

# Cecilia Tereza Weishaupt Proni

# Efeito da taxa de aquecimento no desmantelamento e na globularização da microestrutura para propiciar a tixoconformação

58/2014

CAMPINAS 2014



# UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

Cecilia Tereza Weishaupt Proni

# Efeito da taxa de aquecimento no desmantelamento e na globularização da microestrutura para propiciar a tixoconformação

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

Orientador: Prof. Dr. Eugênio José Zoqui

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA TESE DEFENDIDA PELA ALUNA CECILIA TEREZA WEISHAUPT PRONI E ORIENTADA PELO PROF. DR. EUGÊNIO JOSÉ ZOQUI.

Assinatura do orientador

CAMPINAS 2014

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

 Proni, Cecilia Tereza Weishaupt, 1959-Efeito da taxa de aquecimento no desmantelamento e na globularização da microestrutura para propiciar a tixoconformação / Cecilia Tereza Weishaupt Proni. – Campinas, SP : [s.n.], 2014.
 Orientador: Eugênio José Zoqui. Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.
 1. Ligas de alumínio. 2. Fundição. 3. Viscosidade. 4. Reologia. 5. Tratamento térmico. 1. Zoqui, Eugênio José, 1965-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

#### Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Efeito da taxa de aquecimento no desmantelamento e na globularização da microestrutura para propiciar a tixoconformação Palavras-chave em inglês: Aluminum alloys Casting Viscosity Rheology Heat treatment Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação Titulação: Doutora em Engenharia Mecânica Banca examinadora: Eugênio José Zogui [Orientador] Hipólito Domingo Carvajal Fals Estéfano Aparecido Vieira Maria Helena Robert Marcos Akira d'Ávila Data de defesa: 03-07-2014 Programa de Pós-Graduação: Engenharia Mecânica

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

TESE DE DOUTORADO

## Efeito da taxa de aquecimento no desmantelamento e na globularização da microestrutura para propiciar a tixoconformação

Autora: Cecilia Tereza Weishaupt Proni Orientador: Eugênio José Zoqui

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Tese:

Prof. Dr. Eugênio José Zoqui, Presidente UNICAMP / Universidade Estadual de Campinas Prof. Dr. Hipólito Domingo Carvajal Fals UQ/Universidad de Oriente - Cuba Prof. Dr. Esterano Aparecido Vieira IFES / Instituto Federal do Espírito Santo No Profa. Dra. Maria Helena Robert UNICAMP / Universidade Estadual de Campinas 0 Prof. Dr. Marcos Akira d'Ávila

UNICAMP / Universidade Estadual de Campinas

Campinas, 3 de julho de 2014

Às minhas filhas queridas.

### Agradecimentos

Agradeço imensamente o sempre alicerce e manutenção em diversos âmbitos do meu companheiro Thiago, à oportunidade novamente ofertada e a orientação do professor Zoqui, ao apoio incondicional da colega de grupo Gabriela e aos auxílios imprescindíveis dos técnicos Miro, Zelaya e Fábio.

Tudo é possível. O impossível só demora mais tempo.

### RESUMO

A tixoconformação, processamento de ligas metálicas no estado semissólido, é essencialmente governada por três fatores: a termodinâmica e a cinética da transformação sólidolíquido, o efeito desta transformação na morfologia da fase sólida remanescente na pasta, e a combinação de ambas no comportamento reológico do material. No entanto, cada um destes fatores tem sido reportado na literatura de forma isolada. Diante das várias possibilidades existentes de alterações em parâmetros químicos e físicos para se obter uma microestrutura não dendrítica e tixoconformável, este trabalho visa avaliar o efeito da taxa de aquecimento sobre a globularização da fase primária de ligas de alumínio hipo-eutéticas, obtidas via lingotamento convencional, e o consequente efeito sobre a viscosidade. Para tanto, cumpriu-se as seguintes etapas: 1) Caracterização composicional, termodinâmica e microestrutural de diversas ligas potenciais para se constituírem como matérias primas para processos de tixoconformação, notadamente as ligas Al-Si (A356), Al-Cu (AA2011 e AA2014) e Al-Zn-Si (Al-5wt%Zn-5wt%Si); 2) Fabricação de lingotes das ligas Al-Si e Al-Zn-Si; 3) Avaliação da evolução morfológica via metalografia das ligas somente fundidas e após reaquecimentos nas frações sólidas escolhidas sob várias taxas de aquecimento; 4) Avaliação do comportamento reológico via ensaios de compressão à quente sob as mesmas condições, de forma a avaliar o comportamento viscoso em várias condições próximas às condições de trabalho industrial. Como resultado dos experimentos e análises feitas, foi demonstrado que, independentemente da faixa de temperatura de trabalho ao redor de uma temperatura operacional, da taxa de cisalhamento imposta, ou da morfologia da microestrutura original fundida (dentro de parâmetros mínimos exigidos para tixoconformação), a taxa de aquecimento mais indicada para o processamento está ao redor de 50°C/min (aproximadamente 0,8°C/s). Assumindo esta taxa de aquecimento, todos os outros fatores convergem para permitir que processos industriais de tixoconformação possam acontecer sem muito rigor operacional, minimizando custos com equipamentos (e sistemas de controle associados), possibilitando assim a obtenção de peças mais uniformes.

*Palavras chave*: Tixoconformação, Materiais Semissólidos, Ligas de alumínio, Viscosidade, taxa de aquecimento.

### ABSTRACT

Thixoforming, the act of processing metallic alloys in the semisolid state, is essentially governed by three factors: the thermodynamics and kinetics of the solid-liquid transformation, the effect of this transformation into the morphology of the remaining solid phase in the slurry, and the combination of both in the rheological behavior of the material. However, each of those factors has been studied independently in the literature. With several existing possibilities for the chemical and physical parameters used to obtain a thixoformable and no dendritic microstructure, this work aims to evaluate the effect of the heating rate over the globularization of the primary phase of hypoeutectic aluminum alloys, obtained via conventional pouring, and the resulting effect over viscosity. To do so, the following stages were completed: 1) Compositional, thermodynamical and microstructural characterization of several potential alloys to be used as raw material to thixoforming processes, notably the alloys Al-Si (A356), Al-Cu (AA2011 and AA2014) and Al-Zn-Si (Al-5wt%Zn-5wt%Si); 2) Manufacture of the alloys ingots Al-Si and Al-Zn-Si; 3) Evaluation of the morphologic evolution using metallography of the as cast alloys and after reheating the chosen solid fractions under various heating rates; 4) Evaluation of the rheological behavior using hot compression tests under the same conditions, in order to study the viscous behavior in several conditions close to industrial procedure. The experiments and analysis conducted have demonstrated that the heating rate better suited for processing is close to 50°C/min (approximately 0,8°C/s), independently of the working temperature range around a operational temperature, the shearing rate applied or the morphology of the original as cast microstructure (within the minimum parameters demanded by thixoforming). Assuming this heating rate, all other factors converge to allow industrial thixoforming processes to happen without much operational rigor, lowering equipment costs (and related control systems), allowing for the attainment of more uniform pieces.

Keywords: Thixoforming, semisolid materials, aluminum alloys, viscosity, heating rates.

### LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Diferentes rotas para processamento de SSM (adaptação Atkinsons, 2005).	6
Figuras 2.2: Imagens via MEV de poros de amostras reaquecidas à temperatura da ordem	13
de 620°C num forno resistivo com atmosfera controlada com argônio de alta pureza: a)	
formações de alumina agregada às paredes do poro; b) detalhe aproximado da região	
direita da foto anterior; c) outro poro com formações de alumina mais dispersas; d)	
detalhe da região esquerda superior foto anterior (Proni, 2010).	
Figura 2.3: Parte do diagrama de fases para a liga binária Al-Cu (Mondolfo, 1976).	15
Figura 2.4: Parte do diagrama de fases da liga A356 obtido via software Thermo-Calc <sup>®</sup> ,	16
considerando a presença de Fe, Cu, Mg, Mn e Ti (elementos normalmente existentes nesta	
liga).	
Figura 2.5: Diagrama de Fases Al-5wt%Zn-Xwt%Si via software Thermo-Calc <sup>®</sup> (Boas,	18
2012)	
Figura 2.6: Esquema de um aparelho DSC e um gráfico genérico de medidas obtidas.	19
Figuras 2.7: Esquematização do crescimento dendrítico na forma de "árvore".	22
Figuras 2.8: Desenhos representativos de uma: a) zona coquilhada; b-e) formação da zona	23
colunar (Ohno, 1987) (Flemings, 1991).	
Figuras 2.9 a/b/c/d: Esquema de multiplicação cristalina por quebra da dendrita.	23
Figuras 2.10: Desenhos representativos da evolução do desenvolvimento das zonas	24
coquilhada, colunar e equiaxial central.	
Figuras 2.11: a) Mecanismos de Ostwald ripening propostos por (1/2) Kattamis e	25
Flemings (1967) e (3) Kahlweit (1968); b) Mecanismos de engrossamento propostos por	
(1) Kirkwood e Young (1992) e (2) Genda (1987).	
Figura 2.12: Esquematização das zonas coquilhada, colunar e equiaxial central de um	27
lingote: a) corte longitudinal; b) corte transversal.).	
Figura 2.13: Esquematização de rotas para a esferiodização dendrítica (Flemings, 2002).	29
Figura 2.14: Relação entre o tamanho de grão e o tempo de espera (Lapkoski, 1998).	30

Figura 2.15: Esquematização de uma sequência de possíveis eventos para a nucleação da **32** fase eutética de uma liga hipo-eutética de Al-Si: a) crescimento da fase de alumínio primário; b) nucleação da fase  $\beta$ -(Al,Si,Fe); c) nucleação do Si eutético sobre a fase  $\beta$ -(Al,Si,Fe) com a sequencial nucleação do Al eutético sobre este Si eutético e crescimento de todos; d) o crescimento da fase eutética bloqueia o desenvolvimento da dendrita de Al primário (Shankar, 2004).

Figura 2.16: Efeito da adição de refinador de grão Al-5Ti-1B, corte longitudinal em um **33** lingote de Al-7Si com refrigeração apenas na região inferior: a) sem adição; b) com adição (Metan, 2009).

Figura 2.17: Esquemas ilustrativos de exemplos de métodos de obtenção de **34** microestruturas mais globularizadas via agitação mecânica: a) rotor imerso no material, produção estanque; b) rotor associado a um pistão, produção contínua.

Figura 2.18: Esquemas ilustrativos de modos de agitação eletromagnética para a produção **35** contínua de lingotes: a) agitação vertical; b) agitação horizontal; c) agitação helicoidal (Niedermainer, 1998).

Figura 2.19: Influência do campo eletromagnético numa liga A356 no estado semissólido **35** à temperatura de 595°C com relação ao tamanho de grão e circularidade: a) De acordo com a distribuição do campo eletromagnético; b) De acordo com o tempo de variação entre tipos de campo eletromagnético (Wen, 2011).

Figura 2.20: Corte longitudinal de lingotes com produção estanque de uma liga Al-7Si **35** como exemplo do efeito da agitação eletromagnética horizontal e refrigeração, ambos apenas na região inferior: a) sem campo; b) com campo de 6 mT; c) com campo de 18 mT (Metan, 2009).

Figura 2.21: Micrografias como exemplos do efeito da agitação eletromagnética **36** horizontal na produção estanque de lingotes da liga A356: a) apenas fundida; b) EMS 600W; c) EMS 900W; d) EMS 1200W (Zoqui, 2002).

Figura 2.22: Micrografias de uma liga A356 exposta a vibração (freqüência fixada de 55 38
Hz) sob diferentes acelerações, simultaneamente sob variação da temperatura de vazamento (Limmaneevichitr, 2009).

Figura 2.23: Efeitos da intensidade de vibração sobre uma amostra de uma liga A356 no: 38a) diâmetro médio de partículas primárias; b) fator de forma (Shusen, 2008).

Figura 2.24: Micrografias de uma liga de Al-Si hiper-eutética exposta a vibração **39** (freqüência fixada de 100 Hz) com amplitudes de: a) 49  $\mu$ m; b) 149  $\mu$ m; c) 199  $\mu$ m (Abu-Dheir, 2004).

Figura 2.25: Gráfico da variação da densidade de amostras de uma liga A356 versus **39** tempo de vibração sob várias frequências (Taghavi, 2009).

Figura 2.26: Seção longitudinal de lingotes de alumínio comercial produzidos com 40 diferentes alturas de vazamento: a) h=30 cm; b) h=50 cm (Robert, 2010).

Figuras 2.27: Micrografias com luz polarizada de amostras retiradas de lingotes de Al-7Si **41** fundidos em molde de cobre, mostrando o efeito da variação da temperatura de vazamento sobre o tamanho dos grãos: a) 690°C; b) 660°C; c) 630°C (Nafisi, 2006).

Figura 2.28: Seção longitudinal de lingotes de alumínio comercial: a) sem refrigeração no42 molde; b) com o uso de um bloco metálico como resfriador em uma das extremidades.(Ohno, 1987).

Figura 2.29: Seção longitudinal de lingotes de Al-2%Cu produzidos com moldes de **43** diferentes materiais,: a) molde de areia, K=0,002 cal/cm.°C.s; b) molde de ferro fundido, K=0,10 cal/cm.°C.s. (Robert,2010).

Figuras 2.30: a/b) Esquema ilustrativo de interconexão de uma dendrita, mas vista em 46 separado quando cortada e polida; c) Ilustração de interligações entre glóbulos (sinterização) geradas por colisão durante a agitação mecânica no processo de solidificação ou mesmo por coalescência.

Figuras 2.31 a/b: Imagens de uma amostra fundida da liga AA2011, Proni (2010). 46

Figuras 2.32: a) Esquema de um equipamento de microtomografia de Raio-X (Ludwig et al., 2004); b) Representação 3D da fase sólida de uma liga Al-Cu obtida por meio deste método (a lateral do cubo é de 0,6 mm).

Figuras 2.33: a) Esquema de uma interconexão globular de uma liga Al-Si (Ito et al., 47 1992); b) Esquema tridimensional de uma célula inteira de uma liga Al-Cu (Niroumand, 2000).

Figura 2.34: Esquematização genérica da diferença entre um processo convencional de **50** solidificação de uma liga para um processamento diferenciado de um SSM (Chai et al., 1992).

Figura 2.35: Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento (Ito et al., 1991). 52

Figura 2.36: Efeito da taxa de cisalhamento sobre a viscosidade aparente, de acordo com a 52 variação na fração sólida (Flemings, 1991).

Figura 2.37: Curvas típicas genéricas de deformação para sólidos e SSM (Kang et al., 53 1999).

Figura 2.38: a) Diagrama esquemático de uma amostra de SSM sob compressão em placas
paralelas; Amostras de uma liga Al-Zn-Si após compressão: b) com 45% de fração sólida;
c) com 55% de fração sólida (Boas, 2011).

Figura 3.1: Fluxograma das etapas dos procedimentos experimentais utilizados para 57 análise do efeito da variação da taxa de aquecimento sobre a microestrutura e viscosidade das ligas de alumínio sob estudo.

Figuras 3.2: Exemplos de três regiões do lingote da liga AA2011: a) borda, até 2 cm; b) **59** coroa mediana (entre 3 e 6 cm); c) coroa central (entre 6 e 8 cm).

Figuras 3.3: a) Amostra da liga AA2011 como fornecida com ataque eletrolítico via  $HBF_4$  **60** a 1,8%; b/c/d) Amostra da região radial mediana do lingote da liga AA2011, com ataque de HF 1% em diversas ampliações, com enfoque nos vários precipitados.

Figuras 3.4: Exemplos de três regiões do lingote fornecido da liga AA2014: a) borda (até 60 2 cm); b) coroa radial mediana (5 a 10 cm); c) coroa radial central (10 a 15 cm).

Figuras 3.5: a) Amostra da liga AA2014 como fornecida com ataque eletrolítico via  $HBF_4$  61 a 1,8%; b/c/d) Amostras da liga AA2014, com ataque ácido de HF 1% em diversas ampliações.

Figuras 3.6: a) Amostra da liga A356, exemplo após lingotamento refrigerado e sob **62** vibração com ataque eletrolítico via HBF<sub>4</sub> a 1,8%; b/c/d) Amostras com ataque de HF 1% em diversas ampliações.

Figura 3.7: a) esquema simplificado do equipamento lingoteira/sacador; b) gráfico relativo
64 ao campo eletromagnético encontrado de acordo com a profundidade da lingoteira (Peres, 2012).

Figuras 3.8: a) Amostra da liga Al-5wt%Zn-5wt%Si após lingotamento refrigerado com 65 refinador de grão (liga mãe Al-5Ti-B) e sob agitação eletromagnética com ataque eletrolítico via HBF<sub>4</sub> a 2%; b) Amostras da mesma liga com ataque de HF 1% (Peres, 2012).

Figura 3.9: Determinação do tamanho de glóbulos via: a) Método dos Interceptos; b) 71Diâmetro de Feret.

Figuras 3.10: Exemplos comparativos de cálculo do tamanho de grão via Método dos **72** Interceptos e Diâmetro de Feret (via *software* ImageJ) em amostras da liga A356 reaquecidas à temperatura de 582°C.

Figura 3.11: Gráficos do deslocamento livre do êmbolo da prensa para os testes de 74 compressão à quente em todas as velocidades nominais disponíveis pelo equipamento.

Figuras 3.12: Gráficos de exemplos genéricos de rampas de reaquecimento com pontos **76** marcados em temperaturas pré-definidas e seus tempos relativos para as ligas: a) A356; b) AA2011 (que também foram utilizadas para a liga AA2014); c) Al-5,3wt%Zn-5,1wt%Si.

Figuras 4.1: Corte transversal (da borda em direção ao centro) de lingotes da liga A356, **80** produzidos a partir da temperatura de vazamento de 780°C com refrigeração via água ao redor da lingoteira com vazões de : a) 10 l/min; b) 4 l/min.

Figuras 4.2: Amostras da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C (borda e **81** região da coroa central) com refrigeração ao ar, e com água ao redor da lingoteira com vazões de 5 l/min e 10 l/min.

Figuras 4.3: Amostras da liga A356 com diferentes temperaturas de vazamento de 670°C
82 ± 10°C com refrigeração 10 l/min (borda e região da coroa central).

Figuras 4.4: Amostras da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C (borda e **83** região da coroa central) com variações no método de refinamento de grão e com água ao redor da lingoteira com vazão de 10 l/min.

Figuras 4.5: Amostras da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C (borda e região da coroa central) com variações no método de refinamento de grão e com água ao redor da lingoteira com vazões de 5 e 10 l/min.

Figuras 4.6: Amostras da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C (borda e **85** região da coroa central) com variações no método de refinamento de grão e com água ao redor da lingoteira com vazões de 5 e 10 l/min.

Figuras 4.7: Imagens da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C e reaquecida 87 a 582°C 0s sob diferentes métodos de refinamento de grão (borda e região da coroa central). Figuras 4.8: Imagens da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C e reaquecida **88** a 582°C 0s sob diferentes métodos de refinamento de grão (borda e região da coroa central).

Figuras 4.9: Imagens da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C e reaquecida **89** a 582°C 0s sob diferentes métodos de refinamento de grão (borda e região da coroa central).

Figuras 4.10: Exemplos de imagens em alta ampliação de amostras da liga A356 **90** reaquecidas até a temperatura de 582°C sob vários métodos de lingotamento: a) Apenas refrigerada (alta vazão); b) refrigerada (alta vazão) com agitação eletromagnética; c) refrigerada (alta vazão) com vibração; d) refrigerada (alta vazão) com nucleador; e) refrigerada (média vazão) com nucleador; f) refrigerada (alta vazão) com nucleador e agitação eletromagnética.

Figuras 4.11: Exemplos de imagens em alta ampliação de amostras da liga A356
92 reaquecidas até a temperatura de 582°C sob vários métodos de lingotamento: a)
refrigerada (média vazão) com nucleador e agitação eletromagnética; b) refrigerada (alta vazão) com nucleador e vibração; c) refrigerada (média vazão) com nucleador e vibração;
d) refrigerada (alta vazão) com nucleador, agitação eletromagnética e vibração; e)

refrigerada (média vazão) com nucleador, agitação eletromagnética e vibração.

Figuras 4.12: Imagens da coroa central de oito lingotes fundidos da liga A356 com **95** temperatura de vazamento de 670°C produzidas com refrigeração (10 l/min) e vibração via martelete.

Figuras 4.13: Imagens da borda e coroa central de acordo com a altura a partir da base de **96** um lingote fundido da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C produzido com refrigeração (10 l/min) e vibração via martelete.

Figuras 5.1: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 97 reaquecida até a temperatura de 585°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min;
b) 4,5 min; c) 7 min; d) 9,5 min;e) 12,5 min; f) 24 min.

Figuras 5.2: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011
98 reaquecida até a temperatura de 600°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,3 min;
b) 4,7 min; c) 7 min; d) 10 min;e) 12,7 min; f) 22 min.

Figuras 5.3: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011
99 reaquecida até a temperatura de 610°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min;
b) 5 min; c) 7,5 min; d) 10,7 min;e) 13,5 min; f) 21,5 min.

Figuras 5.4: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 100 reaquecida até a temperatura de 615°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,3 min;
b) 4,6 min; c) 8 min; d) 10 min;e) 14,5 min; f) 21 min.

Figuras 5.5: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 101 reaquecida até a temperatura de 620°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,3 min;
b) 5,1 min; c) 8 min; d) 10 min;e) 14,5 min; f) 22,5 min.

Figuras 5.6: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 102 reaquecida até a temperatura de 623°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min;
b) 5 min; c) 7,2 min; d) 9,6 min;e) 11,5 min; f) 22,5 min.

Figuras 5.7: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 103 reaquecida até a temperatura de 626°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min;
b) 5,3 min; c) 6 min; d) 8,2 min;e) 10,8 min; f) 24 min.

Figuras 5.8: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 104 reaquecida até a temperatura de 630°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min;
b) 4,7 min; c) 8 min; d) 11 min;e) 19 min.

Figuras 5.9: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 105
reaquecida até a temperatura de 585°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3 min; b)
5,2 min; c) 8,2 min; d) 11,5 min;e) 17 min.

Figuras 5.10: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga 106
AA2014 reaquecida até a temperatura de 600°C com vários tempos de reaquecimento: a)
3 min; b) 5 min; c) 8 min; d) 12 min;e) 23 min.

Figuras 5.11: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga **107** AA2014 reaquecida até a temperatura de 605°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3 min; b) 6 min; c) 8 min; d) 11 min; e) 20,5 min.

Figuras 5.12: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga **108** AA2014 reaquecida até a temperatura de 610°C com vários tempos de reaquecimento: a)  $3 \min$ ; b) 6,2 min; c) 8 min; d) 12 min;e) 17 min.

Figuras 5.13: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga **109** AA2014 reaquecida até a temperatura de  $615^{\circ}$ C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,2 min; b) 6 min; c) 8 min; d) 12 min;e) 17 min.

Figuras 5.14: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga **110** AA2014 reaquecida até a temperatura de 620°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,2 min; b) 6 min; c) 8,5 min; d) 11,5 min; e) 18 min.

Figuras 5.15: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga **111** AA2014 reaquecida até a temperatura de 622°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3 min; b) 6 min; c) 8,5 min; d) 11,5 min; e) 22 min.

Figuras 5.16: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga **112** AA2014 reaquecida até a temperatura de 625°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 6,5 min; c) 8,3 min; d) 12 min; e) 21 min.

Figuras 5.17: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga A356 113
reaquecida até a temperatura de 567°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,8 min;
b) 5,5 min; c) 8,5 min; d) 11,8 min;e) 20,5 min.

Figuras 5.18: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga A356 114
reaquecida até a temperatura de 572°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min;
b) 5,5 min; c) 8,3 min; d) 11,2 min;e) 20 min.

Figuras 5.19: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga A356 115 reaquecida até a temperatura de 577°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min;
b) 5,6 min; c) 8,6 min; d) 11,1 min;e) 21 min.

Figuras 5.20: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga A356 116
reaquecida até a temperatura de 582°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,7 min;
b) 6 min; c) 8,1 min; d) 11,7 min;e) 20,5 min.

Figuras 5.21: Gráficos da liga AA 2011 para várias taxa de aquecimento nas temperaturas **121** sob estudo *versus*: a) tamanho de grão; b) tamanho de glóbulo; c) circularidade.

Figuras 5.22: Gráficos da liga AA 2014 para várias taxa de aquecimento nas temperaturas **122** sob estudo *versus*: a) tamanho de grão; b) tamanho de glóbulo; c) circularidade.

Figuras 5.23: Gráficos da liga A 356 para várias taxa de aquecimento nas temperaturas **123** sob estudo *versus*: a) tamanho de grão; b) tamanho de glóbulo; c) circularidade.

Figuras 5.24: Gráficos para correspondência entre a relação tamanho de grão/tamanho de **127** glóbulo *versus* taxa de aquecimento para as ligas: a) AA 2011; b) AA 2014; c) A 356.

Figuras 5.25: Gráficos da liga A356 para as temperaturas de reaquecimento de 572, 577 e **131** 582°C nos parâmetros: a) Viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento; b) tensão máxima *versus* taxa de aquecimento.

Figuras 5.26: Gráficos da liga A356 para a temperatura de reaquecimento de 582°C nas **132** velocidades de descida do êmbolo da prensa de 125, 90 e 50 mm/s nominais nos parâmetros: a) Viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento; b) tensão máxima *versus* taxa de aquecimento.

Figuras 5.27: Gráficos de três diferentes ligas de alumínio para frações sólidas da ordem **133** de 50% nos parâmetros: a) Viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento; b) tensão máxima *versus* taxa de aquecimento.

