na seqüência de ensaios. Para garantir a validade dos resultados, dentro do intervalo de confiança estabelecido, foi aplicado o teste t de comparação entre médias obtidas, e a análise fatorial para se verificar o efeito das variáveis de influência (tamanho de grãos inicial, deformação e tipo de tratamento) sobre a variável de resposta (diâmetro médio dos glóbulos) e a existência de interação entre elas.

A. Comparação entre médias

A TABELA 1 mostra os resultados do teste t de comparação entre as médias obtidas nas diversas condições de ensaio a que as amostras foram submetidas. Os pressupostos para utilização da distribuição t são:

- Intervalo de confiança de 95 % ($\alpha = 0,005$),
- Graus de liberdade igual a 4 ($n_1 + n_2 - 2$), onde n é o tamanho da amostra,
- $t_{0,025;4} = 2,776$

- Variância estimada -
$$S = \frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2}$$
,

- $$t_0 = \frac{\bar{y}_1 - \bar{y}_2}{S\sqrt{1/n_1 + 1/n_2}}$$

Tabela 1 - Valores obtidos para a distribuição t_0 , onde: coluna A refere-se à comparação entre médias dentro de cada tratamento, com variação apenas do tamanho inicial de grãos; coluna B refere-se à comparação entre médias dentro de cada tratamento, com variação apenas da deformação; coluna C refere-se à comparação de médias entre tratamentos, com as demais condições de ensaio iguais. Valores em negrito quando $t_0 < t_{0,025,4}$.

Tratamento	Tamanho de grãos	Deformação	Diâmetro médio	Desvio padrão	A	B	C
	μm	%	μm	μm	t_0	t_0	t_0
TDS (0 s)	1290	45	126	9	8.168	1.295	4.711
TDS (0 s)	1290	80	117	8	7.896		5.811
TDS (0 s)	403	45	75	6		0.222	-0.444
TDS (0 s)	403	80	74	5			2.976
TSV (0 s)	1290	45	98	5	5.145	2.976	
TSV (0 s)	1290	80	87	4	7.350		
TSV (0 s)	403	45	77	5		3.788	
TSV (0 s)	403	80	63	4			
TDS(300 s)	1290	45	157	19	2.934	0.993	2.182
TDS(300 s)	1290	80	142	18	2.887		1.479
TDS(300 s)	403	45	116	15		0.960	0.373
TDS(300 s)	403	80	105	13			-0.272
TSV(300 s)	1290	45	128	13	1.628	0.524	
TSV(300 s)	1290	80	122	15	1.182		
TSV(300 s)	403	45	112	11		0.389	
TSV(300 s)	403	80	108	14			

Os valores de t_0 obtidos mostram se as diferenças entre as médias analisadas são significantes. Assim, por exemplo, o primeiro valor da coluna A (8,168) mostra que os resultados médios da amostra obtida por TDS, com 45 % de deformação e tamanho de grãos de 1290 μm e da amostra obtida pelo mesmo tratamento e deformação, mas com tamanho de grãos de 403 μm , têm uma diferença significativa. Por outro lado, o primeiro valor da coluna B (1,295) indica que não há diferença significativa entre o resultado médio das amostras obtidas por TDS, 45 % de deformação e tamanho inicial de grãos de 1290 μm e das amostras obtidas por TDS e mesmo tamanho inicial de grãos, mas com deformação de 80 %. A comparação entre tratamentos (coluna C) após 0 segundos na temperatura de reofundição mostra que apenas na condição de amostras com tamanho inicial de grãos de 403 μm e deformadas 45 % não há diferença significativa entre os resultados obtidos ($t_0 = -0,444$).

B. Análise fatorial

A análise fatorial é a mais adequada para este trabalho, pois envolve várias variáveis de influência e apenas dois níveis de ensaio. Foi dividida em três etapas: Nas duas primeiras, verificou-se o efeito da variação do tamanho de grãos inicial e da deformação e sua interação sobre o diâmetro médio dos glóbulos em cada tratamento e na terceira verificou-se o efeito dos tratamentos efetuados sobre o diâmetro médio dos glóbulos para cada condição de ensaio.

A TABELA 2 mostra um quadro dos resultados obtidos na refundição por TDS, adequado para a análise fatorial.

Tabela 2 - Valores de diâmetro de glóbulos em função das condições de ensaio para amostras obtidas por TDS, para cada réplica utilizada.