Figura 5.28: Gráfico da viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento para as **134** várias ligas sob estudo nas diversas condições de testes, com ênfase na faixa principal da variação da taxa de aquecimento.

Figuras 5.29: Gráficos da liga A356 para a temperatura de reaquecimento de 582°C em **135** vários tempos de espera: a) Viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento; b) Tamanho de grão (Método dos Interceptos) via metalografia em amostras apenas reaquecidas.

Figuras 5.30: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes **136** como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 572°C, sob algumas taxas de aquecimento.

Figuras 5.31: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes **137** como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 577°C, sob algumas taxas de aquecimento.

Figuras 5.32: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes **138** como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 582°C (v 125 mm/s), sob algumas taxas de aquecimento.

Figuras 5.33: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes **139** como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 582°C (v 90 mm/s), sob algumas taxas de aquecimento.

Figuras 5.34: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes **140** como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 582°C (v 50 mm/s), sob algumas taxas de aquecimento.

Figuras 5.35: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes **141** como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga AA2011, reaquecidas a 626°C (fs 50%), sob algumas taxas de aquecimento.

Figuras 5.36: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes **142** como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga Al-5,3wt%Zn-5,1wt%Si reaquecidas a 582°C (fs 50%), sob algumas taxas de aquecimento.

Figura 5.37: Gráficos para a liga A356 na temperatura de trabalho de 582°C, velocidade 149 de descida do êmbolo de 125 mm/s para as várias taxas de aquecimento em ensaios de compressão à quente: a) com ênfase nas amostras escolhidas para análises metalográficas;
b) gráfico do raio da amostra *versus* tempo dos ensaios escolhidos para as análises metalográficas.

Figura 5.38: Referências de regiões em uma amostra após ensaio de compressão à quente.
Figuras 5.39: Desenhos tridimensionais ilustrativos da variação da microestrutura com
151
relação à variação da taxa de aquecimento.

Figuras 5.40: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) **152** da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 135,6°C/min (vide Figura 4.58).

Figuras 5.41: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) **153** da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 110,6°C/min (vide Figura 4.58).

Figuras 5.42: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) **154** da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 75,3°C/min (vide Figura 4.58).

Figuras 5.43: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) **155** da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 66,3°C/min (vide Figura 4.58).

Figuras 5.44: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) **156** da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 46,9°C/min (vide Figura 4.58).

Figuras 5.45: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) **157** da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 31,1°C/min (vide Figura 4.58).

Figuras 5.46: Imagens ilustrativas da região central da coroa das amostras nas taxas de **158** aquecimento escolhidas: com ataque eletrolítico HBF4, apenas polidas e no aumento maior com ênfase nos cristais de silício eutético.

Figuras 5.47: Imagens ilustrativas da região central da coroa das amostras nas taxas de **159** aquecimento escolhidas: com ataque eletrolítico HBF**4**, apenas polidas, e no aumento maior com ênfase nos cristais de silício eutético.

Figuras 5.48: Sobreposição de imagens das Figuras 4.42, 4.59 e 4.60 junto aos desenhos **160** tridimensionais da Figura 4.52, salientando a influência da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo (curva genérica) como sendo realmente preponderante no formato senoidal obtido nos ensaios de compressão a quente / viscosidade, de acordo com variações na taxa de aquecimento.

#### Anexo A

A.1: Gráficos DSC das ligas AA2011 e AA2014	173
A.2: Gráfico Thermo-Calc <sup>®</sup> da liga AA2011	174
A.3: Gráfico Thermo-Calc <sup>®</sup> da liga AA2014	174
A.4: Gráficos DSC da liga A356	175
A.5: Curvas integradas da liga A356	175
A.6: Gráfico Thermo-Calc <sup>®</sup> da liga A356	176
A.7: Gráfico Thermo-Calc <sup>®</sup> da liga Al-5,3wt%Zn-5,1wt%Si	176

xxvii

### LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Limites mínimo e máximo da porcentagem dos constituintes existentes para as	10
várias ligas de alumínio (ASM Handbook, 2004).	
Tabela 3.1: Análise composicional (wt %) da ligas de Al-Cu, Al-Si e Al-Zn-Si via	66
espectrômetro de emissão óptica.	
Tabela 3.2: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga AA2011 e a diferença entre	66
elas, obtidas pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Thermo-Calc <sup>®</sup> , e ainda	
por meio do forno de indução (taxa de aquecimento da ordem de 80°C/min).	
Tabela 3.3: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga AA2014, e a diferença entre	66
elas, obtidas pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Thermo-Calc <sup>®</sup> , e ainda	
por meio do forno de indução (taxa de aquecimento da ordem de 100°C/min).	
Tabela 3.4: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga A356, e a diferença entre	67
elas, obtidas pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Thermo-Calc <sup>®</sup> , e ainda	
por meio do forno de indução (taxa de aquecimento da ordem de 100°C/min).	
Tabela 3.5: Temperaturas de fusão e de solidificação das ligas Al-5wt%Zn-5wt%Si, e a	67
diferença entre elas, obtidas pela via da simulação Thermo-Calc <sup>®</sup> (Peres, 2012).	
Tabela 3.6: Temperaturas e frações sólidas para as ligas AA2011, AA2014, A356 e Al-	68
5,3%Zn-5,1%Si de acordo com o <i>software</i> Thermo-Calc <sup>®</sup> .	
Tabela 4.1: Valores obtidos de tamanho de grão para a liga A356 fundida por diversos	93
métodos e reaquecidas a 582°C 0s.	
Tabela 5.1: Valores de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, relação entre tamanho de	117
grão/tamanho de glóbulo, circularidade, tempo de reaquecimento e taxa de aquecimento	
para a liga AA2011 como fornecida e nas temperaturas escolhidas (junto à estimativa da	
fração sólida relativa).	
Tabela 5.2: Valores de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, relação entre tamanho de	118
grão/tamanho de glóbulo, circularidade, tempo de reaquecimento e taxa de aquecimento	

para a liga AA2014 como fornecida e nas temperaturas escolhidas (junto à estimativa da fração sólida relativa).

Tabela 5.3: Valores de tamanho de grão (Método dos Interceptos), tamanho de glóbulo120(Diâmetro de Feret), relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade,tempo de aquecimento e taxa de aquecimento para a liga A356 apenas fundida e nastemperaturas escolhidas (junto à estimativa das frações sólidas relativas).

### LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

### Letras Latinas

F	Força	[N]
V	Volume	[mm <sup>3</sup> ]
Cs	Composição de soluto no sólido	
Cl	Composição de soluto no líquido	
k	Coeficiente de distribuição do soluto no equilíbrio	
Т	temperatura	[°C]
t	tempo	[s]
Н	Altura no tempo t	[mm]
$H_0$	Altura inicial	[mm]
T 451	Tratamento térmico de solubilização, resfriamento rápido e	
	envelhecimento natural	
T 651	Tratamento térmico de solubilização, resfriamento rápido e	
	envelhecimento artificial	

### Letras Gregas

μ	viscosidade	[Pa.s]
σ	tensão	[MPa]
$\sigma_{e}$	Tensão de escoamento	[MPa]
σ <sub>máx</sub>	Tensão máxima	[MPa]
γ	Taxa de cisalhamento	$[s^{-1}]$
$\gamma_{av}$	Taxa média de cisalhamento	$[s^{-1}]$

Abreviações	
wt%	weight percent (porcentagem em massa)
SSM	Semi-Solid Material (Material Semissólido)
DCP	(Ponto de coerência dendrítica)
Tv	Temperatura de vazamento
fs	Fração sólida
DSC	(Calorimetria exploratória diferencial)
MEV	Microscopia por Eletro-Varredura
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
SF	Shape Factor (fator de forma)

### SUMÁRIO

1 APRESENTAÇÃO	
1.1 Introdução	1
1.2 OBJETIVO	2
1.3 Estrutura do trabalho	2
2 CONCEITUAÇÃO BÁSICA	
2.1 Tixoconformação	4
2.1.1 Histórico	4
2.1.2 Tipos de processamento	6
2.1.3 Vantagens e desvantagens do processo	7
2.2 Ligas de Alumínio	9
2.2.1 Ligas de alumínio-cobre	14
2.2.2 Ligas de alumínio-silício	16
2.2.3 Ligas de alumínio-zinco-silício	17
2.3 Fundamentos Teóricos e Técnicos	18
2.3.1 Parâmetros termodinâmicos	19
2.3.2 Parâmetros morfológicos	21
2.3.2.1 Método de obtenção de SSM	30
2.3.2.2 Compreensão da estrutura tridimensional	45
2.3.3 Parâmetros reológicos	48
3 MATERIAIS E MÉTODOS	
3.1 Fabricação e caracterização microestrutural dos lingotes das ligas sob	57
ESTUDO	
3.2 CARACTERIZAÇÃO COMPOSICIONAL E TERMODINÂMICA	65
3.2.1 Determinação das temperaturas para as frações sólidas escolhidas	68
3.3 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA – ANÁLISES VIA METALOGRAFIA	69

3.3.1 Preparo das amostras para metalografia	69
3.3.2 Cálculo do tamanho médio de grãos, glóbulos e circularidade	70
3.4 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA – ENSAIOSS DE COMPRESSÃO A QUENTE	74
4 PRODUÇÃO DOS LINGOTES DAS LIGAS AL-SI E AL-ZN-SI	
4.1 RESULTADOS PRELIMINARES	77
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	
5.1 Evolução morfológica: caracterização microestrutural a partir de	96
VARIAÇÕES NA TAXA DE AQUECIMENTO	
5.1.1 Discussão dos resultados via análises metalográficas	124
5.2 Evolução reológica: comportamento viscoso no estado semissólido	128
5.2.1 Discussão dos resultados obtidos via ensaios de compressão a quente	143
6 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	161
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	166
ANEXO A – GRÁFICOS DE TEMPERATURAS	173

### **1** Apresentação

### 1.1 INTRODUÇÃO

A tixoconformação é uma técnica de processamento de materiais no estado semissólido que permite a produção de peças com geometrias *near net shape* com melhores propriedades mecânicas e com razoável redução no custo final de produção, se comparados aos métodos de fundição e conformação plástica tradicionais. Dentro das várias possibilidades de materiais passíveis de trabalho por esta via, as ligas alumínio-silício são as mais utilizadas, servindo a diversos segmentos industriais (principalmente, no setor automotivo e aeroespacial) por apresentarem características de alta dureza e resistência mecânica equivalentes às de diversos tipos de aço. As ligas Al-Si, em especial a A356 utilizada neste trabalho, possuem características termodinâmicas favoráveis à tixoconformação: uma transformação sólido-líquido na qual cerca de 50% do material é formado por uma fase alfa primária e 50% de uma fase eutética. Liquefeita a fase eutética, o material é tixoconformável; porém, isto dependerá da morfologia do sólido remanescente.

A morfologia das partículas ainda sólidas em um metal no estado semissólido (SSM) possui um efeito pronunciado sobre seu comportamento reológico durante processos de tixoconformação. Laxmanan e Flemings (1991) demonstraram que um material com estrutura dendrítica numa determinada fração sólida exibe aproximadamente duas ordens de grandeza maior do que o mesmo material com estrutura equiaxial nas mesmas condições, quanto ao valor medido da sua viscosidade ou resistência ao fluxo. Este melhor formato tem sido associado a fenômenos de transporte de massa que acontecem devido à condição do estado semissólido e à rotação das partículas que ocorre durante as forças impostas ao fluxo do material para o interior de um molde.

Por conseguinte, um bom entendimento sobre os efeitos na forma das partículas e o consequente comportamento reológico não é apenas de interesse científico, mas também de grande importância no desenvolvimento de novas técnicas de processamento. Ou seja, para que o processamento de materiais no estado semissólido seja eficiente, se faz necessário o controle

1

adequado da microestrutura dos grãos: estes devem ser basicamente uma suspensão de sólidos globulares equiaxiais da fase primária com diferentes graus de circularidade, envoltos pelo soluto e/ou eutético liquefeito (fase secundária), e distribuídos homogeneamente. Assim, o objetivo central de processos de tixoconformação se concentra em escolher corretamente determinados parâmetros químicos e físicos que irão influenciar diretamente na morfologia dos grãos que, por sua vez, governa o comportamento reológico do material.

### 1.2 OBJETIVO

Diante das várias possibilidades existentes de alterações para se obter uma microestrutura não dendrítica, este trabalho visou avaliar o efeito da variação da taxa de aquecimento sobre a globularização da fase primária de ligas de alumínio hipo-eutéticas (que não tenham passado por processos de conformação) e consequente efeito sobre a viscosidade. A partir deste estudo, espera-se determinar parâmetros que possam vir a melhorar a qualidade de peças produzidas industrialmente, como também averiguar se o sistema de controle operacional será facilitado. Salienta-se que não há trabalho na literatura sobre a avaliação do efeito da taxa de aquecimento sobre metais até o estado semissólido para processos que envolvam tixoconformação.

### **1.3** ESTRUTURA DO TRABALHO

Neste trabalho, cumpriu-se as seguintes etapas:

1) Caracterização composicional, termodinâmica e microestrutural da matéria prima das ligas sob estudo (AA2011, AA2014 e A356);

2) Fabricação de lingotes da liga Al-Si por diferentes métodos para refino de grão e escolha via metalografia de um desses métodos para continuidade dos estudos e a fabricação de

lingotes da liga Al-Zn-Si (segundo parâmetros estipulados - Peres, 2012);

- 3) Avaliação morfológica via metalografia das ligas AA2011, AA2014 e A356 somente fundidas e após reaquecimentos nas frações sólidas escolhidas sob várias taxas de aquecimento;
- 4) Executar ensaios de compressão à quente com as ligas AA2011, A356 e com a liga Al-Zn-Si nas frações sólidas escolhidas sob várias taxas de aquecimento, de forma a avaliar o comportamento viscoso destas ligas em várias condições próximas às condições de trabalho industrial.

### 2 CONCEITUAÇÃO BÁSICA

### 2.1 TIXOCONFORMAÇÃO

A tixoconformação é o processamento de materiais metálicos entre as temperaturas *liquidus* e *solidus*. É uma tecnologia relativamente nova com vasto potencial de utilização em determinadas ligas que possuam as propriedades reológicas adequadas, substituindo os processos tradicionais como forjamento e injeção com inúmeras vantagens operacionais. Exemplos dessas vantagens seriam: produção de peças *near net shape* (acarretando numa boa produtividade com menor custo final de produção) e com propriedades mecânicas por vezes superiores às do processo de fundição tradicional.

Nas últimas décadas, esta tecnologia tem progredido rapidamente nas aplicações industriais, produzindo com sucesso uma grande variedade de componentes e de equipamentos mecânicos com alto grau de qualidade, principalmente nas indústrias automotiva e aeroespacial. Entretanto, apenas alguns tipos de liga são utilizados (as ligas A356 e A357 cobrem 15% e 80% do uso total de mercado, respectivamente – Fonte: Chiarmetta, 2000), devido ao seu comprovado alto grau de tixoconformabilidade. Analisando a tixoconformação sob este ponto de vista, tornase evidente o estreitamento do uso desta tecnologia, até como limitações impostas pelo número reduzido de fabricantes deste tipo especial de material (notadamente, a Pechiney, indústria francesa). Para superar esta limitação, muitas pesquisas têm sido feitas, tanto para desenvolver novas ligas tixoconformáveis, como para testar outras ligas já existentes no mercado.

#### 2.1.1 Histórico

A descoberta da possibilidade de processamento de metais no estado semissólido (SSM) se iniciou em 1971 com Spencer e Flemings no M.I.T. (Cambridge, EUA.) em estudos sobre trincas de contração, utilizando a liga Sn15wt%Pb. Em meio às pesquisas, depararam-se com o fato de

que, ao aplicar uma tensão de cisalhamento no material durante o processo de solidificação, a estrutura dendrítica da superfície cisalhada era quebrada e a pasta passava a apresentar comportamento tixotrópico. A partir desta descoberta, investigaram outras composições de ligas (como as de chumbo-estanho, alumínio-cobre e alumínio-silício), analisando sempre a relação entre a taxa de cisalhamento e a viscosidade obtida. Observaram então uma alta fluidez até frações sólidas próximas a 60%, algo que seria impensável no sistema de conformação tradicional, devido à formação de estrutura dendrítica inerente à solidificação padrão. Com estes resultados iniciais promissores, Flemings formou o primeiro grupo de estudos de materiais semissólidos, procurando compreender não só os fenômenos da formação estrutural, mas também projetar, construir e aperfeiçoar equipamentos para a produção destas pastas (Spencer e Flemings, 1972). Assim, o potencial dessa nova tecnologia de conformação de materiais semissólidos foi rapidamente reconhecido e muitas análises neste sentido foram feitas por outros centros de pesquisa desde então, não só nos EUA, como também em diversos países da Europa.

Inicialmente, focou-se nas ligas de altas temperaturas, notadamente aços. Contudo, a partir da crise energética dos anos 70 e das preocupações com o meio ambiente a partir dos anos 80, a indústria metalúrgica (em especial, a automobilística) se concentrou na redução de custos de produção. Como era sabido que utilizar SSM requeria uma temperatura de trabalho inferior à do metal totalmente fundido, isso se refletiria de imediato na diminuição de custos almejada (se em comparação ao processo de fundição tradicional): haveria um consumo menor de energia, a matriz teria uma vida útil mais longa (menor choque térmico sobre ela, portanto, menor desgaste), haveria um uso menor de matéria prima (menos rebarbas e massalotes), entre outras facilitações. Por estes motivos, procurou-se novas composições de metais para trabalho no estado semissólido, dando origem a novas pesquisas com ligas não ferrosas e com as ligas leves de alumínio e magnésio, especificamente, já que estes materiais proporcionavam a diminuição no peso final da peça, característica de muito interesse na indústria automobilística para contribuir na diminuição dos custos não só de produção, como também de uso de combustível, acarretando numa diminuição na produção de poluentes ambientais.

Depois de alguns anos de pesquisas, os resultados obtidos levaram ao desenvolvimento de vários processos e equipamentos para a produção em batelada e/ou contínua de pastas e ao levantamento das propriedades de escoamento com uma certa compreensão dos fenômenos metalúrgicos envolvidos. Assim, inúmeros métodos de produção foram desenvolvidos,

5

estabelecendo esta nova tecnologia como comercialmente viável e, consequentemente, substituindo em parte a da fundição convencional. Além dos motivos primeiros de menor uso/custo de energia, também constatou-se que as peças produzidas por esta via possuíam alto grau de integridade com excelentes propriedades mecânicas, podendo ainda serem mais finas e mais leves, com a possibilidade de serem produzidas em geometrias mais complexas. Dessa forma, inúmeras aplicações surgiram na indústria automobilística e aeroespacial, como também para diversos componentes no setor industrial como peças na área das telecomunicações, na manufatura de carcaças de diversos equipamentos eletrônicos, entre outros.

#### 2.1.2 <u>Tipos de processamento</u>

Atualmente, existem vários processos para manufatura de componentes utilizando de SSM. Todas estas tecnologias podem ser divididas em duas rotas de processamento: *reofundição* e *tixoconformação*.



Figura 2.1: Diferentes rotas para processamento de SSM (adaptação Atkinsons, 2005).

Basicamente, a reofundição se refere a "processos verticalizados", nos quais a matéria

prima no estado líquido é produzida e diretamente levada à peça final, ou seja, numa "única" etapa. A <u>tixoconformação</u> se refere a processamentos em duas etapas distintas: na primeira, a matéria prima é produzida, esfriada/estocada por um fabricante; na segunda, é adquirida por indústrias diversas, reaquecida/tratada a uma dada temperatura que determinará a fração sólida desejada e, depois, transformada em peça final (matriz fechada: tixofundição - *thixocasting*; matriz aberta: tixoforjamento - *thixoforging*). A Figura 2.1 ilustra as duas rotas e as duas possibilidades de tixoconformação (adaptação Atkinsons, 2005).

A segunda etapa da tixoconformação pode ser dividida em três fases: na primeira fase, a matéria prima reaquecida à temperatura ideal para alterar a morfologia do material é despejada no molde; a segunda fase é a da tixoconformação em si: o sistema de punção e prensagem se faz, numa velocidade que possibilite um fluxo laminar, sem ter a ocorrência de *spray*, evitando que a solidificação ocorra antes da peça ter sido completamente preenchida; na terceira fase, a solidificação se completa sob uma determinada pressão, que é a suficiente para que não ocorra defeitos de porosidade e de trincas (devido à contração de solidificação).

Ainda existem duas outras maneiras de se processar SSM pertencentes à rota de tixoconformação: a *tixo-injeção* (com alta fração líquida) e a *tixo-extrusão* (com maior porcentagem de fração sólida).

### 2.1.3 Vantagens e desvantagens de processo

As inúmeras vantagens do tixoprocessamento, com relação à conformação convencional, são devidas às características reológicas do material cujo estado físico está entre o sólido e o líquido. Como sólido, o material mantêm sua integridade estrutural, sendo ainda fácil de ser transladado a diferentes partes do maquinário; como líquido, permite escoamento na matriz. Para se conseguir estas condições diferenciadas, a pasta é trabalhada a temperaturas menores às dos processos de fundição convencional (por exemplo: para ligas de alumínio, é por volta de 100 a 150°C inferior). Isso implica direta ou indiretamente em inúmeras reduções de custos. As desvantagens estão principalmente focadas em processos de fabricação que envolvam custos adicionais em pesquisas.

As vantagens e desvantagens do tixoprocessamento podem ser resumidas como (Atkinsons, 2005):

### Vantagens

- Eficiência energética: o material não requer temperaturas altas para ser reaquecido e processado, como também não precisa ser mantido nesta temperatura por muito tempo;
- A produção acontece sob pressões menores (pelo fato do SSM estar parcialmente liquefeito, portanto, mais maleável, se em comparação à conformação plástica tradicional), tendo como conseqüência menores esforços sobre a matriz e menor desgaste de ferramental. Portanto, menor empenho de capital, menor consumo de energia e maior operacionalidade;
- Devido à maior viscosidade, pelo material se encontrar no estado semissólido (se comparado ao sistema de fundição tradicional no qual o material se encontra totalmente liquefeito), o fluxo se mantém quase laminar. Ou seja, minimiza-se a turbulência, tendo como efeito direto pouca introdução e retenção de ar, gerando menos porosidades, bolhas e óxidos, acarretando também em menores índices de erosão da matriz;
- Pelo fluxo do material se dar de uma forma praticamente laminar, há também um melhor preenchimento da cavidade do molde porque se minimiza o "efeito *spray*", melhorando a qualidade das peças produzidas;
- Devido à temperatura de trabalho ser inferior, traz também como conseqüência menos efeitos de contração durante a solidificação, diminuindo as possibilidades de trincas e quebras da peça, como também de macro e micro porosidades, em relação ao processo de fundição tradicional;
- Sendo a temperatura de trabalho mais baixa imposta à matriz, aumenta-se sua vida útil por menor exposição a grandes choques térmicos;
- Outra vantagem é a diminuição do tempo total de ciclo de produção ser por volta de 20 a 25% inferior, devido ao fato de que o material já se encontra parcialmente solidificado e necessita de menos tempo para chegar à solidificação completa;
- Pode-se fazer peças já próximas do formato final pelo fato do material já estar num estado semissólido, portanto, com menor utilização de matéria prima, reduzindo-se também custos adicionais de usinagem;

- Devido às propriedades reológicas do SSM, o processo pode ser utilizado para produzir componentes de formas complicadas e com pequenas tolerâncias dimensionais;
- O material produzido na forma de lingotes e tarugos pode ser armazenado e/ou conduzido a diferentes produtores de peças, não se fazendo necessária uma produção "verticalizada" (o que restringiria a aplicabilidade comercial e variabilidade industrial).

#### Desvantagens

- Custo do material ser mais alto, devido ao reduzido número de fabricantes;
- Pouco conhecimento do comportamento reológico complexo de cada material que se pretende utilizar, resultando num custo adicional inicial com estudos específicos da liga escolhida, o que envolve, certamente, mão de obra especializada e centros de pesquisa devidamente equipados;
- Não são todas as ligas que se prestam a este tipo de manejamento, uma vez que é necessária uma faixa suficientemente larga de variação da temperatura entre a *liquidus* e a *solidus* no seu diagrama de fase para facilitar o controle do maquinário industrial;
- Complicações de maquinário inerentes a um controle preciso da temperatura de processo e por toda a extensão da peça almejada, deixando incerta a morfologia da estrutura do material produzido. Consequentemente, há a necessidade de se estabelecerem certezas sobre as propriedades mecânicas da peça construída, com uma comprovada estabilidade de processo, para que seja possível uma implementação em larga escala com reprodutividade de qualidade do produto obtido.

#### 2.2 LIGAS DE ALUMÍNIO

O alumínio ocupa lugar de destaque entre todos os principais segmentos industriais como embalagens, transportes (componentes automotivos, navais e aeronáuticos), fios e cabos, além de outros componentes na indústria eletro-eletrônica, de utensílios domésticos, de equipamentos nas indústrias químicas e construção civil. É também a matéria prima das indústrias que fabricam produtos extrudados, fundidos, forjados, impactados, laminados, químicos, metalúrgicos,

abrasivos, entre outros, chegando ao mercado na forma de ligas especiais (fundamentalmente, as ligas leves de alumínio-silício, alumínio-cobre e alumínio-magnésio), alumínio primário de diversos graus de pureza, alumínio em pó e até mesmo na forma líquida em contêineres especiais.

Alloy	Nominal chemical composition <sup>(a)</sup> , wt%										
group	Mg	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Zr	Other
Wrought a	lloys	a Venerationae		an a				20.000 (A		-	
1xx (A1	0.006-	0.006-	0.002-	0.01-	0.002-	0.006-		0.006-	0.006-		
>	0.25	0.7	0.06	0.03	0.05	0.6		0.35	0.05		
99.00%)		1936 2010 - 2010		2002000	1999 (1997) 1999 (1997)			1999-949 1999-949		210 00000	
2xxx (Cu)	0.02-	0.10-	0.02-	0.05-	0.05-	0.12-	0.05-	0.8-	0.10-	0.05-	
and the second sec	0.8	1.3	0.3	0.2	1.3	1.3	2.3	6.8	0.80	0.5	20230
3xxx	0.05-	0.3-	0.05-	0.05-	0.05-	0.1-	0.05	0.05-	0.05-	0.1-	
(Mn)	1.3	1.8	0.10	0.40	1.8	1.0	201220.000	0.50	1.0	0.5	18-02
4xxx (Si)	0.05-	0.8-	0.04-	0.05-	0.03-	0.20-	0.15-	0.05-	0.05-		
a construction too	2.0	13.5	0.30	0.25	1.5	1.0	1.3	1.5	0.25		
5xxx	0.2-	0.08-	0.05-	0.05-	0.03-	0.10-	0.03-	0.03-	0.05-		
(Mg)	5.6	0.7	0.20	0.35	1.4	0.7	0.05	0.35	2.8		
6xx (Mg	0.05-	0.20-	0.08-	0.03-	0.03-	0.08-	0.2	0.10-	0.05-	0.05-	
+ Si)	1.5	1.8	0.20	0.035	1.0	1.0		1.2	2.4	0.20	
7xxx (Zn)	0.10-	0.10-	0.03-	0.04	0.02-	0.10-	0.10	0.05-	0.8-	0.05-	·
	3.7	0.50	0.15	0.35	1.5	0.70		2.6	8.7	0.18	
8xxx	0.02-	0.10-	0.08-	0.01-	0.02-	0.10-	0.2-	0.03-	0.03-	0.04	Li, B,
(other	1.4	1.0	0.2	0.2	1.0	2.0	1.3	2.2	1.8	0.16	Sn. Ga
element)											
Cast alloys	S	8 1 3		27 - 12 27	8	196 - C	\$¢	33	2011 E	2	8
1xx.x (A1		0.10-	0.15-	-	un	0.25-	9923	0.05-	0.05		
>		0.15	0.35			0.8		0.10			
99.00%)											
2xx.x	0.03-	0.05-	0.06-	0.15-	0.05-	0.04-	0.03-	3.5-	0.05-	1212	1022
(Cu)	2.3	3.5	0.35	0.40	0.7	1.5	2.3	10.7	2.5		
3xx.x (Si	0.03-	4.5-	0.04-	0.05-	0.03-	0.06-	0.10-	0.03-	0.03-	0.000	- 
+ Cu/Mg)	1.5	23.0	0.25	0.35	0.8	1.5	3.0	5.0	4.5		
4xx.x (Si)	0.05-	3.3-13	0.20-	0.25	0.05-	0.12-	0.05-	0.05-	0.05-	1. 1993 - 1993	
1	0.10		0.25		0.5	1.3	0.5	1.0	0.5		
5xx.x	1.4-	0.10-	0.10-	0.25	0.05-	0.10-	0.05-	0.05-	0.05-	1011	
(Mg)	10.6	2.2	0.25		0.6	1.3	0.4	0.30	0.20		
										•	
7xx.x	0.2-	0.10-	0.10-	0.06-	0.05-	0.10-	0.15	0.1-	2.0-		
(Zn)	2.4	0.30	0.25	0.6	0.6	1.4		1.0	7.8		
8xx.x (Sn)	0.1-	0.4-	0.2		0.1-	0.5-	0.3-	0.7-	Sn,		
	0.9	6.5			0.5	0.7	1.5	4.0	5.5-		
									7.0		

Tabela 2.1: Limites mínimo e máximo da porcentagem dos constituintes existentes para as várias ligas de alumínio (ASM Handbook, 2004).

Entretanto, mesmo com o baixo custo para a sua reciclagem (alumínio com impurezas), a elevada quantidade de energia necessária para a sua obtenção do estado bruto (alumínio quase puro) ainda restringe sobremaneira a amplitude das possibilidades existentes da sua aplicação, além das implicações ecológicas negativas no rejeito dos subprodutos do processo de reciclagem, ou mesmo da produção do alumínio primário. Sua ampla utilização nos diversos segmentos industriais se deve à sua abundância na natureza (é o terceiro mais abundante na forma bruta da
bauxita) e às suas propriedades, como alta resistência à corrosão e durabilidade (devido à estabilidade da camada de seu óxido), alta condutividade térmica e elétrica, baixa densidade (leveza), alta refletividade à luz e ao calor, além de não ser tóxico, não magnético, e não produzir faíscas quando exposto a atritos. Contudo, por apresentar baixa resistência mecânica (é o segundo material mais maleável e o sexto mais dúctil), se faz necessário compor ligas com pequenas porcentagens de outros materiais, resultando numa ótima correlação resistência/peso, juntamente a uma alta tenacidade à fratura. Em geral, pode-se dividir os elementos adicionados como: elementos que conferem à liga a sua característica principal (resistência mecânica, resistência à corrosão, fluidez no preenchimento de molde, etc.); e elementos que têm função acessória, como o controle da microestrutura e das impurezas que prejudicam a fabricação ou a aplicação do produto. A Tabela 2.1 mostra os limites mínimo e máximo da porcentagem dos constituintes existentes para as várias ligas de alumínio (ASM Handbook, 2004).

Os elementos adicionados mais comumente nas diversas ligas de alumínio são:

- <u>Magnésio</u>: aumenta a resistência mecânica e à corrosão, melhora a conformabilidade e facilita a soldagem. Em ligas que contenham silício, formam precipitados coerentes e o grau de dureza do material vai depender da quantidade, tamanho e forma destes precipitados;
- <u>Zinco</u>: em combinação com o magnésio, produz alta resistência ao impacto, alta resistência à tração e excelente ductilidade; pequenos teores de zinco nas ligas de Al-Cu melhora a usinabilidade;
- <u>Ferro</u>: a presença deste elemento nas ligas Al-Si é muito prejudicial às propriedades mecânicas, uma vez que se associa a eles, desenvolvendo intermetálicos frágeis ou insolúveis, como as plaquetas de Al<sub>5</sub>FeSi e FeAl<sub>3</sub>. Contudo, com a adição de manganês, o primeiro intermetálico sofre uma alteração morfológica e de composição química (Al<sub>15</sub>(FeMn)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>) que diminui o efeito fragilizante do ferro. Para que isso aconteça, a relação %Fe%Mn deve ser mantida não muito abaixo de 2. Este elemento também propicia a redução por contração, atua como refinador de grão (exceto nas ligas de silício) e diminui a adesão à matriz em fundição sob pressão;
- Manganês: reduz a contração, atua como refinador de grão; nas ligas de Al-Cu e Al-Si,

melhora a resistência à tração a altas temperaturas;

- <u>Estrôncio</u>: adicionado para modificar (refinar) a estrutura dos cristais de silício existentes na fase eutética. Estes deixam de possuir a forma acicular (agulhas) para uma microestrutura fibrosa (forma esferiodizada), aumentando a ductilidade do material;
- <u>Níquel</u>: é usualmente empregado em conjunto com o cobre com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas em elevadas temperaturas. Também reduz o coeficiente de expansão térmica.
- <u>Titânio</u>: utilizado como refinador de grão junto às ligas de alumínio a partir de 0,15% em peso, quando passa a precipitar partículas de TiAl<sub>3</sub>, de baixa duração (porque somente existentes a altas temperaturas, reduzindo a eficiência como nucleador). Contudo, com a adição de boro, este efeito é melhorado;
- <u>Boro</u>: o boro combina com outros metais para a formação de boretos, tais como AlB<sub>12</sub> e TiB<sub>2</sub>. No alumínio fundido, o boreto de titânio forma sítios de nucleação estáveis que interagem com os compostos refinadores de grãos tais como o TiAl<sub>3</sub>. Boretos metálicos reduzem a vida útil de ferramentas de usinagem (formam inclusões grosseiras e possuem ponto de fusão a 2900°C) e, ainda, são prejudiciais às propriedades mecânicas.

Um dos problemas mais comuns, no tocante ao controle de qualidade das peças feitas por ligas de alumínio, se relaciona à presença de porosidades, proveniente da absorção de gases durante o processamento (como o ar, por exemplo), ou pela dissolução de hidrogênio no alumínio líquido como mostrado na Equação 2.1. Junto a esta formação indesejável de gás hidrogênio, está o surgimento do precipitado de alumina:

$$3H_2O + 2AI = 6H + AI_2O_3$$
 Equação 2.1

Esta reação é extremamente favorável, devido à alta estabilidade do componente Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. O hidrogênio também pode surgir pela via dos vapores de água contidos na atmosfera, ou por outras fontes de hidrogênio como cargas sujas, combustíveis utilizados nas fundições e outros meios contaminantes. Quando o átomo de hidrogênio se dissolve no metal líquido, pode posteriormente associar-se formando gás como pequenas bolhas e tende a sair. Contudo, esta dinâmica é lenta, não tendo tempo para que ocorra, resultando em produtos porosos. Assim, operações de

desgaseificação são necessárias para a obtenção de ligas com qualidade (como pelo uso de lanças de gás, desgaseificadores de rotor ou por desgaseificação por tratamento à vácuo). Quanto ao precipitado, ele permanece alojado nos contornos de grão, comprometendo em alguma medida a viscosidade do SSM, além de algumas propriedades mecânicas do material (Zoqui, 1995).



Figuras 2.2: Imagens via MEV de poros de amostras reaquecidas à temperatura da ordem de 620°C num forno resistivo com atmosfera controlada com argônio de alta pureza: a) formações de alumina agregada às paredes do poro; b) detalhe aproximado da região direita da foto anterior; c) outro poro com formações de alumina mais dispersas; d) detalhe da região esquerda superior foto anterior (Proni, 2010).

Outro exemplo de formação de aluminas foi constatada nas ligas AA2011 e AA2014 utilizadas neste trabalho: em algumas condições de reaquecimento, ocorre a formação de aluminas dentro dos poros destas ligas. As Figuras 2.2 mostram os poros presentes em uma liga AA2014 reaquecida em um forno resistivo com atmosfera controlada com argônio de alta pureza (Proni, 2010).

Um ponto importante a ser salientado é a questão da pureza do alumínio primário utilizado e dos outros constituintes da liga: poderão ser encontrados os precipitados FeAl<sub>3</sub> e FeAl<sub>6</sub> (com a aparência de agulhas ou rosetas), Fe<sub>2</sub>SiAl<sub>8</sub> (possui a aparência de placas), Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe (com a aparência de agulhas finas negras), e FeMg<sub>3</sub>SiAl<sub>8</sub> (com o aspecto de "escrita chinesa"), até mesmo a formação da fase intermetálica Mg<sub>2</sub>Si (com a aparência de "escrita chinesa" fina e/ou partículas dispersas), uma vez que a bauxita – minério do qual o alumínio é extraído – possui quantidades razoáveis de ferro e silício na sua composição; ou, em determinadas ligas, ferro pode ser introduzido para se obter propriedades mecânicas específicas. Se existir quantidade suficiente de cobre, ainda poderá ser formado Cu<sub>2</sub>Mg<sub>8</sub>Al<sub>6</sub>. Contudo, alguns fabricantes tentam manter o conteúdo destas impurezas abaixo de 0,3 e 0,2% em peso (ferro e silício, respectivamente), uma vez que os compostos intermetálicos (Fe<sub>2</sub>SiAl<sub>8</sub> e FeAl<sub>3</sub>) podem reduzir a resistência à fratura e ductilidade da liga. Outros compostos intermetálicos que podem ser encontrados, no caso das ligas AA2014, seriam o (CuFeMn)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>Al<sub>15</sub>, o Cu<sub>2</sub>Mg<sub>8</sub>SiAl<sub>5</sub> (no aspecto de "escrita chinesa" e poliedros), e também o Ala(FeMn)Si (sua aparência se faz como uma "escrita chinesa em teia") (*ASM Handbook*, 2004).

## 2.2.1 Ligas de alumínio-cobre

O cobre é um dos mais importantes elementos de liga com o alumínio, conferindo uma razoável resistência mecânica ao material não somente em solução sólida, como também pela formação de precipitados (com apropriado tratamento térmico). A adição do cobre propicia o endurecimento, como também diminui a contração do material ao ser resfriado. Por ser um dos elementos mais comumente utilizados na confecção das ligas de alumínio, já foi desenvolvida uma ampla variedade de ligas contendo estes dois elementos como básicos. As mais utilizadas são: a liga AA2011 comercial é uma liga alumínio-cobre com adição de chumbo e bismuto e pode ser preparada por três tratamentos térmicos diferentes, segundo necessidades de esforços que serão exigidos das peças posteriormente produzidas; a liga AA2014 comercial é preparada pelo tratamento térmico T651, oferecendo altos níveis de resistência e boa dureza.



Figura 2.3: Parte do diagrama de fases para a liga binária Al-Cu (Mondolfo, 1976).

As ligas comerciais de Al-Cu apresentam dendritas com o alumínio como constituinte primário com uma pequena porcentagem de cobre em solução sólida e uma variedade de precipitados nos contornos de grão ou espaços interdendríticos, formando uma rede mais ou menos contínua. Baixos teores de cobre aliados a altas taxas de resfriamento diminuem a possibilidade de formação do principal eutético (Al- $\alpha$  e CuAl<sub>2</sub>). Para ligas com baixos teores de cobre, tratamentos térmicos podem promover a dissolução ou esferiodização de determinados precipitados, aumentando a ductilidade da liga, assim como a deformação plástica pode quebrar estes microconstituintes, promovendo a sua redistribuição. Contudo, para uma análise geral da morfologia da liga, pode-se observar que, para teores de até 5,7% Cu em peso, a microestrutura esperada à temperatura ambiente e em condições de equilíbrio são dendritas contínuas da fase alfa, envoltas por uma rede descontínua de CuAl<sub>2</sub> (também conhecido pela designação "fase  $\theta$ "). Para teores acima de 5,7% Cu em peso, esta fase se apresenta de maneira contínua ao redor da fase primária. A Figura 2.3 apresenta parte do diagrama binário da liga Al-Cu. Deve-se observar que qualquer adição de novos elementos mudará em alguma medida as linhas de transformação deste diagrama.

## 2.2.2 Ligas de alumínio-silício

As ligas de alumínio-silício são as que apresentam as melhores características de fundição. O silício aumenta a fluidez, reduz a contração de resfriamento e, em baixos teores, melhora a usinabilidade. Este elemento se comporta como um material cerâmico e suas partículas distribuídas na segunda fase, se não fundidas, impedem os grãos da fase primária de coalescer. O limite elástico e a resistência à tração são pouco afetados com a utilização de silício, porém a ductilidade diminui com o acréscimo deste componente. Adições de cobre melhoram a usinabilidade e aumentam a resistência mecânica (com redução da ductilidade). Adições de magnésio tornam as ligas endurecíveis por meio de tratamentos térmicos, elevando a sua resistência mecânica. As ligas com menores teores de silício (5 a 7% em peso) são normalmente empregadas para fundição em moldes de areia, enquanto que as ligas com maior teor (9 a 13% em peso) são normalmente utilizadas em moldes permanentes ou sob pressão. As ligas hiper-eutéticas destacam-se por sua elevada resistência ao desgaste, baixo coeficiente de dilatação térmica e elevada condutividade térmica. As principais aplicações envolvem peças de uso geral, cabeçote e blocos de motor, pistões e rodas automotivas, peças estruturais para a indústria aeroespacial, bombas, carcaças e componentes de suspensão.



Figura 2.4: Parte do diagrama de fases da liga A356 obtido via *software* Thermo-Calc<sup>®</sup>, considerando a presença de Fe, Cu, Mg, Mn e Ti (elementos normalmente existentes nesta liga).

O diagrama de fases obtido via *software* Thermo-Calc<sup>®</sup> (Figura 2.4) mostra a alteração na temperatura eutética destas ligas pela presença do elemento ferro (adicionado ou como impureza presente) e do magnésio e até pela presença de manganês. Esta temperatura via diagrama binário Al-Si é de 577°C e, considerando os outros elementos, é de 575,4°C.

### 2.2.3 Ligas de alumínio-zinco-silício

As ligas formadas por alumínio e zinco foram uma das primeiras ligas a serem comercialmente desenvolvidas, sendo usadas para proteção eletrolítica contra a corrosão. A exemplo do sistema Al-Si, o zinco forma um eutético com o alumínio, estando o ponto eutético a uma temperatura de 380°C a uma porcentagem em peso de 94,9% de zinco. Em se tratando das ligas à base de alumínio-zinco da série 7XX, elas apresentam boa usinabilidade e alto ponto de fusão, sendo convenientes para modelagens que necessitem ser feitas por soldagem (Hacth, 1984; Backofen, 1964). Entretanto, é na série 7XXX, que as ligas de alumínio-zinco apresentam maiores vantagens de aplicação. A primeira liga desta série a ser introduzida no mercado foi a liga AA7076, destinada à produção de aeronaves em 1940; mas, somente em 1943, com o desenvolvimento da AA7075, que este tipo de liga ganhou maior presença na indústria aeronáutica. Em 1960, foi introduzida no mercado a AA7001, sendo esta de maior resistência mecânica até então produzida comercialmente. Entretanto, dificuldades de produção e baixa tenacidade inviabilizaram seu uso extensivo. Recentemente, novas versões da liga AA7075 estão sendo empregadas em maior escala, devido à sua alta resistência mecânica e maior ductilidade (Hatch, 1990). Nas ligas desta série, MgZn<sub>2</sub> é a fase solúvel principal, constituída de partículas extremamente finas, e também há a formação de Mg<sub>2</sub>Si. Outros precipitados podem estar presentes, devido à presença de outros elementos como ferro e o cobre, como já explicitado anteriormente no item 2.2 (ASM Handbook, 2004).

Estudos foram realizados sobre a influência do silício nas ligas Al-Zn (Peres, 2012; Boas, 2012). De acordo com o trabalho executado por Peres (2012), que avaliou porcentagens de silício entre 3 a 6% em peso, a liga Al-5wt%Zn-5wt%Si foi a que obteve o maior potencial para tixoconformação, uma vez que apresentou maiores valores de circularidade e menores valores

médios de grãos e de glóbulos em estudos metalográficos para amostras reaquecidas a uma temperatura relativa à fração sólida de 45%. De acordo com Boas (2012), as propriedades mecânicas desta mesma liga também foram as que alcançaram um melhor resultado. A Figura 2.5 ilustra o diagrama de fases Al-5wt%Zn-Xwt%Si via software Thermo-Calc<sup>®</sup>.



Figura 2.5: Diagrama de Fases Al-5wt%Zn-Xwt%Si via software Thermo-Calc<sup>®</sup> (Boas, 2012)

#### 2.3 Fundamentos teóricos e técnicos

A característica mais importante do tixoprocessamento de um material no estado semissólido é a variação na morfologia dos cristais que ocorre durante seu reaquecimento, uma vez que o material esperado para a operação deva ser constituído basicamente por uma suspensão de sólidos globulares da fase primária de menor tamanho possível, envoltos pelo soluto e/ou eutético liquefeito (fase secundária), distribuídos de uma forma homogênea. Esta combinação será dependente primeiro das condições impostas de reaquecimento (temperatura de trabalho escolhida – ou seja, a porcentagem de fração sólida presente na pasta – tempo de permanência nela e taxa de aquecimento), mas, fundamentalmente, da morfologia da microestrutura inicial do lingote utilizado. Portanto, compreender os processos de solidificação a partir de uma liga no

estado fundido, ou seja, como ocorre a nucleação de grãos e sua evolução como formadores das diferentes zonas estruturais de um lingote que será utilizado numa tixoconformação, e sob quais influências a proporção relativa destas zonas e sua morfologia podem ser alteradas, se torna imprescindível.

# 2.3.1 Parâmetros termodinâmicos

Para se determinar as temperaturas de trabalho de um SSM, existem alguns métodos de caracterização dos diferentes parâmetros termodinâmicos e estruturais de um material (temperaturas de transição de fases e de estado). Os mais conhecidos são: Análise Térmica Diferencial (ATD), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Simulação Thermo-Calc<sup>®</sup>.



Figura 2.6: Esquema de um aparelho DSC e um gráfico genérico de medidas obtidas.

Os esquemas apresentados na Figura 2.6 visam oferecer uma explicação simplificada de como é obtido um gráfico de DSC. O princípio é simples: pela via da inserção de um termopar na amostra/material de referência sob aquecimento (ou resfriamento) constante, obtêm-se uma curva do tipo ilustrado. Por este gráfico (diferença de temperatura entre a amostra e o material de referência x variação da temperatura durante o aquecimento), pode-se observar uma primeira depressão referente a alguma transição de segunda ordem, outra referente a um processo endotérmico de fusão, mais uma depressão como sendo algum processo endotérmico de decomposição estrutural (estas depressões denotam algum tipo de variação na estrutura cristalina

e/ou variação em alguma propriedade física do material, como também pela dissolução de precipitados) e, finalmente, um pico exotérmico de mudança de fase. As depressões na curva são relativas às "quedas de temperatura" captadas pelo termopar, significando que a amostra absorveu muito calor para fazer uma transformação e o pico se refere à "liberação de calor" pela amostra.

Uma vez obtido os gráficos DSC para uma amostra, principalmente para uma liga desconhecida, a avaliação se este material é adequado para ser tixoconformável ou não se deve às seguintes observações:

- A curva do pico exotérmico não pode ser nem muito alta nem muito estreita, porque ambas denotariam uma diferença da transição de sólido para líquido numa faixa de temperatura muito pequena (é necessária uma faixa de temperatura de trabalho suficientemente larga para ser possível o controle das modificações morfológicas do SSM durante o processamento industrial);
- O pico não pode ser muito estreito também pelo motivo de que não se faz evidente a transformação e, assim, não haverá precisão de dados (esta análise térmica é executada em condições de aquecimento e resfriamento lentas, praticamente em equilíbrio cerca de 5°C/min em contrapartida aos processos industriais que ocorrem, por exemplo, numa taxa de aquecimento rápida de 80°C/min e de resfriamento mais rápida ainda; portanto, as transições seriam rapidíssimas, sem controle microestrutural).

Contudo, a Simulação Thermo-Calc<sup>®</sup> é a que apresenta resultados mais confiáveis, porque melhor se aproxima dos resultados reais das temperaturas de transição de uma liga *versus* fração líquida, uma vez que utiliza o método CALPHAD de cálculo para materiais que possuam multicomponentes. Este método utiliza de um modelo matemático que considera diversos parâmetros simultaneamente: a existência dos vários constituintes existentes numa liga (suas propriedades termodinâmicas e diagramas de fase, conforme o banco de dados pertencente a este programa), juntamente à Equação de Scheil (condições fora do equilíbrio termodinâmico).

## 2.3.2 Parâmetros morfológicos

Logo que o material fundido a uma determinada temperatura chamada de "temperatura de vazamento" (temperatura acima da temperatura liquidus do material) é despejado num molde para a fabricação de um lingote, dependendo de como o vazamento do material fundido seja feito (se fluxo laminar ou turbulento; se a alimentação acontecer por cima ou por baixo do molde), já se inicia a formação dos primeiros agrupamentos de átomos da fase primária junto às paredes do molde. Estas formações com mesmo arranjo cristalino podem ser consideradas como embriões que, dependendo de atingir ou não as condições termodinâmicas necessárias, podem se transformar em núcleos ou se dissolverem novamente, caso incorporem ou percam átomos. Como a energia livre do sólido é menor do que a energia livre do líquido, esta diferença representa a força motriz para a transformação da fase líquida na fase sólida. Esta diferença de temperatura do metal superaquecido para uma temperatura abaixo da temperatura de fusão, para que o processo de solidificação se inicie, é denominada de *super-resfriamento* e é normalmente necessária para vencer a barreira energética associada à influência da energia de superfície e permitir a nucleação da nova fase. Por outro lado, quando o material é uma liga metálica, há um perfil diferenciado de temperatura à frente da interface sólido-líquido, devido à segregação de soluto e, portanto, uma maior concentração deste. Ou seja, seguindo a linha liquidus do diagrama de fase para esta concentração maior, nesta região a temperatura será inferior à temperatura do início da solidificação. Esse fenômeno é denominado de super-resfriamento constitucional. Após o superresfriamento necessário para a nucleação, a temperatura sobe novamente até a temperatura de fusão pelo início de liberação do calor latente, e este ciclo se mantém até o final da solidificação de todo o material. O super-resfriamento necessário é maior para o caso da nucleação homogênea (isento de agentes nucleantes) e menor para o caso da nucleação heterogênea, porque o agente nucleante facilita a formação da nova fase. Este super-resfriamento pode variar de frações de grau a até dezenas ou centenas de graus, dependendo do tipo de metal, de sua massa, da extração de calor envolvida no processo e do tipo de nucleação. Na prática, em geral, a nucleação ocorre de forma heterogênea, devido às impurezas existentes no metal e às paredes do molde, por exemplo, não exigindo super-resfriamentos elevados (Santos, 2006).