Tam. grãos	Deformação	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3	Soma linhas
μm	%	μm	μm	μm	
403	45	72.5	78.4	74.5	225.4
403	80	71.3	73.4	77.5	222.2
1290	45	132.8	117.0	128.3	378.1
1290	80	115.2	122.7	113.4	351.3
	Soma colunas	391.8	391.5	393.7	1177.0

A TABELA 3 mostra os resultados das somas dos quadrados efetuadas, para analisar-se os efeitos das variáveis de influência e suas interações sobre os resultados obtidos, conforme procedimento indicado por MILLER & FREUND (1977).

Tabela 3 - Valores das somas dos quadrados, quadrados médios e do teste F para os refundidos obtidos por TDS, onde: replicação é o efeito das réplicas; efeito A é o efeito do tamanho de grãos inicial; efeito B é o efeito da deformação e interação é o efeito das duas variáveis.

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Média de quadrados	teste F
Replicação	2	0.72	0.36	0.01
Efeito A	1	6622.03	6622.03	182.08
Efeito B	1	74.66	74.66	2.05
Interação	1	46.49	46.49	1.28
Erro	6	218.21	36.37	
Total	11	6962.12		

Os valores obtidos da distribuição F, para um intervalo de confiança de 95 % e 1 e 2 graus de liberdade são 5,99 e 5,14 respectivamente, mostrando que apenas a variação do tamanho de grãos inicial exerce um efeito sobre o diâmetro médio dos glóbulos das amostras obtidas por TDS.

As TABELAS 4 e 5 mostram os resultados para as amostras obtidas por TSV.

Tabela 4 - Valores de diâmetro de glóbulos em função das condições de ensaio para amostras obtidas por TSV, para cada réplica utilizada.

Tam. grãos	Deformação	Réplica 1	Réplica 2	Réplica 3	Soma linhas
μm	%	μm	μm	μm	
403	45	74.0	73.5	83.4	230.9
403	80	60.2	66.4	62.5	189.1
1290	45	93.4	95.6	104.9	293.9
1290	80	92.1	84.3	84.6	261.0
	Soma colunas	319.7	319.8	335.4	974.9

Tabela 5 - Valores das somas dos quadrados, quadrados médios e do teste F para os reofundidos obtidos por TSV, onde: replicação é o efeito das réplicas; efeito A é o efeito do tamanho de grãos inicial; efeito B é o efeito da deformação e interação é o efeito das duas variáveis.

Fonte variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Média de quadrados	teste F
Replicação	2	40.57	20.28	0.78
Efeito A	1	1526.99	1526.99	59.11
Efeito B	1	476.17	476.17	18.43
Interação	1	-16.41	-16.41	-0.63
Erro	6	154.99	25.83	
Total	11	2182.31		

Os resultados do teste F mostram que, no caso de ligas reofundidas obtidas por TSV, as duas variáveis de influência, tamanho de grãos inicial e deformação, exercem efeito sobre o diâmetro médio dos glóbulos, mas que não há interação entre elas.

Os resultados da análise fatorial levando-se em conta a variação de tratamentos estão mostrados na TABELA 6. Nela o efeito C diz respeito ao efeito do tratamento termomecânico.

Tabela 6 - Valores das somas dos quadrados, quadrados médios e do teste F para os refundidos obtidos, onde: replicação é o efeito das réplicas; efeito A é o efeito do tratamento termomecânico; efeito B é o efeito do tamanho de grãos inicial; efeito C é o efeito da deformação e interação é o efeito conjunto das variáveis indicadas.

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Média de quadrados	teste F
Replicação	2	26.03	13.01	0.47
Efeito A	1	1702.99	1702.99	61.37
Efeito B	1	7235.37	7235.37	260.75
Efeito C	1	456.51	456.51	16.45
Interação AB	1	901.31	901.31	32.48
Interação AC	1	83.65	83.65	3.01
Interação BC	1	9.03	9.03	0.33
Interação ABC	1	44.07	44.07	1.59
Erro	14	388.47	27.75	
Total	23	10847.43		

Neste caso os valores da distribuição F são alterados para 4,6 e 3,74, para 1 e 2 graus de liberdade respectivamente, em função da mudança do número de graus de liberdade do Erro para 14. Verifica-se que as três variáveis (tamanho de grãos inicial, deformação e tratamento termomecânico) exercem influência sobre o diâmetro médio dos glóbulos dos refundidos obtidos por TDS e TSV, bem como a interação entre o tratamento termomecânico e o tamanho inicial de grãos (efeito AB).