Devido à estrutura cristalina dos metais, estes apresentam um crescimento prioritário em

certas direções definidas da rede (as estruturas cúbica de faces centradas e cúbica de corpo centrado, por exemplo, apresentam crescimento nas direções da família <100>). Assim, a direção cristalográfica preferencial do componente principal da liga começa a exercer um efeito mandatório e o desenvolvimento da fase primária passa a ocorrer de forma regular e, principalmente, na direção perpendicular à parede, porque na direção da extração de calor (Figuras 2.7). Contudo, conforme a estrutura se alonga, sua seção transversal também se desenvolve simultaneamente nas outras direções cristalográficas, criando ramificações laterais, apresentando assim uma forma de cruz, denominadas de dendritas. À medida que a velocidade de crescimento é aumentada ainda mais (devido à taxa de resfriamento imposta pela diferença de temperatura entre a pasta e o molde), as ramificações secundárias e terciárias encorpam, dando à estrutura uma aparência de "árvore". À frente da ponta da dendrita primária está na temperatura *liquidus* e a base dela na temperatura *solidus*. A dinâmica deste processo provoca a segregação do soluto (quantidade que dependerá da composição da liga no seu diagrama de fase), determinando a preponderância do crescimento dos grãos como crescimento competitivo, portanto, determinando a morfologia do material em solidificação.



Figuras 2.7: Esquematização do crescimento dendrítico na forma de "árvore".

Simplificadamente, se houver um resfriamento rápido da pasta pelas paredes do molde (molde muito frio ou refrigerado), e/ou na superficie livre liquefeita, acontecerá a nucleação de pequenos grãos com direções aleatórias (Figura 2.8a). O tamanho dessa *zona coquilhada* dependerá das propriedades termofísicas do molde, do coeficiente de transferência de calor metal/molde e da temperatura de vazamento. Mas, se houver um pré-aquecimento do molde, esta zona coquilhada pode ser insignificante, ou com uma temperatura de vazamento muito alta, poderá ocorrer a refusão de grande parte desses cristais aleatórios nucleados. Conforme se dá ou não a formação coquilhada, os grãos que não tiverem sua direção favoravelmente à retirada de calor (ou seja, perpendicularmente à parede do molde), terão seu crescimento bloqueado, dando origem a cristais "paralelos", compondo a chamada *zona colunar* (Figura 2.8b-e). Esta região é tão maior quanto menor for o gradiente de temperatura entre o SSM e o molde.



Figuras 2.8: Desenhos representativos de uma: a) zona coquilhada; b-e) formação da zona colunar (Ohno, 1987) (Flemings, 1991).

A partir de um certo ponto, por razões várias, como forças exercidas pelas correntes convectivas e/ou movimentos na pasta impostos por meios externos (agitação mecânica ou eletromagnética, por exemplo), inicia-se a quebra mecânica das pontas das dendritas da região colunar e o desprendimento das suas ramificações secundárias e terciárias (Figuras 2.9):



Figuras 2.9 a/b/c/d: Esquema de multiplicação cristalina por quebra da dendrita.

Estas partículas cristalinas são carregadas pelo fluxo do metal ainda fundido e se tornam novos núcleos, junto aos outros núcleos que foram gerados na superfície da pasta e precipitaram (dependendo da relação de densidade entre os componentes), passando a se desenvolver nas regiões adjacentes como "dendritas equiaxiais". Por terem provavelmente orientações cristalinas diferentes, acabam por bloquear a formação anterior colunar e, se esta outra região já estiver numa temperatura suficientemente baixa, estes novos núcleos terão uma chance maior de sobrevivência sem se refundirem e, assim, selar o interior do lingote como uma *zona equiaxial central*. De maneira geral, os grãos formados na zona coquilhada da superfície do lingote em contato com o molde possuem tamanho inferior aos grãos encontrados na zona equiaxial central, como ilustrado na Figura 2.10c.



Figuras 2.10: Desenhos representativos da evolução do desenvolvimento das zonas coquilhada, colunar e equiaxial central.

As razões da morfologia da dendrita principal e seus braços serem alteradas podem ocorrer devido aos fenômenos:

- Ostwald ripening: relativo a fenômenos de minimização da energia de superfície. Envolve a transferência de massa preferencialmente de superfícies com pequeno raio de curvatura para outras de elevado raio, tendendo a tornar as superfícies internas mais planas ou com maior raio de curvatura (incluindo também a dissolução de pontas e cantos de microestruturas, esferiodizando-as). Ocorre como um fenômeno regido por transporte de massa no meio líquido entre as partículas sólidas, ou seja, se dá pela difusão do soluto: os átomos do soluto segregado migram ou são carregados pelas correntes convectivas para longe dos braços dendríticos, reduzindo o número de ramos e aumentando a distância entre eles. Portanto, quanto mais fortes as correntes convectivas (causadas por altos gradientes térmicos e/ou por turbulências provocadas por algum tipo de agitação externa), a difusão do soluto ocorrerá de forma mais acelerada. Algumas possibilidades foram propostas por Kattamis e Flemings (1967) (Figuras 2.11a 1/2) e por Kahlweit (1968) (Figuras 2.11a 3);
- <u>Engrossamento</u>: regido por reações de interface por difusão sólido-sólido, ou seja, acontece pelo "crescimento lateral" das dendritas, quando há baixos níveis de turbulência de fluxo (baixos gradientes térmicos ou mínimo efeito de agitação externa), permitindo o "encorpamento" natural dos braços dendríticos. Existem os modelos propostos por Kirkwood e Young (1992) (Figura 2.11b-1) e Genda (1987) (Figura 2.11b-2) que envolvem a aglomeração ou aproximação de ramos secundários. Este fenômeno não é desejável, porque o engrossamento dos braços dendríticos poderá

envolver partes do soluto que não foi carregado (como ilustrado na Figura 2.11b-2), prendendo-o, ou retendo-o em poças uma porção de eutético;

- <u>Coalescência</u>: caso haja o encontro de pequenas dendritas de mesma orientação cristalina em alguma região da pasta, haverá a difusão direta sólido-sólido, ou seja, o fenômeno do engrossamento por coalescência (pela "cola lado a lado" entre elas), formando um grão de tamanho grande;
- <u>Sinterização</u>: aglomeração entre glóbulos, possibilitada por alta temperatura (fortes correntes convectivas e difusão dos elementos). As partículas colidem entre si e se unem.

Segundo os trabalhos de Robert (1989) (1993), é mostrado que, para altas frações sólidas, os mecanismos de coalescência são preponderantes e que, para baixas frações sólidas, os mecanismos de Ostwald ripening que preponderarão como modificações na estrutura dendrítica para globular.



Figuras 2.11: a) Mecanismos de Ostwald ripening propostos por (1/2) Kattamis e Flemings (1967) e (3) Kahlweit (1968); b) Mecanismos de engrossamento propostos por (1) Kirkwood e Young (1992) e (2) Genda (1987).

A quebra mecânica dos braços dendríticos da região colunar, por intenso fluxo do líquido (fortes correntes convectivas), acontece também devido à:

- <u>Empescoçamento</u>: segregação do soluto e seu acúmulo na base da dendrita "corroendo-a", facilitado se o soluto apresentar baixa difusibilidade;
- <u>Destacamento</u>: pela força do fluxo "dobrar" a dendrita, criando tensão na base, facilitando a posterior retirada dela pelas correntes convectivas;
- Fragilização: pela força do fluxo "dobrar" a dendrita, retirando-a da direção preferencial de crescimento (direção da perda de calor) e criando um contorno de baixo ângulo que facilitará a penetração de líquido, facilitando quebra posterior.

O processo de nucleação para a formação da zona coquilhada contígua às paredes do molde, da zona colunar e equiaxial central, pode ocorrer de acordo com os seguintes mecanismos, simplificadamente ilustrados pela Figura 2.10a:

- Mecanismo de Separação de Ohno: os núcleos são formados apenas nas regiões mais frias (parede do molde e/ou junto à superfície do líquido). Pela diferença de temperaturas, o crescimento destes novos núcleos é rápido, com conseqüente super-resfriamento. Este rápido crescimento promove o "empescoçamento" (se existir soluto) e as correntes convectivas arrancam estes cristais, levando-os para outras regiões do líquido. Dependendo se a temperatura de vazamento não for tão elevada, haverá condições termodinâmicas destes núcleos sobreviverem e não serem refundidos. Assim, novos núcleos são formados novamente junto à parede livre do molde, provocando então uma nucleação em cadeia, até determinado momento de saturação (Ohno, 1987);
- <u>Mecanismo do Big-Bang de Chalmers</u>: descrito como uma nucleação copiosa junto à parede do molde, devido ao choque térmico metal fundido/molde refrigerado, e estes núcleos formados crescem rapidamente, possibilitando a rejeição de soluto já nos primeiros instantes da solidificação. Portanto, forma-se uma região super-resfriada constitucionalmente que possibilita a sobrevivência dos núcleos formados neste coquilhamento inicial. Com o crescimento subseqüente do sólido em contato com a parede do molde, a frente de solidificação "empurra" os grãos coquilhados para o centro do lingote, até que estes grãos possuam tamanho suficiente para barrar o crescimento da zona colunar (Chalmers, 1964);
- <u>Mecanismo de showering de Southin</u>: núcleos podem surgir na superfície livre do líquido, devido ao resfriamento por radiação, precipitando para o interior (*"showering"*) ou mesmo crescendo a partir da superfície, dando origem a uma zona colunar. Esta quarta zona estrutural é formada de dendritas grosseiras colunares que acompanham a morfologia do rechupe existente num lingote fundido. Southin propõe que a quebra dos ramos dendríticos desta quarta zona pode acontecer devido a pequenas vibrações, ruptura devido ao próprio peso da camada, ou ainda pelo efeito da contração de solidificação, crescendo livres na frente da interface sólido-liquido (que se desenvolveu na direção perpendicular às paredes do molde) de maneira equiaxial (Southin, 1967);
- <u>Nucleação da frente da interface de crescimento (Winegard e Chalmers)</u>: em estágios

mais avançados da solidificação (após a nucleação por algum dos mecanismos já citados), o super-resfriamento constitucional pode atingir valores elevados e permitir nova nucleação em substratos até então inoperantes mais ao centro do lingote, crescendo de maneira independente e equiaxial. Pode até ocorrer nucleação homogênea, se houver altos gradientes térmicos nesta região (Winegard, 1953);

- <u>Mecanismo da multiplicação cristalina (Jackson, Tiller e Flemings)</u>: conforme núcleos são formados pela via dos mecanismos já citados e já em fase de crescimento, os braços dendríticos secundários sofrem empescoçamento por acúmulo de soluto em suas raízes e se desprendem do ramo principal da dendrita. Estes novos núcleos se desenvolverão de maneira independente e equiaxial, constituindo novos grãos, se sobreviverem à frente da interface sólido-líquido (região de liberação de calor latente) (Jackson, 1966);
- <u>Nucleação extensiva</u>: ocorre em todo o volume do líquido, e não só nas paredes do molde e superfície do líquido, por ação dos substratos de nucleação, formando grãos equiaxiais por todo o volume (Ohno, 1987).

Assim, de acordo com os vários mecanismos de formação de núcleos e mecanismos de crescimento das zonas coquilhada, colunar e equiaxial central após o vazamento, tem-se o aspecto geral de um trecho de lingote na forma esquemática das Figuras 2.12:



Figura 2.12: Esquematização das zonas coquilhada, colunar e equiaxial central de um lingote: a) corte longitudinal; b) corte transversal.).

Porém, a microestrutura desejada para trabalho com um material reaquecido ao estado semissólido deve ser livre de dendritas, ou seja, com os grãos pequenos na forma mais esférica possível e com o mínimo de poças retidas em seu interior. Para que isso ocorra, a zona colunar deve ser minimizada ou até suprimida na formação do lingote, uma vez que, durante o reaquecimento do material para a tixoconformação, os grãos maiores desta zona não serão

fundidos totalmente. Para tal, utilizam-se técnicas de refino de grão. Também se torna imprescindível a esferiodização das dendritas equiaxiais formadoras das zonas coquilhadas superficial e central durante o reaquecimento. Uma següência esquemática deste processo de globularização está mostrada nas Figuras 2.13 (Flemings, 2002): a morfologia das dendritas equiaxiais é alterada (por meio de estímulos físicos e/ou químicos e, depois, pelo fenômenos de Ostwald ripening, engrossamento e coalescência durante o reaquecimento), deixando-as de uma forma mais ou menos esférica. Esta separação dos braços dendríticos da "dendrita mãe" e alteração na sua geometria pode ocorrer de duas maneiras diferentes: ou rapidamente esferiodizar e crescer, conforme o processamento escolhido, (como mostrado esquematicamente pela rota "aa2" na Figura 2.13), ou crescerem separadas da dendrita inicial por engrossamento e coalescência (Figura 2.13b-e). Se o tamanho inicial das dendritas formadas é muito grande, a coalescência acontece ao longo das fases "b" e "b2" e a estrutura final se mostra como dendritas deformadas. retendo muito soluto e/ou eutético entre seus braços. As estruturas intermediárias "c" e "d" são as chamadas "rosetas", que não são desejadas, uma vez que produzem maior segregação de soluto do que as de formação globular, resultando também num aprisionamento de líquido no seu interior, como mostrado na Figura 2.13d. A formação da fase primária por crescimento esferoidal, como mostrado esquematicamente na Figura 2.13a/a2, é a ideal para tixoconformação, porque elimina a possibilidade de engrossamento e possui mais glóbulos esferiodizados sem poças retidas.

Este processo de esferiodização ocorre conforme os grãos vão sendo reaquecidos e é dependente da taxa de aquecimento imposta ao material, segundo a Equação 2.2 genérica (Santos, 2006):

$$dQ_t = mc \frac{\partial T}{\partial t} dt$$
 Equação 2.2

onde  $dQ_t$  é a quantidade total de energia absorvida por um elemento em um intervalo de tempo dt, c é o calor específico do material, m é a massa do elemento e  $\partial T / \partial t$  é a variação da temperatura imposta ao elemento num intervalo dt.



Figura 2.13: Esquematização de rotas para a esferiodização dendrítica (Flemings, 2002).

Mas, a esferiodização também pode acontecer se o material, já no estado semissólido, for mantido a uma temperatura constante por um tempo determinado, chamado de "tempo de espera". Smallman (1985) e Verhoeven (1987), com experimentos executados com diversas ligas, mostraram que os grãos da fase sólida crescem segundo a relação de LSW (Lifshitz-Slyozov e Wagner, 1961) durante um período isotérmico no estado já semissólido. Este mecanismo normalmente se descreve com a seguinte relação:

$$D^m - D^m_0 = Kt$$
 Equação 2.3

onde  $D_0$  é o tamanho médio inicial dos glóbulos, D é o diâmetro médio dos glóbulos depois de um tempo t de permanência isotérmica no estado semissólido, K é função das propriedades termofísicas da liga (como coeficiente de difusão, energia interfacial e da concentração de equilíbrio das partículas maiores) e da fração nominal de líquido presente (portanto, depende da temperatura de trabalho), e m é um expoente de crescimento, normalmente igual a três. Uma vez que o coeficiente de difusão e da concentração em equilíbrio aumentam exponencialmente com a temperatura, a velocidade de crescimento das partículas será maior quanto mais alta for a temperatura utilizada; ou, segundo esta equação, quanto maior o tempo de permanência numa dada temperatura, maior será o tamanho dos glóbulos. Portanto, a escolha da temperatura e do tempo de permanência na mesma tem de ser regulados para garantir uma razoável globularização da fase primária, porém limitando-os para minimizar o efeito do crescimento/coalescência. Devese observar também que, em ligas Al-Si (como a A356), o tempo para o reaquecimento e de permanência numa temperatura devem assegurar uma refusão completa e homogênea da fase eutética. A completa fusão do eutético depende unicamente da cinética de propagação de calor dentro do material, uma vez que dependente do tamanho da peça em estudo. Caso contrário, corre-se o risco de acontecer a coalescência dos cristais de silício mais ao centro da amostra, deteriorando as propriedades mecânicas do material produzido.

Lapkoski (1998) estudou o efeito do tempo de permanência do material numa mesma temperatura sobre o tamanho dos grãos em uma liga AA2017. Na Figura 2.14 são mostrados os resultados obtidos: nota-se como o tamanho de grão aumenta com o tempo de permanência numa mesma temperatura de trabalho e também como, para um mesmo valor de tempo, há um incremento no tamanho de grão com o aumento da temperatura de trabalho, confirmando os efeitos da relação LSW. Observa-se ainda que, para pequenos tempos de permanência, o incremento do tamanho de grão com a temperatura não é expressivo.



Figura 2.14: Relação entre o tamanho de grão e o tempo de espera (Lapkoski, 1998).

### 2.3.2.1 Métodos de obtenção de SSM

Para que uma matéria prima seja considerada própria para tixoconformação, são necessárias determinadas características microestruturais no lingote utilizado. Basicamente, uma estrutura não dendrítica, com tamanho de grãos reduzido, e com pouca ou nenhuma segunda fase retida no

interior dos grãos, de maneira que a viscosidade da pasta reaquecida seja a melhor para o tixoprocessamento escolhido. Ou seja, deve-se controlar a morfologia, dimensões, orientação e localização das zonas estruturais e seus grãos. Para que tais características sejam conseguidas, alguns procedimentos básicos são utilizados, chamados de *agentes químicos e físicos* (Atkinsons, 2005) (Robert, 2010). Estes agentes podem atuar de diferentes formas, simultaneamente ou não, interferindo na nucleação e/ou no crescimento dos grãos e na extensão das zonas coquilhada, colunar e equiaxial central de um lingote. A *interferência na nucleação* consiste em dinamizar a formação de núcleos extensivamente por todo o volume da pasta. A *interferência no crescimento* consiste em incentivar a modificação da estrutura dendrítica primariamente formada para uma estrutura globular. São os agentes:

# **QUÍMICOS:**

- <u>Escolha adequada dos elementos da liga para o reaquecimento do material</u>: de forma que se possa trabalhar numa faixa de temperatura larga o suficiente dentro do intervalo entre as temperaturas *liquidus* e *solidus* do diagrama de fases, para possibilitar um controle aceitável durante os processos industriais;
- <u>Escolha adequada dos elementos de liga para a produção do lingote</u>: de forma a alterar o intervalo de solidificação, devido à segregação de soluto e de todos os mecanismos que dele dependem, por exemplo:
  - uma porcentagem maior de soluto facilita o "empescoçamento" (principalmente, aqueles que possuem reduzida difusibilidade no líquido), permitindo o destacamento de partes da dendrita e/ou liberando a parede do molde para novas nucleações e consequente multiplicação cristalina;
  - elementos de liga segregados e combinados, os intermetálicos, podem atuar como sítios de nucleação, como ilustrado nas Figuras 2.15;
  - promovem super-resfriamento constitucional, criando condições de nucleação na frente de solidificação em crescimento;
  - promovem modificações nas características físico-químicas do líquido: alteração de viscosidade, tensão superficial e difusividade de soluto e de calor;



Figura 2.15: Esquematização de uma sequência de possíveis eventos para a nucleação da fase eutética de uma liga hipo-eutética de Al-Si: a) crescimento da fase de alumínio primário; b) nucleação da fase  $\beta$ -(Al,Si,Fe); c) nucleação do Si eutético sobre a fase  $\beta$ -(Al,Si,Fe) com a sequencial nucleação do Al eutético sobre este Si eutético e crescimento de todos; d) o crescimento da fase eutética bloqueia o desenvolvimento da dendrita de Al primário (Shankar, 2004).

- <u>Partículas em suspensão</u>: contaminações do molde, de rotores ou oriundas da matéria prima utilizada e óxidos da liga que sirvam também como sítios à formação dos núcleos primários;
- <u>Por refino de grão</u> (Figura 2.16): uso de substratos de nucleação uniformemente distribuídos (por exemplo, ligas-mãe de Ti e B ou outros sais dissociáveis no líquido, liberando elementos que reagem, formando o substrato) e em quantidades pequenas para não modificar significantemente a composição da liga, para:
  - o propiciar sítios para a iniciação de cristalizações de núcleos da fase primária;
  - o para que se associem quimicamente (por ex., nas ligas de alumínio com os nucleantes: titânio, como TiAl<sub>3</sub>, e boro como TiB<sub>2</sub>), de forma a também permitir o apoio inicial à formação de núcleos primários. A adição destes elementos também diminui a energia crítica para a nucleação. A formação e tempo de vida do intermetálico TiAl<sub>3</sub> depende da velocidade de resfriamento da liga (liga hiper-peritética) e a eficiência como substrato depende da sua morfologia: como placas alongadas (ruim); cruzes (pouco encontrado); placas (a mais utilizada). O boro, por modificar a tensão superficial do alumínio líquido, aumenta o molhamento do molde, permitindo maior formação de núcleos iniciais de solidificação. Também, a introdução do boro junto ao titânio modifica o diagrama de

fase Al-Ti, deslocando-o mais à esquerda, reduzindo assim a solubilidade do Ti no líquido (permitindo maior sobrevivência do TiAl<sub>3</sub> para teores inferiores de Ti), o que reduz a diferença de temperatura para a nucleação do TiAl<sub>3</sub>;

 requisitos básicos para um bom nucleador: deve possuir afinidade química com o metal base; bom ângulo de molhamento, boa dispersão no metal líquido (devem ser evitadas sua aglomeração, engrossamento ou sedimentação, de forma a otimizar sua interferência); possuir certa estabilidade (não pode se dissolver – ou seja, possuir ponto de fusão mais alto que o da liga – ou oxidar imediatamente quando inoculado).



Figura 2.16: Efeito da adição de refinador de grão Al-5Ti-1B, corte longitudinal em um lingote de Al-7Si com refrigeração apenas na região inferior: a) sem adição; b) com adição (Metan, 2009).

# FÍSICOS:

# • Promover a agitação na pasta de maneira:

*Mecânica*: se baseia em estimular mecanismos de formação da zona equiaxial pela promoção de agitação no líquido. Tais turbulências tendem a produzir um movimento relativo entre as dendritas e o líquido em contato com elas, facilitando os mecanismos de multiplicação cristalina que dependam da presença de correntes convectivas. O processo será mais eficiente numa morfologia dendrítica mais finamente ramificada. Podem ser utilizados rotores diversos horizontais ou verticais como pás, rodas dentadas, parafusos associados ou não a um sistema posterior de pistão, por exemplo, como mostrado nas Figuras 2.17;



Figura 2.17: Esquemas ilustrativos de exemplos de métodos de obtenção de microestruturas mais globularizadas via agitação mecânica: a) rotor imerso no material, produção estanque; b) rotor associado a um pistão, produção contínua.

• *Eletromagnética*: utilização de campo eletromagnético para gerar correntes convectivas no fluido por meio de bobinas enroladas ao redor do molde na posição horizontal, vertical, oblíqua ou mesclada, Figuras 2.18. Como um exemplo, a empresa de alumínio Pechiney desenvolveu e patenteou um sistema de agitação eletromagnética que provoca uma circulação na forma toroidal no metal líquido na parte superior do molde do lingote. Devido a essa circulação de metal na zona de agitação, os núcleos formados durante a solidificação não conseguem se desenvolver como dendritas grandes e ramificadas. Ao contrário, os núcleos se refundem parcialmente ao entrarem em contato com o metal mais quente na parte superior do molde, antes de se depositarem na frente de solidificação, acarretando num maior refinamento dos grãos. De acordo com experimentos efetuados por Wen Liu (2011), Figuras 2.19, observa-se resultados melhores de tamanho de grão e de circularidade, quando uma pasta da liga A356 é submetida a um campo eletromagnético alternado (horizontal/vertical/espiral) e por um tempo determinado entre as alterações. Pelas Figuras 2.20, pode-se observar o efeito do aumento de um campo eletromagnético sobre a microestrutura de uma liga de Al-Si. Pela Figura 2.21c, pode-se notar também que campos muito potentes promovem muita agitação, provocando porosidades. Portanto, deve-se encontrar um valor e tipo de campo o mais adequado com relação a uma estrutura mais refinada/produção de porosidades de acordo com as dimensões do lingote a ser fabricado.



Figura 2.18: Esquemas ilustrativos de modos de agitação eletromagnética para a produção contínua de lingotes: a) agitação vertical; b) agitação horizontal; c) agitação helicoidal (Niedermainer, 1998).



Figura 2.19: Influência do campo eletromagnético numa liga A356 no estado semissólido à temperatura de 595°C com relação ao tamanho de grão e circularidade: a) De acordo com a distribuição do campo eletromagnético; b) De acordo com o tempo de variação entre tipos de campo eletromagnético (Wen, 2011).



Figura 2.20: Corte longitudinal de lingotes com produção estanque de uma liga Al-7Si como exemplo do efeito da agitação eletromagnética horizontal e refrigeração, ambos apenas na região inferior: a) sem campo; b) com campo de 6 mT; c) com campo de 18 mT (Metan, 2009).

- *Por ultra-som*: vibração direta pela via da inserção de um piezo-eletrodo dentro do molde;
- Rotação e oscilação do molde: durante a formação dos primeiros núcleos junto à parede do molde, estes cristais são altamente instáveis e podem ser mais facilmente separados por agitações. A imposição de movimentos de vibração, rotação ou oscilação ao sistema metal/molde pode produzir efeitos acentuados de refino por multiplicação cristalina, devido às forças cisalhantes nas interfaces sólido/líquido. No caso de movimentos rotatórios, somente é observado refino em regimes transientes, isto é, com aceleração e desaceleração da rotação. Para movimentos rotatórios estacionários, não é observada alteração na estrutura do fundido, além do que, movimentos sem alternância, podem reduzir correntes de convecção naturais;





Figura 2.21: Micrografias como exemplos do efeito da agitação eletromagnética horizontal na produção estanque de lingotes da liga A356: a) apenas fundida; b) EMS 600W; c) EMS 900W; d) EMS 1200W (Zoqui, 2002).

Vibração do molde: efeito de refino eficiente. Primeiramente, como a superfície do Ο metal fundido é geralmente coberta com filmes de óxidos, é difícil, sob condições usuais, esperar um contato uniforme do metal com a parede do molde (variações na condutância). Assim, as vibracões fragmentam os filmes de óxido e promovem o molhamento do líquido na superfície do molde e, com isso, a taxa de resfriamento do metal aumenta. Ou seja, a nucleação de cristais pelo Mecanismo de Separação na parede do molde é promovida, gerando também uma estrutura de superfície mais refinada nos lingotes. Um segundo efeito é que as vibrações propiciam o crescimento dos cristais recém-formados já "empescoçados" e criam, simultaneamente, correntes convectivas para destacá-los e acontecer a multiplicação cristalina. Também, as vibrações geradas no metal ainda na forma líquida podem quebrar braços dendríticos da zona colunar e dispersar estas partículas sólidas mais finas para a geração da zona equiaxial central. Os resultados experimentais indicam que as vibrações no estágio inicial de solidificação são as mais efetivas para a separação de cristais. Entretanto, devido ao fato de que os núcleos separados podem ser refundidos no líquido ainda quente mais ao centro do lingote (se a temperatura de vazamento for muito elevada), a ação da vibração deve ser aplicada continuamente até que a temperatura do metal diminua o suficiente para que os novos núcleos sobrevivam, como pode ser observado pelas imagens das Figuras 2.22. Variações nos valores de freqüência e amplitude influenciam nas correntes convectivas, que afetam diretamente a forma e o tamanho das partículas da primeira e segunda fases. Se estes parâmetros forem considerados simultaneamente, ou seja,  $f^2$ . a (onde f é a freqüência e a amplitude), obtêm-se a "aceleração". Uma aceleração mais elevada significa uma intensidade de vibração maior, com correntes convectivas mais fortes e, portanto, produzindo partículas menores e mais circulares. De acordo com experimentos feitos com a liga A356 (Shusen, 2008), obteve-se os gráficos da Figura 2.23, os quais mostram claramente a diminuição no tamanho dos grãos e sua maior circularidade para valores maiores da aceleração.



Figura 2.22: Micrografias de uma liga A356 exposta a vibração (freqüência fixada de 55 Hz) sob diferentes acelerações, simultaneamente sob variação da temperatura de vazamento (Limmaneevichitr, 2009).



Figura 2.23: Efeitos da intensidade de vibração sobre uma amostra de uma liga A356 no: a) diâmetro médio de partículas primárias; b) fator de forma (Shusen, 2008).

Contudo, existe, para cada tipo de sistema, limites de utilização eficaz da vibração. Como pode ser observado pelas Figuras 2.24 em amostras de uma liga Al-Si hipereutética, pouca vibração altera pouco a microestrutura do material e muita vibração pode acarretar na aglomeração e sinterização tanto da fase primária, como dos cristais de silício, produzindo um material com propriedades mecânicas inferiores.



Figura 2.24: Micrografías de uma liga de Al-Si hiper-eutética exposta a vibração (freqüência fixada de 100 Hz) com amplitudes de: a) 49  $\mu$ m; b) 149  $\mu$ m; c) 199  $\mu$ m (Abu-Dheir, 2004).

Outro efeito importante da aplicação de vibração durante a solidificação de um lingote está na diminuição da porosidade do material, como se pode observar pelo gráfico da Figura 2.25, obtido pelos experimentos realizados por Taghavi et al. (2009) sobre amostras de uma liga A356.



Figura 2.25: Gráfico da variação da densidade de amostras de uma liga A356 versus tempo de vibração sob várias frequências (Taghavi, 2009).

# • Por processos diversos de conformação plástica: rolos compressores, prensas, pistões,

extrusoras;

- Por borbulhamento de gás inerte no metal líquido: a promoção de borbulhamento de gás inerte no interior do metal líquido pode resultar no refino da estrutura do fundido, devido à geração de turbilhonamento e consequentes correntes convectivas, desde que observados determinados requisitos: deve ocorrer em uma estrutura ainda em solidificação, como também numa quantidade de gases adequada (excessos podem proporcionar retenção de gases e gerar porosidades; quantidades reduzidas podem não produzir o efeito desejado);
- Altura de vazamento do material fundido: a própria operação de vazamento do metal líquido no molde, como escolher a altura de vazamento, pode promover o refino da estrutura, uma vez que pode ocasionar turbulências suficientes no líquido para ativar os mecanismos de multiplicação cristalina e, portanto, a formação da zona equiaxial (Figuras 2.26). Mas, para que os cristais deslocados sobrevivam, é necessária a escolha correta da temperatura de vazamento. Caso contrário, estes cristais irão se refundir;



Figura 2.26: Seção longitudinal de lingotes de alumínio comercial produzidos com diferentes alturas de vazamento: a) h=30 cm; b) h=50 cm (Robert, 2010).

 <u>Controle da temperatura de vazamento da pasta</u>: altas temperaturas de vazamento acarretam no rápido aquecimento das paredes do molde, diminuindo o grau de formação de núcleos na mesma. Também, diminui a taxa de transferência de calor a ela (oriundo da liberação do calor latente na interface sólido/líquido), minimizando a sobrevivência dos novos núcleos destacados por mecanismos de multiplicação cristalina. Pode-se observar pelas Figuras 2.27 que, a temperaturas mais baixas de vazamento, pode acontecer um efeito de refino eficiente, uma vez que possibilita a sobrevivência de cristais no centro do lingote, oriundos de qualquer outra parte pelos mecanismos de nucleação e multiplicação cristalina já citados. Porém, há um limite na redução desta temperatura, uma vez que o metal irá se solidificar mais rapidamente, diminuindo o tempo para que a turbulência e correntes convectivas possam atuar junto aos mecanismos da multiplicação cristalina;

<u>Taxa de extração de calor pelo molde e escolha da temperatura do molde</u> (de acordo com variados sistemas de refrigeração nas paredes do mesmo): como já explicitado quando na explanação dos mecanismos de multiplicação cristalina, altas taxas de refrigeração promovem um coquilhamento mais fino, como se pode observar nas Figuras 2.28, nas quais são mostradas a influência de um bloco refrigerado no canto direito do lingote;



Figuras 2.27: Micrografias com luz polarizada de amostras retiradas de lingotes de Al-7Si fundidos em molde de cobre, mostrando o efeito da variação da temperatura de vazamento sobre o tamanho dos grãos: a) 690°C; b) 660°C; c) 630°C (Nafisi, 2006).

<u>Diversas maneiras de pré-refrigeração</u>: antes de o metal líquido entrar no molde, como passar por uma placa com furos ou derramar o metal sobre uma pequena rampa, ambos refrigerados. Este procedimento visa promover alto coquilhamento em canais de entrada do metal líquido no molde, isto é, fornecer ao líquido, já no vazamento, uma grande quantidade de núcleos pela via dos Mecanismos de Separação e Big-Bang. O sucesso desta operação depende das condições de sobrevivência no líquido de tais núcleos;



Figura 2.28: Seção longitudinal de lingotes de alumínio comercial: a) sem refrigeração no molde; b) com o uso de um bloco metálico como resfriador em uma das extremidades. (Ohno, 1987).

- Compreensão dos parâmetros termodinâmicos envolvidos como:
  - Transferência de calor metal/molde: dependente dos valores relativos de Ο condutividade térmica dos materiais envolvidos. Altas taxas de transferência de calor na interface metal/molde favorecem o coquilhamento e, portanto, a promoção de refino da estrutura em solidificação. Entretanto, há limites na contribuição deste fator no efeito de refino, caso o sistema possua moldes robustos ou de alta condutividade térmica. Contudo, como a condutividade térmica da interface metal/molde depende do coeficiente de transmissão de calor de eventuais camadas superficiais (pinturas nas paredes do molde, rugosidade, por exemplo), pode-se controlar (até certo ponto) a estrutura de solidificação pela alteração apenas deste parâmetro. Assim, moldes polidos tendem a fornecer estruturas mais refinadas que moldes pintados com revestimento isolante ou revestidos com pó de grafite. Também, quando um metal fundido é vazado num molde com baixa capacidade de resfriamento (por exemplo, num molde de areia) o número de núcleos na parede do molde será muito menor e tenderão a crescer do que no caso de um molde com alta capacidade de resfriamento (por exemplo, em moldes metálicos), como se pode observar nas Figuras 2.29;



Figura 2.29: Seção longitudinal de lingotes de Al-2%Cu produzidos com moldes de diferentes materiais,: a) molde de areia, K=0,002 cal/cm.°C.s; b) molde de ferro fundido, K=0,10 cal/cm.°C.s. (Robert, 2010).

- Liberação de calor latente: quando acontece a nucleação, ocorre o crescimento do cristal pela adição de mais átomos existentes no líquido. A cada átomo adicionado ao sólido está relacionada uma liberação de energia como calor latente. Se esse calor adicional não for removido a contento, a temperatura do material irá se elevar novamente, o que impediria a seqüência de solidificação, além de refundir os núcleos cristalinos recém-formados. Portanto, se faz necessária a extração deste calor pela via das paredes sempre mais frias do molde através do eixo principal do próprio cristal agregado a elas, ou mesmo por meio da redistribuição de calor via correntes convectivas;
- Correntes convectivas e seus efeitos de arraste/segregação de soluto/solvente: dependendo do diagrama de fases da liga e das concentrações envolvidas dos outros elementos, os fenômenos de Ostwald ripening e coalescência irão acontecer, como também os de "empescoçamento" e quebra de dendritas, como já citado previamente, com o arraste dos novos núcleos para outras regiões da peça.

Outras características na microestrutura do SSM que também são importantes (algumas já citadas) para apreciação final quanto às propriedades mecânicas da peça a ser produzida são:

- Inclusões: outras substâncias formadas pela associação química entre determinados componentes da liga e/ou nucleantes, podendo prejudicar o comportamento viscoso da pasta como se fosse "areia" ("efeito areia"), caso não se fundam na temperatura de trabalho. Inclusões primárias são aquelas oriundas da adição de um refinador de grão ou de produtos adicionados que reagem quimicamente, provocando a formação de óxidos, sulfetos e nitretos. Inclusões secundárias se formam durante ou após a solidificação como decorrência da rejeição de impurezas para as regiões interdendríticas (oriundos do molde ou do rotor corroídos). São inclusões macroscópicas bem visíveis que não tiveram tempo de decantar ou flutuar para a superfície da peça;
- <u>Trincas de contração</u>: são provocadas pelas tensões que surgem durante o resfriamento, causadas pela resistência do molde ou por restrições à contração de seções mais delgadas ou mais espessas que se resfriam mais lentamente, ou quando existe um filme de óxido que separa duas camadas metálicas que resfriam também em velocidades diferentes ("gota fria");
- <u>Porosidades</u>: macroporosidades podem surgir de uma alimentação de metal líquido inadequada, ou por contração de solidificação; microporosidades surgem por fenômenos de contração por solidificação diferenciada em escalas microestruturais (quando o metal líquido não consegue fluir pelos canais interdendríticos para compensar a contração do metal – as poças retidas), ou pela presença de gases no metal líquido, originados por reações químicas;
- <u>Bolhas</u>: podem se formar a partir de diversas causas como aprisionamento de ar pela corrente de metal líquido durante o vazamento no molde, muita geração de gás por meio de reações químicas do metal líquido com o material do molde ou do recobrimento do molde, e por reações químicas em larga escala entre os componentes da liga metálica durante o processo de solidificação.

Tendo todas estas condições em mente, um SSM com grãos primários equiaxiais na forma de glóbulos de tamanho reduzido – cerca de 70 a 150 mícrons – rodeados por um "filme líquido" eutético de baixa temperatura de fusão está pronto para ser trabalhado por qualquer da rotas de tixoprocessamento.

## 2.3.2.2 Compreensão da estrutura tridimensional

Na grande maioria das vezes, a caracterização dos materiais é feita obtendo-se imagens de uma amostra por meio de um microscópio ótico e analisando-as, de maneira a se conseguir informações sobre a microestrutura do material por meio de diversas técnicas. Porém, uma microestrutura não deve ser entendida apenas ao se observar uma imagem bidimensional, pois pode-se incorrer em erros básicos:

**1.** Um glóbulo (representado pela seção transversal mostrada por uma imagem obtida por microscopia ótica), se visto separado de outro adjacente, ambos poderão estar interconectados em outros níveis (Figuras 2.30a-b), ou seja, formam uma seqüência de "pseudo-glóbulos";

2. Pode haver aglomeração, isto é, um processo de sinterização entre glóbulos durante o processo de agitação mecânica na solidificação do material (Figura 2.30c) e estes pontos de união podem não estar visíveis na imagem;

**3.** Coalescência entre glóbulos, que ocorre durante os períodos de permanência numa mesma temperatura ("tempos de espera"), tendo como conseqüência uma possível imagem novamente como a da Figura 2.30c, não obrigatoriamente visível numa imagem bidimensional;

**4.** Observação verdadeira da existência ou não de porosidades, já que o polimento prévio (para ser possível a fotografia) poderá "arrancar" partículas mais duras, ou mesmo preencher lacunas, se o material for muito mole.

Em todos os casos, tanto se pode ter maiores dificuldades para o tixoprocessamento (uma vez que uma rede de glóbulos conectados e/ou glóbulos não exatamente pequenos e esferiodizados, exigirá uma força de tixoconformação superior à que se esperava, portanto, um valor de viscosidade maior ao que se supunha em princípio), como as propriedades mecânicas do material poderão ser inferiores (devido a erros na caracterização das falhas microestruturais).

Para se contornar parte destes problemas, pode-se fazer fotografias em microscópios óticos que possuam luz polarizada e se observar a superfície de uma amostra bem polida (até 1  $\mu$ m) que teve sua superfície tratada por oxidação anódica, no qual os contornos da microestrutura são atacados e a superfície é recoberta por uma camada de óxido. Quando a amostra é observada sob

a luz polarizada, revela-se as diferentes orientações cristalográficas por meio de diferentes cores, pois oriundas de diferentes difrações da luz. Assim, no presente trabalho, denomina-se "glóbulo" a uma microestrutura "isolada" pela segunda fase (mais evidenciada nas imagens preto e branco, Figuras 2.30a/c e Figura 2.31b) e "grão" às microestruturas adjacentes que possuam a mesma tonalidade (Figura 2.31a). Também, assume-se que as de mesma tonalidade, porém mais distantes entre si, não estejam interconectadas.



Figuras 2.30: a/b) Esquema ilustrativo de interconexão de uma dendrita, mas vista em separado quando cortada e polida; c) Ilustração de interligações entre glóbulos (sinterização) geradas por colisão durante a agitação mecânica no processo de solidificação ou mesmo por coalescência.



Figuras 2.31 a/b: Imagens de uma amostra fundida da liga AA2011, Proni (2010).

Para uma análise estrutural mais minuciosa, pode-se fazer uma varredura via microtomografia por raios-X (Figuras 2.32) ou via radiação síncrotron. Por estes métodos, pode-se fazer uma análise direta (nível de resolução de 2 mícrons) de uma amostra sem a necessidade de resfriá-la (ao se resfriar a amostra para ser possível fotografá-la, a microestrutura irá se alterar, porque terá solidificado), uma vez que é utilizada uma câmera digital ultra-rápida que permite um completo escaneamento em 10 segundos. Por reconstrução computacional, pode-se compor uma
imagem tridimensional ("3D"), obtendo-se o volume da fração líquida, distribuição e tamanho de glóbulos, distribuição dos canais líquidos, a área por unidade de volume da interface sólido/líquido, além de outros defeitos estruturais como porosidades e particulados (Ludwig et al., 2004):



Figuras 2.32: a) Esquema de um equipamento de microtomografia de Raio-X; b) Representação "3D" da fase sólida de uma liga Al-Cu obtida por meio deste método (a lateral do cubo é de 0,6 mm). (Ludwig et al., 2004).



Figuras 2.33: a) Esquema de uma interconexão globular de uma liga Al-Si (Ito et al., 1992); b) Esquema tridimensional de uma célula inteira de uma liga Al-Cu (Niroumand, 2000).

Anteriormente ao uso dos raios-X, a compreensão da microestrutura "3D" era feita polindose várias camadas seqüenciais de uma amostra, fotografando-as, e construindo uma imagem em volume. Como exemplos deste procedimento, tem-se o trabalho feito inicialmente com a liga de Al-Si (Ito e Flemings, 1992) com as fotografias tiradas a cada 40 mícrons (Figura 2.33a), e o experimento com uma liga de Al-Cu (Niroumand, 2000), com fotos a cada 20 mícrons entre cada seção. A Figura 2.33b (esquema gerado pelo programa de computador AutoCAD) ilustra a complexidade de uma estrutura com aglomerações e interconexões entre os "pseudo-glóbulos" como um único grão, ou uma formação mais ampla como um "esqueleto dendrítico".

#### 2.3.3 Parâmetros reológicos

A viscosidade é um dos principais parâmetros para estudos reológicos dos materiais no estado semissólido, uma vez ser um excelente indicador da capacidade de preencher moldes, além de ser um delimitador da força que será necessária para o tixoprocessamento. Contudo, a viscosidade de um SSM pode variar, dependendo de características metalúrgicas e do tipo de processamento escolhido.

- <u>Parâmetros metalúrgicos</u>: as características metalúrgicas mais significativas de ligas no estado semissólido que produzem efeitos sobre a viscosidade são as seguintes:
  - *Fração sólida*: um dos mais importantes parâmetros que afetam a viscosidade de uma pasta é a porcentagem de fração sólida da fase primária (no caso das ligas de alumínio, o Al-α). Ela é determinada pela faixa de temperatura de trabalho possível pela composição química da liga, delimitada pelo ponto de composição no diagrama de fase. Portanto, dependente da temperatura de trabalho escolhida dentro dessa faixa, como se pode observar pela equação de Scheil (fora do equilíbrio termodinâmico):

$$fs = 1 - \left(\frac{T_F - T_L}{T_F - T}\right)^{1/(1-k)}$$
Equação 2.4

onde *fs* é a fração sólida,  $T_F$  é a temperatura de fusão do elemento principal (no caso das ligas de alumínio, 660°C),  $T_L$  a temperatura *liquidus* da liga utilizada, T a temperatura de trabalho escolhida para se obter o estado semissólido e k o coeficiente de partição. A porcentagem de fração sólida efetiva para ligas com vários elementos pode ser obtida pela via de *softwares*, como visto no item 2.3.1;

 Morfologia da fase primária: a morfologia da fase primária possui um forte efeito sobre o fluxo dos SSM. Estudos feitos por Lashkari mostram que, para uma mesma fração sólida, pastas com estruturas dendríticas possuem maior viscosidade que aquelas com estrutura equiaxial (Lashkari, 2007). No caso, o tipo de coesão estrutural existente é a interação entre os "esqueletos dendríticos" (extensão completa e complexa de uma única formação cristalina, como visto nas Figuras 2.33) que tendem a se "enganchar" uns nos outros, implicando numa resistência ao fluxo;

- Distribuição e tamanho de grão: é esperado um melhor fluxo de partículas com microestrutura refinada distribuídas homogeneamente, uma vez que partículas menores podem se mover mais livremente umas sobre as outras com menos colisões, acarretando num valor de viscosidade menor. Contudo, há a tendência de partículas em suspensão numa matriz líquida a se aglomerarem, e esta tendência pode ser intensificada, dependendo da força externa aplicada sobre a pasta, acarretando num aumento da viscosidade (Liu et al., 2003);
- Composição química da liga e temperatura de vazamento: os efeitos sobre a adição de outros componentes de liga como refinadores de grão, assim como o super-resfriamento constitucional provocado por eles, já foram discutidos previamente, ambos atuando diretamente sobre a morfologia dos grãos presentes na pasta reaquecida (Shankar, 2004). Contudo, quanto maior a porcentagem de elementos de liga, menor será a porcentagem de Al-α presente, implicando numa quantidade menor de partículas da fase primária em suspensão na matriz líquida (menor fração sólida efetiva, se comparado à obtida segundo a Equação 2.4). Também, haverá a influência na temperatura de fusão da liga. Dessa forma, a temperatura de vazamento para a produção da matéria prima para um tixoprocessamento determinará o tipo de microestrutura, como discutido previamente (Nafisi, 2006).
- <u>Parâmetros de processo</u>: em adição às características metalúrgicas, parâmetros de processo como temperatura de trabalho, força aplicada, "tempo de espera" e tipos de processamento podem influenciar de forma relevante na viscosidade e, portanto, no comportamento do fluxo da pasta:
  - *Temperatura*: como visto, a escolha da temperatura de processamento implica na fração sólida efetiva. Ou seja, quanto maior a temperatura escolhida, menor a porcentagem de fração sólida, com conseqüente menor viscosidade apresentada pela pasta;
  - Força aplicada / velocidade do êmbolo => tensão / taxa de cisalhamento: um dos mais importantes fatores que afetam a viscosidade de ligas no estado semissólido é a força

aplicada sobre a pasta e o tempo decorrido nesta operação, porque acarretará na tensão e taxa de cisalhamento operantes sobre o material. Dependendo da magnitude, poderá implicar num fluxo laminar ou turbulento, produzindo correntes convectivas que alterarão a microestrutura de diversas maneiras, como visto anteriormente, assim como sobre os fenômenos de aglomeração / desaglomeração dos grãos (Liu et al., 2003);

- *Tempo de espera*: variações no tempo de espera, ou seja, tempo no qual o material reaquecido permanece na temperatura escolhida, possibilitam uma melhor globularização, ou seja, numa maior circularidade, o que possibilita um melhor fluxo da pasta, com conseqüente viscosidade menor (Atkinsons, 2005);
- *Tipo de processamento*: especificações próprias do maquinário utilizado e das dimensões da peça a ser produzida, uma vez que determinam condições que delimitam todos os parâmetros anteriormente citados (Atkinsons, 2005).

Estudos feitos por Chai et al. (1992) mostraram que a viscosidade aumenta razoavelmente com o aumento da fração sólida até o "ponto de coerência dendrítica" (DCP), depois do qual aumenta abruptamente, como esquematizado na Figura 2.34:



Figura 2.34: Esquematização genérica da diferença entre um processo convencional de solidificação de uma liga para um processamento diferenciado de um SSM (Chai et al., 1992).

Numa explicação simplificada, num processo convencional de solidificação de uma liga,

sólidos e líquidos se movem para compensar a contração natural do material. Contudo, existe um ponto no qual as partículas sólidas não podem mais se deslocar facilmente, devido ao aglomerado formado por elas: este é o ponto de coerência dendrítica. Por outro lado, num processamento de SSM, a influência do DCP acontece muito depois, por causa das forças de convecção forçadas sobre a pasta (pelo gradiente de temperatura metal/molde, ou devido à quebra das dendritas pela agitação externa, associada ao resultante crescimento multidirecional dos fragmentos dendríticos numa formação de grãos equiaxiais), evitando a formação de um "esqueleto dendrítico" por coalescência, ou que, semelhantemente, até que uma alta aglomeração de glóbulos se faça. Por estas razões, o aumento rápido da viscosidade acaba acontecendo neste caso somente para altas frações sólidas.

Um exemplo que relaciona a microestrutura do material com a viscosidade aparente é mostrado pela Figura 2.35. Ito et al. (1991) fizeram vários experimentos que correlacionavam a viscosidade com a taxa de cisalhamento numa liga de Al-Si com 40% de fração sólida, variando alguns parâmetros em termos de resfriamento contínuo, estado estacionário e variações repentinas na taxa de cisalhamento. Observou-se que os valores de viscosidade mais elevados foram encontrados quando a liga era continuamente resfriada, devido à formação de dendritas e rosetas no material (estruturas que criam resistências à movimentação das partículas entre si), diminuindo posteriormente devido à quebra dos aglomerados, conforme o cisalhamento aumentava. Para o experimento no estado estacionário, no qual a taxa de deformação foi mantida constante por um período longo, a viscosidade se mostrou inferior à obtida durante o resfriamento contínuo, porque os núcleos sólidos formados cresceram mais esferiodizados (mas, deve-se observar que poderia surgir a formação de aglomerados, o que aumentaria o valor da viscosidade). Porém, para o experimento no qual a taxa de cisalhamento era bruscamente mudada, a estrutura não tinha tempo para se reorganizar, pois demoraria a se ajustar à nova taxa imposta (característica de pastas tixotrópicas), e as viscosidades medidas caíram para um valor inferior às obtidas no estado estacionário. Observa-se também que, para todos os experimentos feitos, com o aumento da taxa de cisalhamento, a viscosidade diminuiu, como consequência da diminuição do tamanho dos grãos e sua parcial ou total esferiodização, conforme mostra esquematicamente o desenho. Portanto, de acordo com a morfologia presente na estrutura do material, observa-se que a viscosidade é menor quanto mais esferiodizados forem os grãos e menos organizados e/ou aglomerados estiverem.



Figura 2.35: Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento (Ito et al., 1991).

Outros estudos foram feitos por (Flemings, 1991), os quais mostram a importância do efeito da taxa de cisalhamento sobre a viscosidade aparente, de acordo com variações da fração sólida (Figuras 2.36):



Figura 2.36: Efeito da taxa de cisalhamento sobre a viscosidade aparente, de acordo com a variação na fração sólida (Flemings, 1991).

Como uma análise de diferenciação entre a viscosidade dos materiais sólidos com relação aos SSM, tem-se os estudos de Kang et al. (1999) com ensaios de compressão à quente em ligas A356 reofundidas. Um gráfico da tensão de engenharia aplicada x deformação verdadeira (Figura 2.37) mostra a curva obtida para um material sólido (linha pontilhada) e a curva variável do SSM (linha contínua). Vê-se claramente que na região (A) se iniciam os esforços para quebrar a estrutura firme da fase sólida primária, chegando-se ao máximo em (B), onde se inicia o escoamento desses grãos pelo líquido eutético; com a continuidade da força aplicada, tem-se o escoamento pleno dessa massa, exigindo menor tensão para se obter a deformação, como reflexo direto da diminuição da viscosidade da pasta como um todo (característica de um material tixotrópico); chega-se à região (D), quando se inicia a expulsão da fase líquida para os limites da superfície da amostra, voltando-se a se necessitar de mais tensão até (E), na qual se tem praticamente uma deformação sólido-sólido. Linhas para a composição dessas curvas também se mostram dependentes da velocidade de deslocamento do êmbolo, sendo suavizadas a velocidades inferiores (Liu et al., 2003).

Para se compreender esta diferença tão grande de comportamento sob compressão de um material sólido e de um no estado semissólido, pode-se analisar alguns experimentos executados por vários pesquisadores.



Figura 2.37: Curvas típicas genéricas de deformação para sólidos e SSM (Kang et al., 1999).

Como pôde ser analisado e observado pelos diversos experimentos citados, o tamanho dos grãos e a distribuição deles pelo SSM influenciam de forma decisiva nos valores da viscosidade aparente medidos. Contudo, no caso de se trabalhar com o reaquecimento da matéria prima, mais um parâmetro de controle sobre a esferiodização dos grãos se torna possível: a escolha da taxa de aquecimento do material, objetivo de estudo desse trabalho.

De acordo com as equações básicas mais conhecidas para cálculo da viscosidade de um fluido, temos a Lei de Newton da viscosidade (Equação 2.5):

$$\tau_{yx} = -\eta \frac{dv_x}{dy} = \eta \dot{y}$$
 Equação 2.5

onde  $dv_x/dy$  é o gradiente de velocidade,  $\tau$  é a tensão de cisalhamento,  $\dot{\gamma}$  é a taxa de cisalhamento.

Para fluidos não newtonianos, a viscosidade não é constante e pode-se usar o modelo da Lei das Potências (Equação 2.6):

$$\eta = m\gamma^{n-1}$$
 Equação 2.6

onde *m* e *n* são parâmetros característicos do material a ser analisado.

Existem diversos procedimentos experimentais para se obter os dados para o cálculo da viscosidade, dependendo da fração sólida de trabalho. São eles:

1) <u>Viscosímetros rotacionais</u>: os viscosímetros rotacionais constam basicamente de duas partes que se encontram separadas pelo fluido a ser estudado. Podem ser dois cilindros concêntricos (conhecido como "viscosímetro de Coutte"), duas superfícies paralelas ou com um pequeno ângulo, ou um rotor no interior de um cilindro. O movimento rotacional de uma destas partes provoca o surgimento de um gradiente de velocidade no fluido e o torque induzido na pasta será um indicador da viscosidade. Devido às forças de cisalhamento envolvidas, este tipo de viscosímetro é mais indicado para frações sólidas inferiores a 40%;

2) <u>Placas paralelas</u>: teste mecânico de compressão (para frações sólidas a partir de 40% até 80%), a partir do qual se estuda a deformação imposta de acordo com a força aplicada sobre a amostra num certo tempo.

Segundo Kirkwood et al. (2010), a equação de Stefan é uma boa aproximação para cálculo da viscosidade aparente de um SSM em ensaios simples de compressão à quente com o uso de placas paralelas. Utilizando-se o volume como parâmetro constante, temos:

$$\mu(t) = -\frac{2\pi h^5 F(t)}{3V^2 \left(\frac{dh}{dt}\right)}$$
 Equação 2.7

sendo  $\mu$  (viscosidade aparente em *Pa.s*), *F* (força instantânea em *N*), *V* (volume do corpo de prova em  $m^3$ ), *h* (altura instantânea do corpo de prova em *m*) e *dh/dt* (velocidade de deslocamento do êmbolo da prensa em *m/s*).

Laxmanan (1980) propôs uma maneira simplificada para se obter a taxa média de cisalhamento  $\dot{\gamma}_{av}$ :

$$\dot{\gamma}_{av} = -\left(\frac{V}{\pi}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{2h^{2.5}} \frac{dh}{dt}$$
Equação 2.8

Outra equação também utilizada é:

$$\sigma = \binom{Fh_0}{V} (1-e)$$
Equação 2.9

onde  $\sigma$  é a tensão de engenharia (Pa), *ho* é a altura inicial da amostra (m) e *e* é a deformação da amostra.

Um esquema relativo ao processo de compressão à quente pode ser visto na Figura 2.38a: a fase (1) nesta figura representa a região sólida que será deformada pela matriz. O componente líquido então gradualmente migrará para a superfície da peça após uma taxa de deformação crítica (3) e este fenômeno reduz a tensão na peça. Assim, a região central indicada por (2) ainda permanecerá como semissólido. Kang et al. (1999) também concluiu que, com o aumento da taxa de deformação, aumenta também a ocorrência de macro-separação. Ou seja, a peça apresenta várias irregularidades de forma, devido à alta taxa de deformação aplicada resultante do rápido fluxo de líquido para a borda da amostra. Isto faz com que a amostra literalmente "estoure", apresentando uma geometria final circular para altas frações líquidas (Figura 2.38b) e de "estrela" para baixas frações líquidas (Figura 2.38c).



Figura 2.38: a) Diagrama esquemático de uma amostra de SSM sob compressão em placas paralelas; Amostras de uma liga Al-Zn-Si após compressão: b) com 45% de fração sólida; c) com 55% de fração sólida (Boas, 2011).

Assim, de acordo com todos os aspectos citados pelas teorias e parâmetros existentes sobre quais devem ser as características do material para ser propício à tixoconformação, tem-se os seguintes fatores básicos a serem considerados nos ensaios do presente estudo:

- 1) Averiguar se a faixa de temperatura de transição das ligas é suficientemente larga;
- Encontrar a fração sólida mais adequada à tixoconformação para cada tipo de liga, de maneira a existir o mais possível de eutético ao redor dos grãos (efeito de "lubrificação");
- Os grãos, após reaquecimento, devem ser da ordem de 70 150 μm na aferição via metalografia;
- 4) Os glóbulos devem ser o mais esféricos possível;
- 5) Existir o mínimo de poças retidas após reaquecimento;
- Possuir uma relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo a mais próxima a 1,0 (menor "esqueleto dendrítico");
- Observar a quantidade de precipitados (que possam auxiliar no efeito de "lubrificação" ou prejudicar pelo "efeito areia" quanto a melhorar ou não os valores de viscosidade);
- 8) Encontrar a melhor taxa de aquecimento, de forma a se obter uma microestrutura mais refinada.

## **3** MATERIAIS E MÉTODOS

Para ser possível avaliar a influência da taxa de aquecimento sobre ligas de alumínio que não passaram por processos de conformação mecânica, três etapas básicas foram executadas. Um esquema delas pode ser visto no fluxograma da Figura 3.1.



Figura 3.1: Fluxograma das etapas dos procedimentos experimentais utilizados para análise do efeito da variação da taxa de aquecimento sobre a microestrutura e viscosidade das ligas de alumínio sob estudo.

<u>Etapa 1</u>: Escolha de ligas comerciais e/ou fabricação de lingotes, seguido da caracterização composicional e termodinâmica:

- Escolha de duas ligas de Al-Cu comerciais com porcentagens diferentes do segundo elemento (AA2011 e AA2014), com morfologias diferentes da fase alfa, lingotes obtidos por processos diferentes na sua fundição;
- Fabricação de lingotes da liga Al-Si (A356);
- Fabricação de lingotes da liga Al-5wt%Zn-5wt%Si, de forma que a porcentagem de alumínio seja inferior a das outras ligas;
- Análise composicional e termodinâmica.

<u>Etapa 2</u>: Reaquecimentos de amostras: avaliação metalográfica sobre a alteração na morfologia dos grãos, dos glóbulos e da sua circularidade após reaquecimento nas diferentes taxas escolhidas. Para tal análise, foram utilizadas somente as ligas AA2011, AA2014 e A356 em várias temperaturas;

<u>Etapa 3</u>: Ensaios de compressão a quente: execução de experimentos numa prensa de placas paralelas nas mesmas condições anteriores. Visou-se observar as variações na viscosidade aparente, tensão de engenharia e deformação de acordo com as variações na taxa de aquecimento. As ligas utilizadas nestes ensaios foram somente: AA2011, A356 e Al-5wt%Zn-5wt%Si em temperaturas escolhidas.

# 3.1 <u>Fabricação e caracterização microestrutural dos lingotes das ligas sob</u> <u>estudo</u>

O lingote da liga comercial AA2011 de 18 cm de diâmetro foi produzido por lingotamento contínuo (fabricado pela Alcoa), utilizando refrigeração associada com agitação eletromagnética e nucleador, com posterior tratamento térmico T 451. A região escolhida para a retirada de amostras para a execução de todos os testes pretendidos foi a da coroa radial mediana (entre 3 e 6 cm). O intuito desse cuidado foi o de se obter uma homogeneidade nos estudos metalográficos, apesar deste lingote não apresentar variação relevante nos tamanhos de grão ao longo de sua seção transversal (como se pode observar pelos exemplos mostrados nas Figuras 3.2, fotos

relativas à borda, coroa mediana e coroa central), mas poderiam existir pequenas variações na porcentagem dos constituintes (o que alteraria a temperatura de trabalho).



Figuras 3.2: Exemplos de três regiões do lingote da liga AA2011: a) borda, até 2 cm; b) coroa mediana (entre 3 e 6 cm); c) coroa central (entre 6 e 8 cm).

Para uma caracterização geral desta liga como fornecida, observa-se pela Figura 3.3a/b grãos na forma de rosetas de muitos braços interdendríticos e até pequenos glóbulos. Pode-se notar também a existência de alguma porosidade. Nas Figuras 3.3c/d, observa-se uma fina dispersão de CuAl<sub>2</sub> no interior dos grãos e como poças nos contornos de grão (composto cinza claro) e os vários precipitados, também na região entre os grãos. As formas que se assemelham a agulhas negras são Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, as placas alongadas cinza médio são δAlFeSi, e também existem cristais de bismuto e/ou chumbo (pequenas esferas enegrecidas) nos contornos de grão e dentro dos grãos, segundo análises processadas via EDS (Proni, 2010), comparadas às descrições encontradas no *ASM Handbook* (2004).

O lingote da liga comercial AA2014 com 34 cm de diâmetro foi produzido por lingotamento contínuo (fabricado pela Alcoa), utilizando refrigeração associada com agitação eletromagnética e nucleador, com posterior tratamento térmico T 651. A região escolhida para a retirada de amostras para a execução de todos os testes pretendidos, da mesma forma que para a liga anterior, foi a da coroa radial mediana (entre 5 e 10 cm). A razão para esta escolha está no intuito de se obter uma homogeneização nos estudos metalográficos, lembrando que a porcentagem de cobre pode ser diferente ao longo da seção transversal do lingote (devido ao seu diâmetro maior), o tamanho dos grãos varia consideravelmente (devido ao tipo de processamento, Figuras 3.4), como também evitar boa parte dos defeitos de solidificação inerentes ao rápido



resfriamento da superfície externa (vide dimensão dos poros na Figura 3.4a).

Figuras 3.3: a) Amostra da liga AA2011 como fornecida com ataque eletrolítico via HBF<sub>4</sub> a 1,8%; b/c/d) Amostra da região radial mediana do lingote da liga AA2011, com ataque de HF 1% em diversas ampliações, com enfoque nos vários precipitados.



Figuras 3.4: Exemplos de três regiões do lingote fornecido da liga AA2014: a) borda (até 2 cm); b) coroa radial mediana (5 a 10 cm); c) coroa radial central (10 a 15 cm).



Figuras 3.5: a) Amostra da liga AA2014 como fornecida com ataque eletrolítico via HBF<sub>4</sub> a 1,8%; b/c/d) Amostras da liga AA2014, com ataque ácido de HF 1% em diversas ampliações.

Para uma caracterização visual geral, uma seqüência de imagens foi selecionada (Figuras 3.5) de amostras das regiões radiais medianas. Pelas Figuras 3.5a/b, pode-se observar os grãos na forma de rosetas mais arredondadas e de poucos braços, mas ainda muito irregulares, junto a pequenos glóbulos. Nas Figuras 3.5c/d, observa-se também uma fina dispersão de CuAl<sub>2</sub> no interior dos grãos e entre os grãos (composto cinza claro) e os vários precipitados, também na região entre os grãos. As formas que se assemelham a "escritas chinesas em teia" são Alα(FeMn)Si, os compostos em cinza médio são Al₄CuMg₅Si₄, os particulados negros são Mg₂Si, segundo análises processadas via EDS (Proni, 2010), comparadas às descrições encontradas no *ASM Handbook* (2004).

Os lingotes comerciais tipo "waffle" da liga A356 (fabricados pela Imbra) foram produzidos por lingotamento estanque refrigerado com uso de modificador à base de estrôncio

(para diminuir as dimensões das partículas de silício), e não foram expostos a tratamentos térmicos posteriores. Esta matéria prima foi utilizada como material base para a produção de lingotes menores (32 cm x 3 cm) por onze métodos diferentes de lingotamento. A saber:

- Apenas refrigerado (10 l/min);
- Refrigerado (10 l/min) com Agitação Eletromagnética;
- Refrigerado (10 l/min) com Vibração Mecânica via martelete;
- Refrigerado (10 l/min e 5 l/min) com Nucleador;
- Refrigerado (10 l/min e 5 l/min) com Nucleador e Vibração Mecânica via martelete;
- Refrigerado (10 l/min e 5 l/min) com Nucleador e Agitação Eletromagnética;
- Refrigerado (10 l/min e 5 l/min) com Nucleador, Agitação Eletromagnética e Vibração Mecânica via martelete.



Figuras 3.6: a) Amostra da liga A356, exemplo após lingotamento refrigerado e sob vibração com ataque eletrolítico via  $HBF_4$  a 1,8%; b/c/d) Amostras com ataque de HF 1% em diversas ampliações.

Como exemplo de microestrutura obtida para caracterização desta liga (Figuras 3.6), podese observar grãos dendríticos de alumínio de grandes proporções, rodeados pela segunda fase eutética com porosidades, composta de alumínio e de silícios aciculares. Pela Figura 3.6c, observa-se principalmente a presença de precipitados FeMg<sub>3</sub>Si<sub>6</sub>Al<sub>8</sub> (escrita chinesa em cinza claro), FeAl<sub>3</sub> (placas em cinza claro), silício (cinza escuro na forma acicular) e Fe<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (agulhas em cinza claro), segundo análises processadas via EDS, comparadas às descrições encontradas no *ASM Handbook* (2004).

Para a fabricação dos lingotes das ligas Al-Si e Al-5wt%Zn-5wt%Si, os seguintes passos foram seguidos:

- O lingote da liga comercial A356 e pedaços de zinco puro (na proporção estequiométrica correta Peres, 2012) foram picados e porções para cada tipo de liga sob estudo foram inseridos em cadinhos de carbeto de silício pré-isolado com cimento tipo QF 180 (Carbolane) e colocados dentro de fornos resistivos tipo poço (potência de até 13 kW). Estes cadinhos chegaram à temperatura do forno de 730°C, permanecendo nela por meia hora, de forma a garantir que todo o material tivesse sido fundido;
- Para o momento do lingotamento, um termopar do tipo K *Cromel Alumel* foi inserido no metal fundido até marcar a temperatura determinada de vazamento, a escória superficial retirada, e só então o vazamento executado;
- Foi utilizado de um equipamento de produção estanque de lingotes, composto de um cilindro de cobre (lingoteira) de 32 cm de comprimento por 30 mm de diâmetro nominal, envolto por outro cilindro de bronze como um sistema de refrigeração por água com fluxo controlado. Para agilizar a produção de lingotes seqüenciais (vazamentos/cadinho), para que estes lingotes fossem produzidos dentro do intervalo de temperatura determinado, um sacador foi instalado na base da lingoteira, como visto na Figura 3.7a;
- No caso dos lingotes com nucleador (liga mãe Al-5Ti-B), os procedimentos adequados para inseri-lo antes do vazamento com o tempo de espera de reação necessário foram observados;
- No caso dos lingotes que utilizaram a vibração via campo eletromagnético, a lingoteira refrigerada foi inserida dentro de uma bobina de motor (potência nominal de 7500W),

com a atuação do campo eletromagnético variando de acordo com a altura do molde segundo o gráfico da Figura 3.7b;

No caso dos lingotes que utilizaram a vibração mecânica, foi utilizada uma furadeira manual com resposta na freqüência de 10 kHz, com aceleração variando entre 1,59 a 2,46 m/s<sup>2</sup> (valores medidos via Analisador de Sinais Scientific Atlanta SD 385, Condicionador Bek 4 canais mod. NEXUS, Acelerômetro Piezoelétrico Bek mod. 4384);



Figura 3.7: a) esquema simplificado do equipamento lingoteira/sacador; b) gráfico relativo ao campo eletromagnético encontrado de acordo com a profundidade da lingoteira (Peres, 2012).

Já na temperatura ambiente, foi retirado dos lingotes a região superior de rechupe e as amostras cortadas e furadas nas dimensões de acordo com os testes a serem executados. Nos lingotes com a introdução de zinco e refinador, amostras aleatórias da base e do topo foram retiradas com o objetivo de conferir se a composição da liga produzida estaria de acordo com o especificado.

Como exemplo de microestrutura obtida para a liga Al-5wt%Zn-5wt%Si, tem-se as imagens das Figuras 3.8 (Peres, 2012), obtidas a partir de lingotes produzidos nas dimensões de 32 cm x 3 cm, utilizando-se de agitação eletromagnética e refinador de grão. Pela Figura 3.8a, pode-se observar grãos de alumínio na forma de rosetas disformes, rodeadas por pouca segunda fase eutética composta de silícios aciculares com pouca porosidade. Pela Figura 3.8b, observa-se o silício eutético (cinza escuro na forma principalmente acicular e também como placas) e poucos precipitados, predominantemente: FeAl<sub>3</sub> (placas em cinza mais claro) e Fe<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> (agulhas em

cinza claro), segundo análises processadas via EDS, comparadas às descrições encontradas no *ASM Handbook* (2004).



Figuras 3.8: a) Amostra da liga Al-5wt%Zn-5wt%Si após lingotamento refrigerado com refinador de grão (liga mãe Al-5Ti-B) e sob agitação eletromagnética com ataque eletrolítico via HBF<sub>4</sub> a 2%; b) Amostras da mesma liga com ataque de HF 1% (Peres, 2012).

#### 3.2 CARACTERIZAÇÃO COMPOSICIONAL E TERMODINÂMICA

A análise dos componentes das ligas foi feita via espectrômetro de emissão óptica com diâmetro de queima de 10 mm (Bill-Oes – ANACOM Científica). Os resultados destas análises podem ser vistos na Tabela 3.1.

Para a determinação das temperaturas *liquidus* e *solidus* das ligas sob estudo, para posterior determinação das temperaturas de trabalho, foram obtidos resultados via a caracterização termodinâmica DSC (equipamento de análise térmica NETZSCH STA 409C em amostras com massa da ordem de 50 mg) em três rampas de aquecimento (5-10-15°C/min) até 700°C para as ligas AA2011 e AA2014 e em cinco rampas (5-10-15-20-25°C/min) até 700°C para a liga A356 (vide gráficos no Anexo A) e, em seguida, resfriando-as até a temperatura ambiente numa taxa análoga. Também foi utilizado o *software* Thermo-Calc<sup>®</sup>, de acordo com os principais constituintes da liga (vide gráficos no Anexo A). Adicionalmente, três amostras de cada liga foram aquecidas no forno de indução (taxa de aquecimento entre 80 a 100°C/min) até a sua perda de sustentabilidade da forma, de maneira a averiguar como o material responderia a taxas mais elevadas. Os valores constam na Tabela 3.2 para a liga AA2011, na Tabela 3.3 para a liga

AA2014, e na Tabela 3.4 para a liga A356. Apenas a caracterização termodinâmica via *software* Thermo-Calc<sup>®</sup> foi feita para a liga Al-Zn-Si (Peres, 2012). Os resultados constam da Tabela 3.5.

	AA2011	AA2014	A356	Liga Al-Zn-Si
Al	92,93	93,1	92,06	88,87
Cu	5,29	4,36	0,077	0,083
Fe	0,50	0,44	0,169	0,142
Si	0,14	0,81	7,32	5,1
Mn	0,05	0,78	0,01	0,001
Mg	0,01	0,39	0,326	0,354
Bi	0,61	0,01	-	-
Pb	0,41	0,02	0,005	-
Ti	0,02	0,04	0,005	0,146
Cr	0,007	0,013	0,005	-
Ni	0,001	0,01	0,007	-
Zn	0,014	0,036	0,01	5,3
Sr	-	-	0,003	-
Ca	-	-	0,0016	-
В	-	-	0,001	-

Tabela 3.1: Análise composicional (wt %) da ligas de Al-Cu, Al-Si e Al-Zn-Si via espectrômetro de emissão óptica.

Tabela 3.2: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga AA2011 e a diferença entre elas, obtidas pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Thermo-Calc<sup>®</sup>.

AA2011	DSC (5°C/min)	DSC (10°C/min)	DSC (15°C/min)	Thermo-Calc <sup>®</sup>
T liquidus (°C)	650	656	663	647
T solidus (°C)	579	578	575	522
ΔT (°C)	71	78	88	125

Tabela 3.3: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga AA2014, e a diferença entre elas, obtidas pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Thermo-Calc<sup>®</sup>, e ainda por meio do forno de indução (taxa de aquecimento da ordem de 100°C/min).

AA2014	DSC (5°C/min)	DSC (10°C/min)	DSC (15°C/min)	Thermo-Calc <sup>®</sup>
T liquidus (°C)	642	650	660	641
T solidus (°C)	576	575	572	524
ΔT (°C)	66	75	88	117

Tabela 3.4: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga A356, e a diferença entre elas, obtidas pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Thermo-Calc<sup>®</sup>, e ainda por meio do forno de indução (taxa de aquecimento da ordem de 100°C/min).

A356	DSC (5°C/min)	DSC (10°C/min)	DSC (15°C/min)	Thermo-Calc <sup>®</sup>
T liquidus (°C)	620	626	643	616
T solidus (°C)	565	565	565	500
ΔT (°C)	55	61	78	116

Tabela 3.5: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga Al-5wt%Zn-5wt%Si, e a diferença entre elas, obtidas pela via da simulação Thermo-Calc<sup>®</sup> (Peres, 2012).

	Al-5%Zn-5%Si
T liquidus (°C)	618
T solidus (°C)	503
ΔT (°C)	115

De acordo com os resultados via DSC, observa-se um aumento considerável nos valores das temperaturas *liquidus* para a sequência das várias rampas de aquecimento, sugerindo uma resposta muito diferente do material quando a taxa de aquecimento varia, ou como decorrência de diferenças de composição das amostras utilizadas (uma vez que as amostras para este teste são da ordem de 50 mg), ou ainda retardos no registro de informações pelo equipamento.

Para a liga AA2014, quando foram feitos os testes no forno de indução para a determinação da temperatura de fusão de amostras (com massa da ordem de 25 g), ocorreu a fusão de uma delas na temperatura de 580°C, valor praticamente da temperatura de solidificação. Este comportamento anômalo do material, como pode ser observado nas rampas via análise DSC, denota uma possível variação considerável de composição e/ou outros aspectos metalúrgicos ao longo da seção transversal do lingote que alteram em demasia a resposta de amostras a valores de fusão do material fornecido. Assim, para ser possível um estudo dentro das condições existentes de material e equipamentos disponíveis, foram utilizadas amostras menores (da ordem de 15 g) e adjacentes (para minimizar diferenças composicionais) para os estudos metalográficos pós reaquecimentos, se em comparação às amostras testadas das outras ligas (da ordem de 25 g).

#### 3.2.1 Determinação das temperaturas para as frações sólidas escolhidas

Na Tabela 3.6, estão definidas as frações sólidas e as correspondentes temperaturas aproximadas obtidas via simulação Thermo-Calc<sup>®</sup> para as ligas sob estudo, uma vez que as temperaturas de perda de sustentabilidade das amostras via testes do forno de indução para altas taxas de reaquecimento foram mais próximas aos valores *liquidus* obtidos por esta simulação do que pela via do DSC. Para a liga A356, somente quatro temperaturas foram escolhidas, devido à grande variação na fração sólida diante de uma pequena variação na temperatura (como pode ser

observado no gráfico relativo no Anexo A) – o que seria de difícil controle – e para a liga Al-Zn-Si apenas uma temperatura, porque para testes comparativos a 50% de fração sólida nos ensaios de compressão à quente.

Fração sólida (%)	AA2011 (°C)	AA2014 (°C)	A356 (°C)	Al-5,3wt%Zn- 5,1wt%Si (°C)
85			567	
80	585	585		
75	600	600		
70	610	605		
65	615	610		
60	620	615	572	
55	623	620		
50	626	622		582
45	630	625	577	
40			582	

Tabela 3.6: Temperaturas e frações sólidas para as ligas AA2011, AA2014, A356 e Al-5,3wt%Zn-5,1wt%Si de acordo com o *software* Thermo-Calc<sup>®</sup>.

Para as amostras relativas aos estudos via metalografia, os reaquecimentos até as temperaturas determinadas de acordo com o método mais apropriado foram executados via forno de indução (NORAX – Canadá Inc.), bobina com diâmetro interno de 24 cm e 8 cm de altura.

#### 3.3 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA - ANÁLISES VIA METALOGRAFIA

Com o intuito de se trabalhar com tamanhos de grão semelhantes nas análises feitas nessa etapa, todas as amostras das ligas de alumínio-cobre comerciais foram retiradas das coroas radiais medianas dos lingotes cilíndricos (para a liga AA2011, entre 3 cm e 6 cm; para a liga AA2014, entre 5 cm e 10 cm) e cortadas nas dimensões da ordem de 2x2x2,8 cm. Este cuidado foi necessário devido a possibilidade de existir variação na porcentagem de cobre ao longo da seção

transversal (diâmetro grande de lingotes), o tamanho dos grãos pode variar consideravelmente para a liga AA2014, e evitar boa parte dos defeitos de solidificação inerentes ao rápido resfriamento da superfície externa dos lingotes imposto pelo processo industrial.

Para a liga A356, testes prévios para definir o local da retirada das amostras foram feitos: para cada tipo de lingote produzido, avaliou-se as diferenças existentes no tamanho dos grãos/glóbulos na direção radial de quatro regiões distintas do lingote (da base até a região logo abaixo do rechupe – ver item 4.1). Em seguida, amostras cortadas na forma de meia lua, com espessura da ordem de 2 cm, foram cortadas da melhor localização analisada (por volta de 7,5 cm da base) e no mesmo posicionamento em todos os tipos de lingotes.

Para o processo de reaquecimento, as amostras foram colocadas bem ao centro da bobina de indução com taxa de aquecimento variando entre 20 a 200°C/min. Ao ser atingida a temperatura determinada, logo em seguida as amostras foram resfriadas por imersão em água à temperatura ambiente (da ordem de 25°C), secas e rotuladas.

#### 3.3.1 Preparo das amostras para metalografia

O preparo das amostras para as análises metalográficas, após elas terem sido cortadas e embutidas em baquelite, se deu da seguinte forma: primeiramente, passaram pelo processo de lixamento gradual (lixa d'água de 100 mesh – para a retirada das marcas de serra – depois pelas de 400, 800, 1200 e 1500 mesh); depois, polidas com solução de alumina de 1  $\mu$ m (pano umedecido com água e detergente neutro) e, quando necessário, com solução de alumina de 0,35  $\mu$ m; por fim, lavadas com água e detergente, banhadas com álcool 99,8% e secas via soprador com ar quente.

Para a análise microestrutural, imagens foram obtidas via microscópio Leica DMILM (Câmera Leica EC3), tanto para imagens branco e preto, como com luz polarizada para imagens coloridas.

Após o processo de polimento, as amostras passaram pelo ataque do ácido HF a 1% durante 7 a 10 s. Este procedimento inicial visou deixar evidenciada a existência dos precipitados sem danificá-los e se observar melhor a distribuição das trincas de contração e das porosidades. Para uma melhor comparação da contagem do número de glóbulos e para o cálculo da circularidade via o *software* ImageJ, utilizou-se as fotografias coloridas, uma vez que os contornos se tornam mais enegrecidos, devido ao segundo ataque ácido necessário.

Para a análise via microscópio com luz polarizada, utilizou-se o ataque eletrolítico logo após o ataque pelo HF. Dessa forma, os contornos de grão são mais atacados e melhor delineados, e a superfície dos mesmos é recoberta por uma fina camada de óxido que, quando observada sob a luz polarizada, revela a estrutura dos grãos e suas diferentes orientações cristalográficas por meio de diferentes cores, pois oriundas de diferentes difrações da luz. O eletrólito escolhido para este ataque foi o Barker (diluição do ácido HBF<sub>4</sub> 50% em água) na diluição de 1,8%, com voltagens de 30 V / 40 V para as ligas de Al-Cu (variando entre 2 a 4 min) e de 40 V / 41 V para a liga de Al-Si (variando entre 4 a 6 min), com correntes variando entre 0,3 e 0,7 A, catodo de alumínio.

#### 3.3.2 Cálculo do tamanho médio dos grãos e dos glóbulos e da circularidade

Das melhores imagens obtidas dos melhores locais de cada amostra (longe das bordas e do centro, não só para se evitar diferenciações no tempo de solidificação, como também os poros e trincas de contração), foram utilizadas no mínimo 10 para o cálculo dos tamanhos médios de glóbulos e de grãos.

Devido às diferenças existentes entre as microestruturas encontradas nas ligas sob estudo nesta tese, dois métodos foram utilizados para o cálculo do tamanho médio dos grãos e glóbulos: o Método dos Interceptos (Figura 3.9a) para as ligas nas quais a primeira fase está contígua e o método do Diâmetro de Feret (via *software* ImageJ, Figura 3.9b) para as ligas nas quais a segunda fase possui uma espessura tal que não permite contigüidade entre os grãos da primeira fase. Pelo Método dos Interceptos, cinco campos foram analisados em cada uma das dez imagens obtidas, totalizando 50 medidas triplas (os eixos de 0°, 45° e 90°, ou seja, 150 medidas aleatórias por amostra). Alternativamente, as imagens obtidas foram processadas via *software* ImageJ para o cálculo do Diâmetro de Feret.

Como descrição do Método dos Interceptos, tem-se os seguintes procedimentos: a) traça-se

várias linhas numa fotografía (nos ângulos 0°, 45° e 90° e com comprimento determinado); b) conta-se a quantidade de glóbulos ou de grãos (de acordo com o método sugerido pela Figura 3.9a); c) e faz-se uma média correspondente ao tamanho da "barra" utilizada (relativa ao aumento explicitado na micrografía). Dessa forma, obtêm-se o tamanho médio dos glóbulos na foto preto e branco e dos grãos nas fotos coloridas. De acordo com o exemplo desenhado na Figura 3.9a, teremos: se olharmos para o corte BB', a amostra "i" correspondente à parte de "f" possuirá 5,5 glóbulos; a amostra "j" apresentará 4 e a amostra "k" apenas 1. Para a contagem de grãos, lembrar que entidades de mesma tonalidade representam "um grão", mesmo se separada por uma linha. Dessa maneira, a contagem seria de 1,5, 2, 1.



Figura 3.9: Determinação do tamanho de glóbulos via: a) Método dos Interceptos; b) Diâmetro de Feret.



Figuras 3.10: Exemplos comparativos de cálculo do tamanho de glóbulo via Método dos Interceptos e Diâmetro de Feret (via *software* ImageJ) em amostras da liga A356 reaquecidas à temperatura de 582°C.

O Diâmetro de Feret é definido como a maior distância entre duas tangentes paralelas de cada lado de um objeto (Figura 3.9b). Uma comparação dos valores obtidos do Diâmetro de Feret via *software* ImageJ e Método dos Interceptos é mostrada nas Figuras 3.10, para se ilustrar as diferenças. Como se pode observar por estas imagens, a segunda fase está numa proporção relevante, o que prejudica o cálculo do tamanho dos glóbulos pelo Método dos Interceptos, devido ao formato deles.

Pelas Figuras 3.10 a/b, como os glóbulos são mais regulares (sem "braços" ou poças de segunda fase no seu interior), os valores calculados pelos dois métodos são muito próximos. Contudo, quanto menor a circularidade deles ou mais poças no seu interior (Figuras 3.10 c/d, e/f), o Método dos Interceptos passa a contabilizar todos estes "vazios" como sendo delimitações entre glóbulos. Então, o tamanho deles por este método passa a apresentar um valor muito menor do que pelo Diâmetro de Feret e, por uma avaliação visual direta em cada foto e sua escala, fica claro que a média apresentada pelo Método dos Interceptos está muito defasada do real tamanho da estrutura da fase alfa. Por isso, sendo a dimensão da fase alfa o fator relevante sobre o comportamento reológico de um material semissólido, a forma da "estrutura contínua" do glóbulo não pode ser ignorada.

A circularidade das partículas primárias é um dos fatores de maior relevância para caracterizar a fluidez e a viscosidade de um SSM. Quanto mais arredondadas, melhores serão os resultados obtidos. Liu (2002) avaliou ligas de alumínio em testes de compressão, utilizando do fator de forma adotando a equação de Witulshi (1998):

$$SF = 4 \pi A_{\alpha} / P_{\alpha}^2$$
 Equação 3.1

Por meio do *software* ImageJ, o qual calcula os valores médios para os parâmetros  $A_{\alpha} e P_{\alpha}$  (área dos glóbulos da fase alfa e perímetro dos glóbulos da fase alfa, respectivamente), obtêm-se então a estimativa da circularidade dos glóbulos. Contudo, é importante salientar que os valores para este cálculo serão tomados de uma imagem bidimensional, ou seja, como visto nas Figuras 2.30 a/b/c, pode-se contabilizar "pseudo-glóbulos", o que aumenta o valor médio da circularidade.

#### 3.4 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA: ENSAIOS DE COMPRESSÃO A QUENTE

Os ensaios de compressão a quente foram realizados numa prensa KALATEC com capacidade de aplicação de carga de até 20 KN com placas paralelas que possuem área superficial equivalente à área máxima ocupada pelas amostras deformadas, com programação de várias velocidades nominais de decida do êmbolo (como mostra o gráfico da Figura 3.11, construído sob teste livre). O êmbolo somente toca na amostra na altura de 30 mm e o equipamento foi calibrado para impor uma deformação máxima da ordem de 80%. Ao se utilizar de uma prensa comum, buscou-se uma aproximação aos processos industriais.

Acoplado a este equipamento, há uma célula de carga para aferir a força aplicada (isolada da placa metálica inferior da prensa por blocos cerâmicos de carbeto de silício, recobertos com uma camada de grafite para minimizar o atrito) e um mecanismo de indicação de variação de altura, todos conectados a um sistema de aquisição de dados (*software* Labview). À esta máquina, foi acoplada uma bobina do forno de indução (bobina de 15 cm de diâmetro interno e 10 cm de altura), de maneira a aquecer as amostras até a temperatura de trabalho desejada, e o sistema ajustado com a velocidade nominal de descida do êmbolo da ordem de 125 mm/s (em alguns ensaios, também de 90 mm/s e 50 mm/s). As temperaturas de reaquecimento e de "tempo de espera" foram controladas por intermédio de um termopar do tipo K *Cromel Alumel*, inserido no centro das amostras e acoplado ao sistema de controle do forno de indução.



Figura 3.11: Gráficos do deslocamento livre do êmbolo da prensa para os testes de compressão à quente em todas as velocidades nominais disponíveis pelo equipamento.

Foram feitos vários ensaios com alterações graduais na taxa de aquecimento. No caso das ligas de Al-Cu, a rampa de aquecimento possui uma forma mais linear para taxas altas e levemente abaulada para as mais baixas, uma vez que, de acordo com a composição destas ligas, elas não cruzam a linha da temperatura eutética. Um exemplo de tomada de dados para 30°C/min (liga AA2011) está ilustrado junto ao gráfico genérico das taxas mais altas na Figura 3.12b (rampas também válidas para a liga AA2014). Contudo, no caso das ligas de Al-Si e Al-Zn-Si, um primeiro estudo para cada uma delas foi feito com o objetivo de se determinar a temperatura de início da transformação eutética. Várias tentativas foram feitas de linearização das taxas; contudo, na faixa contígua à temperatura eutética, a taxa de aquecimento se torna muito lenta, o que implicaria no aumento da potência da bobina de indução para compensar o retardamento. Porém, tão logo o eutético funde, com a potência elevada imposta e com a temperatura muito próxima da temperatura de trabalho escolhida, ocorre o aumento repentino ultrapassando o valor esperado, com a consequente perda do ensaio. Portanto, optou-se por uma taxa mais lenta nestas transições (lembrar que o tempo para o reaquecimento e de permanência numa temperatura deve assegurar a completa fusão do eutético; caso contrário, corre-se o risco de acontecer a coalescência dos cristais de silício mais ao centro da amostra, deteriorando as propriedades mecânicas do material produzido). No caso das muito baixas, utilizou-se um primeiro valor próximo a 500°C (antes do início da fusão dos precipitados) no tempo da ordem de 6 min, de forma a não possibilitar a permanência do material em temperaturas baixas por tempo demasiado para não proporcionar a coalescência dos grãos e prejudicar todo o trabalho anterior de refino, alterarando a microestrutura inicial comparativa (exemplos genéricos destas rampas para taxas semelhantes estão mostrados na Figura 3.12a/c). Assim, de acordo com as restrições de operacionabilidade existentes e devido à grande variabilidade de tempos finais (gerando diferentes curvas), o cálculo das taxas de aquecimento em todos os gráficos presentes neste trabalho foi o das médias simples, adotando-se a temperatura inicial de 22°C.

Como resultado dos ensaios de compressão a quente, foram obtidos os dados de força, deslocamento e tempo para cada instante do ensaio com uma taxa de aquisição de mil pontos por segundo. Assim, de acordo com as equações propostas, obtiveram-se os valores de viscosidade aparente e taxa de cisalhamento, como também tensão e deformação de engenharia, para ser possível traçar os gráficos relativos. Para maior entendimento do processo após os ensaios de compressão a quente, algumas destas amostras foram analisadas via metalografia.



Figuras 3.12: Gráficos de exemplos genéricos de rampas de reaquecimento com pontos marcados em temperaturas pré-definidas e seus tempos relativos para as ligas: a) A356; b) AA2011 (que também foram utilizadas para a liga AA2014); c) Al-5,3wt%Zn-5,1wt%Si.

### 4 PRODUÇÃO DOS LINGOTES DAS LIGAS AL-SI E AL-ZN-SI

#### 4.1 <u>Resultados preliminares</u>

A fabricação dos lingotes da liga Al-5wt%Zn-5wt%Si seguiu os parâmetros e procedimentos propostos por Peres (2012). Contudo, foi necessário um estudo preliminar para a fabricação de lingotes da liga A356. Algumas maneiras diferentes de fabricação foram testadas, como explicitadas no Capítulo 3, variando a temperatura de vazamento, o grau de refrigeração, modos de agitação da pasta, e o uso de nucleador.

Como primeira avaliação, foi analisada a morfologia resultante da temperatura de vazamento (Tv) como sendo a temperatura do próprio forno poço, da ordem de 780°C, utilizado para a fusão do material, o que facilitaria a rapidez na produção dos lingotes. Foram testados conjuntamente dois graus de refrigeração com água ao redor da lingoteira (vazões de 4 e 10 l/min), de maneira a se observar se o sistema de troca térmica seria capaz de reduzir eficientemente a temperatura do metal fundido para facilitar o processo de nucleação de grãos. O resultado está mostrado na seqüência parcial de imagens das Figuras 4.1, obtidas de um corte transversal dos lingotes (da borda em direção ao centro). De acordo com as imagens sequenciais, se utilizada a mesma temperatura do forno poço como temperatura de vazamento (mesmo com a vazão mais alta de refrigeração possível pelo equipamento disponível), o lingote ainda apresentaria grãos dendríticos grandes por toda a direção radial.

A partir desta constatação, um novo teste foi feito, retirando-se o cadinho de dentro do forno e esperando seu resfriamento ao ar até a temperatura de 670°C, para só então acontecer o vazamento. Também foram testados graus de refrigeração (resfriamento da lingoteira ao ar, com refrigeração por água a 5 l/min, "vazão média", e a 10 l/min, "vazão alta" – no experimento anterior, constatou-se que a vazão de 4 l/min foi insuficiente para gerar uma refrigeração homogênea por toda a lingoteira). As Figuras 4.2 ilustram imagens (borda e região da coroa) nestas novas condições, já sob luz polarizada para se ter a noção das diferenças reais dos tamanhos de grão. Observa-se que a refrigeração ao ar, mesmo a uma temperatura de vazamento inferior a do primeiro teste, os grãos ainda se apresentaram grandes. Já para a vazão média de água, os grãos se apresentaram menores na região da borda do lingote, mas ainda grandes para o

seu centro, atestando refrigeração insuficiente. Com o valor máximo de vazão de água permitido pelo equipamento, a morfologia se mostrou melhorada, mas ainda em proporções não adequadas.

De acordo com o melhor resultado de 10 l/min como vazão de água para a refrigeração da lingoteira, testou-se valores acima e abaixo da temperatura de vazamento escolhida ( $\pm$  10°C), com o objetivo de se saber a faixa de trabalho possível durante o processo sequencial de lingotamento, sem que a morfologia dos grãos se alterasse em demasia, o que seria prejudicial à homogeneidade dos lingotes produzidos (Figuras 4.3). Como se pode observar, a temperatura de vazamento de 660°C apresentou grãos grandes na região da coroa central, enquanto que a temperatura de vazamento de 680°C apresentou grãos de dimensões semelhantes aos encontrados na temperatura de 670°C. Dessa forma, pode-se considerar razoável a faixa de temperatura de vazamento para a produção em série de lingotes da liga A356 entre os valores de 667°C até 680°C com refrigeração do molde via água com vazão de 10 l/min.

Definida a faixa de trabalho para a temperatura de vazamento, uma segunda avaliação foi feita objetivando o refinamento dos grãos, de acordo os métodos descritos no Capítulo 2 e de acordo com os equipamentos disponíveis. Todos foram feitos com a temperatura de vazamento de 670±3°C, para ser possível uma comparação. Como o uso de nucleador possui uma dependência do tempo de sobrevivência do precipitado TiAl<sub>3</sub> em alta temperatura, testes também com a vazão média foram feitos nestes casos. Assim, os lingotes produzidos foram:

- a. Apenas refrigerado (10 l/min);
- b. Refrigerado (10 l/min) com Agitação Eletromagnética;
- c. Refrigerado (10 l/min) com Vibração Mecânica via martelete;
- d. Refrigerado (10 l/min e 5 l/min) com Nucleador;
- e. Refrigerado (10 l/min e 5 l/min) com Nucleador e Vibração Mecânica via martelete;
- f. Refrigerado (10 l/min e 5 l/min) com Nucleador e Agitação Eletromagnética;
- g. Refrigerado (10 l/min e 5 l/min) com Nucleador, Agitação Eletromagnética e Vibração Mecânica via martelete.

Exemplos de todas as possibilidades estão mostrados nas Figuras 4.4 a 4.6, com imagens da borda (para avaliar o aspecto da zona coquilhada, assim avaliar a eficiência da refrigeração como método propiciador de fonte de núcleos durante o momento do vazamento e nas fases de solidificação) e da coroa central (para avaliar o aspecto dos grãos presentes na zona equiaxial central). O cálculo do tamanho dos grãos pelo Método dos Interceptos está mostrado na Tabela

4.1. Esta contagem foi feita utilizando imagens excetuando a borda (1 mm) e o meio dos lingotes (1 mm), uma vez que os grãos pertencentes a estas localizações são muito pequenos ou muito grandes, respectivamente. Todas as amostras para esta contabilização foram retiradas a aproximadamente 7,5 cm da base de todos os lingotes, de maneira a estarem na mesma altura da região do campo eletromagnético mais acentuado, conforme a Figura 3.7b.

Como pode ser observado pelas imagens selecionadas (Figuras 4.4 a 4.6), todos os métodos escolhidos para refino dos grãos foram eficazes, se a morfologia de cada um deles for comparada à morfologia dos grãos da matéria prima fornecida. Os mecanismos de formação de núcleos ocorreram predominantemente devido ao Mecanismo de Separação de Ohno, pelo Big-Bang de Chalmers, por Nucleação da Frente da Interface de Crescimento de Winegard e Chalmers, pelo Mecanismo da Multiplicação Cristalina de Jackson, Tiller e Flemings e por nucleação extensiva. Todos eles, segundo as explicações de cada um contidas no Capítulo 2, provocaram nucleações por troca térmica nas paredes do molde em contínua refrigeração, os fenômenos de "empescoçamento" e de destacamento foram facilitados, as correntes convectivas provocadas pelo turbilhonamento durante o vazamento deslocaram estes núcleos para o interior do molde, como também devido aos processos de agitação da pasta utilizados. Ramos das dendritas também foram destacados por estes turbilhonamentos, não permitindo a formação de uma zona colunar, mesmo no lingote apenas refrigerado. Quando com o uso de nucleador, pode-se observar uma zona coquilhada de grãos menores, como também grãos pequenos na zona equiaxial central, diferentemente dos grãos grandes ou até dendríticos encontrados nos lingotes apenas com refrigeração ou com agitação eletromagnética, respectivamente. Como destaque, o lingote feito com refrigeração e vibração mecânica via martelete produziu uma zona coquilhada fina, como também grãos bem globularizados mesmo na zona equiaxial central, demonstrando um excelente efeito associado de nucleação copiosa nas paredes do molde e destacamento deles pela vibração imposta às paredes, de quebra dos braços dendríticos que chegaram a se formar em algum momento como conseqüência da mesma vibração sobre a pasta, e multiplicação cristalina por toda a extensão radial do lingote, devido às correntes convectivas que surgiram também como efeito da vibração sobre o molde/pasta.



Figuras 4.1: Corte transversal (da borda em direção ao centro) de lingotes da liga A356, produzidos a partir da temperatura de vazamento de 780°C com refrigeração via água ao redor da lingoteira com vazões de : a) 10 l/min; b) 4 l/min.



Figuras 4.2: Amostras da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C (borda e região da coroa central) com refrigeração ao ar, e com água ao redor da lingoteira com vazões de 5 l/min e 10 l/min.



Figuras 4.3: Amostras da liga A356 com diferentes temperaturas de vazamento de  $670^{\circ}C \pm 10^{\circ}C$  com refrigeração 10 l/min (borda e região da coroa central).


Figuras 4.4: Amostras da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C (borda e região da coroa central) com variações no método de refinamento de grão e com água ao redor da lingoteira com vazão de 10 l/min.



Figuras 4.5: Amostras da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C (borda e região da coroa central) com variações no método de refinamento de grão e com água ao redor da lingoteira com vazões de 5 e 10 l/min.



Figuras 4.6: Amostras da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C (borda e região da coroa central) com variações no método de refinamento de grão e com água ao redor da lingoteira com vazões de 5 e 10 l/min.

De acordo com os valores de tamanho de grão mostrados na Tabela 4.1, já é possível descartar alguns dos métodos de fabricação, já que a microestrutura inicial do material influi de forma substantiva na morfologia após o reaquecimento, como já discutido no Capítulo 2. Assim, para se ter certeza da melhor escolha, mais um teste para todos os processos foi feito: reaquecer amostras até a temperatura da menor fração sólida escolhida (40% - 582°C) e numa suposta melhor taxa de aquecimento (50°C/min) – segundo estudos preliminares executados – de maneira a avaliar cada tipo de lingotamento na melhor performance esperada sobre a globularização. As Figuras 4.7 a 4.9 mostram exemplos de imagens referentes à borda e à coroa central, para ser possível uma comparação visual às imagens relativas das ligas apenas fundidas e avaliar o efeito do reaquecimento. A Tabela 4.1 contém os valores calculados de tamanho de grão via Método dos Interceptos com as mesmas restrições de distância da borda e do centro da amostra como anteriormente.

Pelas imagens obtidas, observa-se a variabilidade dos formatos dos glóbulos resultantes: ainda dendríticos, quando oriundos de grandes dendritas; rosetas muito irregulares, se originados de pequenas dendritas ou de dendritas muito finas; globulares com segunda fase retida no interior, se originado também de dendritas pequenas que, por coalescência de alguns dos braços interdendríticos durante o reaquecimento, envolveram a segunda fase; globulares, se a morfologia de origem já apresentava rosetas de poucos braços ou mesmo quase globulares. Também, pode-se observar a dificuldade em se obter imagens de um colorido mais definido para as amostras dos lingotes que utilizaram nucleador (vide imagens da borda queimadas), o que possivelmente influiu nos resultados encontrados na Tabela 4.1.

Como análise adicional, uma avaliação da morfologia dos cristais de silício presente na segunda fase foi feita via imagens de grande ampliação, uma vez que a liga produzida deverá possuir também melhores propriedades mecânicas, que estão associadas a uma segunda fase com cristais de silício mais esferiodizados. As Figuras 4.10 e 4.11 ilustram os resultados obtidos. Observa-se que as amostras com nucleador tiveram o melhor formato dos cristais de silício, principalmente os lingotes produzidos com a refrigeração de média vazão. O método de produção apenas com refrigeração e vibração também apresentou cristais de silício globularizados com poucos aciculares, o que também pode ser considerado um bom resultado.



Figuras 4.7: Imagens da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C e reaquecida a 582°C 0s sob diferentes métodos de refinamento de grão (borda e região da coroa central).



Figuras 4.8: Imagens da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C e reaquecida a 582°C 0s sob diferentes métodos de refinamento de grão (borda e região da coroa central).



Figuras 4.9: Imagens da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C e reaquecida a 582°C 0s sob diferentes métodos de refinamento de grão (borda e região da coroa central).



Figuras 4.10: Exemplos de imagens em alta ampliação de amostras da liga A356 reaquecidas até a temperatura de 582°C sob vários métodos de lingotamento: a) Apenas refrigerada (alta vazão); b) refrigerada (alta vazão) com agitação eletromagnética; c) refrigerada (alta vazão) com vibração; d) refrigerada (alta vazão) com nucleador; e) refrigerada (média vazão) com nucleador; f) refrigerada (alta vazão) com nucleador; e) refrigerada (média vazão) com nucleador; f) refrigerada (alta vazão) com nucleador; e) refrigerada (média vazão) com nucleador; f) refrigerada (alta vazão) com nuc



Figuras 4.11: Exemplos de imagens em alta ampliação de amostras da liga A356 reaquecidas até a temperatura de 582°C sob vários métodos de lingotamento: a) refrigerada (média vazão) com nucleador e agitação eletromagnética; b) refrigerada (alta vazão) com nucleador e vibração; c) refrigerada (média vazão) com nucleador e vibração; d) refrigerada (alta vazão) com nucleador, agitação eletromagnética e vibração; e) refrigerada (média vazão) com nucleador, agitação eletromagnética e vibração.

Portanto, como o método escolhido para uma primeira análise da influência da taxa de aquecimento sobre a morfologia dos grãos é pela via da metalografia, foi escolhido o método de lingotamento com refrigeração (10 l/min) e vibração mecância via martelete, já que o colorido das imagens é mais definido (fato de extrema importância para uma contagem via Método dos Interceptos), apesar do método refrigeração (10 l/min), nucleador e vibração eletromagnética (o mais utilizado industrialmente) ter apresentado também resultados de menor tamanho de grão, mas com colorido sem muita definição.

	Tamanho de Grão (µm)			
A356	Estimativa obtida pelo	Método dos Interceptos		
Tv $670^{\circ}C \pm 3^{\circ}C$	Fundidas	Reaquecidas 582°C 0s		
Sem Refrigeração	257±108	-		
Refrigeração (5 l/min)	197±80	-		
Refrigeração (10 l/min)	158±37	131±30		
Refrig. (10 l/min)+ Agitação EM	169±54	154±42		
Refrig. (10 l/min)+ Vibração martelete	96±16	113±21		
Refrig. (10 l/min)+ Nucleador Ti-B	146±53	147±36		
Refrig. (5 l/min)+ Nucleador Ti-B	144±34	128±24		
Refrig. (10 l/min)+ Nucl.+ Vibr. martelete	136±26	160±41		
Refrig. (5 l/min)+ Nucl.+ Vibr. martelete	138±48	120±21		
Refrig. (10 l/min)+ Nucl.+ Agit. EM	96±12	107±17		
Refrig. (5 l/min)+ Nucl.+ Agit. EM	128±28	138±30		
Refrig. (10 l/min)+ Nucl.+ Vibr.+ Agit. EM	156±68	147±36		
Refrig. (5 l/min)+ Nucl.+ Vibr.+ Agit. EM	155±49	143±37		

Tabela 4.1: Valores obtidos de tamanho de grão para a liga A356 fundida por diversos métodos e reaquecidas a 582°C 0s.

O método de lingotamento com refrigeração, nucleador e agitação eletromagnética é o mais utilizado mundialmente para a produção da liga A356. Portanto, não seria necessário repeti-lo para se constatar a replicabilidade do efeito sobre a globularização. Porém, o mesmo raciocínio não se aplica ao uso da vibração mecânica com martelete. Assim, mais nove lingotes foram produzidos e suas morfologias comparadas. Imagens da região da coroa central de oito deles se encontram nas Figuras 4.12 como exemplos.

Uma vez constatada uma similaridade na morfologia dos lingotes replicados, o passo seguinte consistiu na análise da microestrutura por todo o lingote. Quatro regiões foram escolhidas para observação, da base até a região logo abaixo do rechupe, e fotos foram tiradas dentro das delimitações de altura indicadas a seguir: base (0 a 2 cm); intermediária 1 (6,5 a 8,5 cm); intermediária 2 (15 a 17 cm); topo (19,5 cm a 21,5 cm). As imagens obtidas estão mostradas nas Figuras 4.13.

Como pode ser observado pelas imagens da Figura 4.13, os glóbulos da base são um pouco menores, devido ao molde estar a uma temperatura mais baixa no princípio do lingotamento (vide zona coquilhada um pouco mais extensa) e também possivelmente devido ao efeito da altura de vazamento ser maior, produzindo maior turbulência e, portanto, mais multiplicação de núcleos via o Princípio da Separação de Ohno. Na região intermediária 2, as paredes do molde já se encontram numa temperatura maior (apesar da refrigeração imposta), a altura de vazamento é menor e os glóbulos então se mostram um pouco maiores, mas ainda um tanto similares aos da região intermediária 1. Já os do topo possuem morfologia dendrítica já à borda, se tornando dendritas grandes na região da coroa central, ficando fora do padrão escolhido para estudo. Portanto, para que as amostras sejam de morfologia semelhante em todos os testes, elas só poderão ser retiradas até a altura máxima de 17 cm dos lingotes produzidos.



Figuras 4.12: Imagens da coroa central de oito lingotes fundidos da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C produzidas com refrigeração (10 l/min) e vibração via martelete.



Figuras 4.13: Imagens da borda e coroa central de acordo com a altura a partir da base de um lingote fundido da liga A356 com temperatura de vazamento de 670°C produzido com refrigeração (10 l/min) e vibração via martelete.

#### **5 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

#### 5.1 <u>Evolução morfológica: caracterização microestrutural a partir de</u> <u>variações na taxa de aquecimento</u>

Como mencionado anteriormente, o estudo da evolução morfológica está sendo utilizado como uma primeira estimativa de avaliação das variações microestruturais das ligas de alumínio quanto à influência da taxa de aquecimento. Assim, para a análise metalográfica das ligas sob estudo, utilizou-se os procedimentos explicitados no item 3.3 com os cálculos para tamanho de grão, glóbulo, relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo e circularidade como explicado no mesmo item. Ensaios foram feitos até as temperaturas de trabalho escolhidas, variando as taxas de aquecimento de forma aproximadamente linear entre 3 a 24 minutos (cinco a sete valores), como ilustrado pelas rampas mostradas na Figura 3.12. Como já discutido previamente, assumese que os glóbulos adjacentes de mesma tonalidade pertençam à mesma estrutura e os de mesma tonalidade, porém mais distantes entre si, não estejam interconectados. É importante advertir que a contagem de grãos, glóbulos e cálculo da circularidade para as ligas fundidas é difícil, uma vez que, em algumas regiões, os limites não são muito definidos nas linhas de separações. Por esta razão, os valores nesta condição serão apenas estimativas, quando possível.

As Figuras 5.1 até 5.8 são exemplos de imagens obtidas da liga AA2011, com a Tabela 5.1 mostrando os resultados relativos. As Figuras 5.9 a 5.16 e a Tabela 5.2 mostram os resultados obtidos para a liga AA2014. As Figuras 5.17 a 5.20 e a Tabela 5.3 mostram os resultados obtidos para a liga A356. Os gráficos que associam os valores encontrados nas tabelas para tamanho de grão, tamanho de glóbulo e circularidade *versus* a taxa de aquecimento para estas ligas estão mostrados nas Figuras 5.21 a 5.23.

#### Liga AA2011 585°C (fs 80%)



Figuras 5.1: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 reaquecida até a temperatura de 585°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 4,5 min; c) 7 min; d) 9,5 min; e) 12,5 min; f) 24 min.

Liga AA2011 600°C (fs 75%)



Figuras 5.2: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 reaquecida até a temperatura de 600°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,3 min; b) 4,7 min; c) 7 min; d) 10 min;e) 12,7 min; f) 22 min.

Liga AA2011 610°C (fs 70%)



Figuras 5.3: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 reaquecida até a temperatura de 610°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 5 min; c) 7,5 min; d) 10,7 min; e) 13,5 min; f) 21,5 min.

## Liga AA2011 615°C (fs 65%)



Figuras 5.4: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 reaquecida até a temperatura de 615°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,3 min; b) 4,6 min; c) 8 min; d) 10 min;e) 14,5 min; f) 21 min.

Liga AA2011 620°C (fs 60%)



Figuras 5.5: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 reaquecida até a temperatura de 620°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,3 min; b) 5,1 min; c) 8 min; d) 10 min;e) 14,5 min; f) 22,5 min.

Liga AA2011 623°C (fs 55%)



Figuras 5.6: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 reaquecida até a temperatura de 623°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 5 min; c) 7,2 min; d) 9,6 min; e) 11,5 min; f) 22,5 min.

Liga AA2011 626°C (fs 50%)



Figuras 5.7: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 reaquecida até a temperatura de 626°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 5,3 min; c) 6 min; d) 8,2 min; e) 10,8 min; f) 24 min.

# Liga AA2011 630°C (fs 45%)



Figuras 5.8: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2011 reaquecida até a temperatura de 630°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 4,7 min; c) 8 min; d) 11 min;e) 19 min.

Liga AA2014 585°C (fs 80%)



Figuras 5.9: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 reaquecida até a temperatura de 585°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3 min; b) 5,2 min; c) 8,2 min; d) 11,5 min; e) 17 min.

Liga AA2014 600°C (fs 75%)



Figuras 5.10: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 reaquecida até a temperatura de 600°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3 min; b) 5 min; c) 8 min; d) 12 min; e) 23 min.

## Liga AA2014 605°C (fs 70%)



Figuras 5.11: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 reaquecida até a temperatura de 605°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3 min; b) 6 min; c) 8 min; d) 11 min;e) 20,5 min.

Liga AA2014 610°C (fs 70%)



Figuras 5.12: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 reaquecida até a temperatura de 610°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3 min; b) 6,2 min; c) 8 min; d) 12 min; e) 17 min.

Liga AA2014 615°C (fs 65%)



Figuras 5.13: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 reaquecida até a temperatura de  $615^{\circ}$ C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,2 min; b) 6 min; c) 8 min; d) 12 min;e) 17 min.

Liga AA2014 620°C (fs 55%)



Figuras 5.14: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 reaquecida até a temperatura de 620°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,2 min; b) 6 min; c) 8,5 min; d) 11,5 min; e) 18 min.

Liga AA2014 622°C (fs 50%)



Figuras 5.15: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 reaquecida até a temperatura de  $622^{\circ}$ C com vários tempos de reaquecimento: a) 3 min; b) 6 min; c) 8,5 min; d) 11,5 min; e) 22 min.

Liga AA2014 625°C (fs 45%)



Figuras 5.16: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga AA2014 reaquecida até a temperatura de  $625^{\circ}$ C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 6,5 min; c) 8,3 min; d) 12 min; e) 21 min.

Liga A356 567°C (fs 85%)



Figuras 5.17: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga A356 reaquecida até a temperatura de 567°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,8 min; b) 5,5 min; c) 8,5 min; d) 11,8 min; e) 20,5 min.

Liga A356 572°C (fs 60%)



Figuras 5.18: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga A356 reaquecida até a temperatura de 572°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 5,5 min; c) 8,3 min; d) 11,2 min; e) 20 min.

Liga A356 577°C (fs 45%)



Figuras 5.19: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga A356 reaquecida até a temperatura de 577°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,5 min; b) 5,6 min; c) 8,6 min; d) 11,1 min; e) 21 min.

Liga A356 582°C (fs 40%)



Figuras 5.20: Micrografías coloridas (ataque eletrolítico por HBF<sub>4</sub> a 1,8%) da liga A356 reaquecida até a temperatura de 582°C com vários tempos de reaquecimento: a) 3,7 min; b) 6 min; c) 8,1 min; d) 11,7 min; e) 20,5 min.

AA2011	Tam.de	Tam. de	Grão/Glob.	Circularidade	Tempo de	Taxa aq.
	grão (µm)	glob. (µm)			reaquec. (min)	(°C/min)
Fornecida	127±37	60±14	2,12±0,79	0,28±0,12	-	-
	96±18	89±12	$1,08\pm0,25$	$0,49\pm0,17$	3,5	161
585°C	93±15	85±11	$1,09\pm0,23$	$0,50\pm0,17$	4,5	125
	80±17	72±11	1,11±0,29	$0,60\pm0,18$	7	80
(fs 80%)	110±22	101±19	$1,08\pm0,30$	0,61±0,16	9,5	59
	$102 \pm 24$	94±19	$1,08\pm0,33$	0,63±0,16	12,5	45
	$117 \pm 70$	$104 \pm 20$	1,13±0,71	0,61±0,16	24	23
	$102 \pm 21$	94±12	$1,08\pm0,26$	0,51±0,18	3,3	175
600°C	95±19	87±14	$1,09\pm0,28$	0,51±0,17	4,7	123
	85±16	75±11	1,12±0,27	0,61±0,17	7	83
(fs 75%)	105±19	97±15	$1,08\pm0,26$	0,59±0,15	10	58
	$108 \pm 26$	$101 \pm 17$	1,07±0,31	0,60±0,16	12,7	46
	123±26	$108 \pm 18$	1,14±0,31	0,61±0,17	22	26
	101±22	93±16	$1,08\pm0,30$	0,50±0,19	3,5	168
610°C	96±17	88±15	$1,09\pm0,27$	0,50±0,17	5	117
	105±32	92±16	$1,13\pm0,40$	0,60±0,16	7,5	78
(fs 70%)	104±16	97±13	$1,07\pm0,22$	0,58±0,17	10,7	55
	113±24	102±19	$1,08\pm0,31$	0,63±0,17	13,5	44
	119±34	107±23	$1,12\pm0,40$	0,63±0,18	21,5	27
	$108 \pm 23$	102±19	$1,06\pm0,30$	0,50±0,16	3,3	180
615°C	$108\pm22$	90±15	1,11±0,31	0,51±0,16	4,6	129
	102±21	88±15	1,16±0,31	$0,60\pm0,17$	8	74
(fs 65%)	110±18	101±16	$1,08\pm0,24$	0,61±0,18	10	59
	110±24	101±19	$1,08\pm0,31$	0,61±0,17	14,5	41
	127±26	111±19	$1,14\pm0,30$	0,62±0,17	21	28
	98±19	92±13	1,06±0,25	0,50±0,18	3,3	181
620°C	98±21	87±12	1,13±0,28	0,52±0,16	5,1	117
020 C	$114\pm28$	95±17	1,19±0,36	$0,61\pm0,14$	8	74
(fs 60%)	$108 \pm 18$	$100 \pm 15$	$1,08\pm0,24$	$0,58\pm0,16$	10	60
(15 00 /0)	115±26	$105 \pm 20$	$1,09\pm0,32$	0,61±0,16	14,5	41
	117±35	103±19	$1,13\pm0,40$	0,62±0,16	22,5	27
	100±23	94±14	1,07±0,29	0,51±0,17	3,5	172
623°C	100±24	89±15	1,13±0,33	0,52±0,17	5	120
	$118 \pm 48$	99±17	1,19±0,52	0,60±0,15	7,2	83
(fs 55%)	122±25	109±18	1,11±0,29	$0,60\pm0,17$	9,6	63
	105±19	99±15	1,07±0,25	0,57±0,17	11,5	52
	122±28	107±21	1,14±0,34	0,61±0,18	22,5	27

Tabela 5.1: Valores de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, tempo de reaquecimento e taxa de aquecimento para a liga AA2011 como fornecida e nas temperaturas escolhidas (junto à estimativa da fração sólida relativa).

AA2011	Tam.de grão (μm)	Tam. de glob. (μm)	Grão/Glob.	Circularidade	Tempo de reaq. (min)	Taxa aq. (°C/min)
	103±20	95±17	$1,08\pm0,28$	0,53±0,17	3,5	173
()(0)	98±24	86±13	1,14±0,33	0,54±0,18	5,3	114
020 C	107±26	91±15	1,17±0,34	0,55±0,18	6	101
(6~ 500/)	111±23	94±20	1,19±0,35	0,60±0,17	8,2	74
(18 50%)	108±19	101±16	1,07±0,25	0,59±0,18	10,8	56
	121±34	110±31	1,09±0,43	0,62±0,17	24	25
(2000)	73±11	68±8	$1,08\pm0,20$	0,52±0,19	3,5	174
630°C	93±16	84±12	1,11±0,25	0,54±0,17	4,7	129
(6.470/)	109±22	91±15	1,20±0,31	0,61±0,14	8	76
(18 45%)	81±16	75±9	$1,08\pm0,25$	0,65±0,16	11	55
	99±18	88±14	1,12±0,27	0,68±0,15	19	32

Tabela 5.1: (continuação)

Tabela 5.2: Valores de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, tempo de reaquecimento e taxa de aquecimento para a liga AA2014 como fornecida e nas temperaturas escolhidas (junto à estimativa da fração sólida relativa).

AA2014	Tam.de grão (μm)	Tam. de glob. (μm)	Grão/Glob.	Circularidade	Tempo de reaq. (min)	Taxa aq. (°C/min)
Fornecida	137±45	62±12	2,21±0,84	0,35±0,15	-	-
	106±21	99±17	1,07±0,28	0,49±0,19	3	188
585°C	63±8	59±7	1,06±0,18	0,60±0,20	5,2	108
	79±15	72±9	1,10±0,25	0,62±0,19	8,2	69
(fs 80%)	74±12	70±9	1,06±0,22	$0,62\pm0,20$	11,5	49
	85±12	77±9	1,10±0,20	0,61±0,19	17	33
	81±15	74±11	1,09±0,25	0,57±0,18	3	193
600°C	101±21	94±16	1,06±0,29	0,55±0,19	5	116
<i>(</i> <b>) – – – (</b> )	95±20	86±15	1,11±0,30	$0,60\pm0,18$	8	72
(fs 75%)	86±14	80±9	1,08±0,21	0,63±0,19	12	48
	97±18	83±9	1,17±0,25	0,60±0,19	23	25
	107±21	98±16	1,09±0,28	0,51±0,19	3	194
605°C	105±26	97±17	1,08±0,33	0,55±0,18	6	97
	118±33	101±18	1,17±0,39	0,56±0,18	8	73
(fs 70%)	97±19	91±14	1,06±0,26	$0,58{\pm}0,20$	11	53
	104±23	92±17	1,13±0,32	0,58±0,19	20,5	28
AA2014	Tam.de grão	Tam. de	Grão/Glob.	Circularidade	Tempo de	Taxa aq.
----------	--------------	------------	---------------	-----------------	-------------	----------
	(µm)	glob. (μm)			reaq. (min)	(°C/min)
	108±27	100±15	1,08±0,31	0,53±0,17	3	196
610°C	110±26	98±14	1,12±0,31	$0,55\pm0,18$	6,2	95
	127±36	102±21	1,25±0,43	0,55±0,19	8	73
(fs 65%)	83±14	78±11	1,06±0,23	0,60±0,17	12	49
	116±27	103±18	1,13±0,32	0,60±0,16	17	34
	109±23	102±18	1,07±0,29	0,51±0,18	3,2	185
615°C	103±25	93±15	1,11±0,32	0,58±0,19	6	99
	104±28	81±13	$1,28\pm0,40$	0,61±0,18	8	74
(fs 60%)	95±16	88±12	1,08±0,23	$0,58{\pm}0,18$	12	49
	96±16	83±12	1,15±0,25	0,62±0,19	19	31
	99±19	93±15	1,07±0,27	0,54±0,18	3,2	187
620°C	106±27	95±17	1,12±0,35	0,55±0,16	6	100
	125±47	100±21	1,25±0,54	0,59±0,17	8,5	70
(18 55%)	95±14	89±12	1,07±0,21	$0,59{\pm}0,18$	11	54
	112±23	100±17	1,12±0,29	0,60±0,19	18	33
	107±21	99±20	1,07±0,30	0,53±0,19	3	200
622°C	104±23	94±14	1,10±0,29	0,55±0,17	6	100
	106±29	88±13	1,21±0,34	0,57±0,16	8,5	71
(fs 50%)	75±12	71±9	1,06±0,21	0,63±0,19	11,5	52
	91±21	80±15	1,14±0,34	0,61±0,19	22	27
	94±14	88±13	1,07±0,22	0,57±0,17	3,5	172
625°C	92±15	84±12	1,10±0,23	0,58±0,18	6,5	93
	116±29	92±17	1,25±0,39	0,59±0,17	8,3	73
(fs 45%)	98±19	90±14	1,08±0,27	0,59±0,18	12	50
	$103 \pm 22$	90±11	1 15±0 28	0 60±0 17	21	29

T

Tabela 5.3: Valores de tamanho de grão (Método dos Interceptos), tamanho de glóbulo (Diâmetro de Feret), relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, tempo de aquecimento e taxa de aquecimento para a liga A356 apenas fundida e nas temperaturas escolhidas (junto à estimativa das frações sólidas relativas).

A356	Tam. de grão (µm)	Tam. de glob. (µm)	Grão/Glob.	Circularidade	Tempo de reaq. (min)	TX aq. (°C/min)
Fundida	96±16	36±5	2,0±0,58	0,31±0,22	-	-
	87±13	81±44	$1,08\pm0,60$	0,46±0,22	3,8	143
567°C	102±16	89±51	1,14±0,68	0,47±0,22	5,5	99
	118±22	94±48	$1,25\pm0,68$	$0,46\pm0,20$	8,5	64
(fs 85%)	94±14	90±48	$1,05\pm0,57$	0,41±0,21	11,8	46
	101±17	91±52	1,11±0,66	0,55±0,21	20,5	27
	94±15	86±45	$1,09\pm0,60$	0,51±0,22	3,5	157
572°C	98±16	86±42	$1,14\pm0,59$	0,50±0,21	5,5	100
	122±28	97±48	$1,26\pm0,68$	0,42±0,19	8,3	66
(fs 60%)	87±14	82±38	$1,06\pm0,52$	$0,51\pm0,20$	11,2	49
	106±23	94±49	1,13±0,63	0,56±0,21	20	28
	91±15	82±39	$1,11\pm0,56$	$0,52{\pm}0,20$	3,5	158
577°C	89±12	79±41	$1,13\pm0,60$	$0,53\pm0,20$	5,6	99
	126±27	95±52	$1,32\pm0,78$	0,54±0,21	8,6	64
(fs 45%)	100±45	92±55	$1,09\pm0,81$	$0,59{\pm}0,22$	11,1	50
	105±21	95±53	1,11±0,65	0,55±0,21	21	26
	100±18	90±46	$1,11\pm0,60$	0,53±0,22	3,7	151
582°C	90±18	80±39	1,13±0,59	$0,53\pm0,20$	6	93
	113±21	99±50	$1,14\pm0,61$	0,43±0,20	8,1	69
(fs 40%)	$102 \pm 14$	93±47	$1,10\pm0,57$	0,50±0,21	11,7	48
	114±13	97±52	1,17±0,54	0,54±0,22	20,5	27



Figuras 5.21: Gráficos da liga AA 2011 para várias taxa de aquecimento nas temperaturas sob estudo *versus*: a) tamanho de grão; b) tamanho de glóbulo; c) circularidade.



Figuras 5.22: Gráficos da liga AA 2014 para várias taxa de aquecimento nas temperaturas sob estudo *versus*: a) tamanho de grão; b) tamanho de glóbulo; c) circularidade.



Figuras 5.23: Gráficos da liga A 356 para várias taxa de aquecimento nas temperaturas sob estudo *versus*: a) tamanho de grão; b) tamanho de glóbulo; c) circularidade.

### 5.1.1 Discussão dos resultados via análises metalográficas

Numa primeira análise sobre as ligas de Al-Cu, pode ser observado pelos gráficos da circularidade (Figuras 5.21c e 5.22c) que os glóbulos a altas taxas apresentam uma forma muito irregular e, gradualmente, com a diminuição da taxa para cada temperatura em estudo, se tornam mais globularizados. Este resultado pode ser melhor observado nas Figuras 5.21 a-c para a liga AA2011. Também se observa variações no tamanho dos glóbulos com a tendência a um gradual aumento nas dimensões, novamente, de forma mais evidente para a liga AA2011 e menos para a liga AA2014. Como uma das razões possíveis para esta diferença, seria devido à dificuldade na obtenção de cores mais definidas quando no ataque eletrolítico/microscópio com luz polarizada para a contabilização via Método dos Interceptos para esta liga. Outra possibilidade seria devido à diferença na morfologia dos grãos do material de origem: a liga AA2011 possui microestrutura como rosetas de muitos braços interdendríticos (vide Figura 3.3a) e a liga AA2014 possui sua microestrutura como rosetas "mais arredondadas" (vide Figura 3.5a). Esta diferença vai interferir de maneiras distintas sobre a evolução microestrutural durante o reaquecimento das amostras, estágios que podem ser resumidos como:

 <u>Fusão da região intergranular</u>: os precipitados e os componentes da segunda fase são os primeiros a se fundir, criando uma interface liquefeita ao redor dos grãos da fase alfa. A variação com relação à taxa de aquecimento nesta etapa possui uma influência reduzida;

2) <u>Subdivisão</u>: neste segundo estágio na evolução do reaquecimento do material, quanto mais alta a temperatura final objetivada, mais subdivisões irão ocorrer. As regiões mais ativadas pela energia concedida são aquelas em contornos de grão de baixo ângulo, com maior energia livre (Zoqui, 1998), facilitando a fragmentação das rosetas de vários braços interdendríticos (como para a liga AA2011) de acordo com os fenômenos de Ostwald ripening. A conseqüência é uma multiplicação momentânea de pequenos grãos rodeados pela segunda fase liquefeita e quebra de partes mais frágeis do "esqueleto dendrítico" (concepção 3D da estrutura de um grão). Para a liga AA2014, com contornos de grão mais suavizados (se em comparação à outra liga), esta multiplicação não ocorre de forma acentuada, tendo como maior conseqüência uma

tendência a uma gradual redução no diâmetro das rosetas (Figuras 5.22 a-b) com arredondamento e ruptura de algumas regiões do "esqueleto dendrítico". Contudo, para taxas de aquecimento baixas, ao mesmo tempo em que braços das rosetas e partes do "esqueleto dendrítico" são rompidos, também passa a acontecer a facilitação ao crescimento dos grãos, como uma terceira etapa de evolução;

**3)** <u>Crescimento</u>: no caso das taxas de aquecimento baixas, o material permanece numa dada faixa de temperatura por um certo tempo, o suficiente para que passe a ocorrer também o crescimento dos glóbulos, quando alguns cristais crescem às expensas de outros (como um fluxo de partículas de menor raio para as de maior raio), ou de acordo com a relação LSW (Lifshitz-Slyozov e Wagner, 1961), fenômenos que podem ocorrer mesmo antes de ser atingida a temperatura *solidus*. Nesta etapa, se dá uma homogeneização no tamanho dos grãos (mesmo que em algumas regiões se formem "grãos anormais") e um crescimento também pela via dos fenômenos de engrossamento / coalescência vão acontecer para estas baixas taxas de aquecimento. Ou seja, se nas duas primeiras etapas do reaquecimento para taxas altas e até para valores intermediários até um valor mínimo (neste caso, como uma combinação ótima entre o valor da temperatura alcançada naquele momento e a taxa de reaquecimento aplicada, segundo a Equação 2.3) ocorreu a diminuição dos grãos da matéria prima, a partir de uma dada taxa, estes mecanismos irão acontecer em paralelo aos fenômenos de engrossamento dos grãos;

4) <u>Esferiodização</u>: para taxas baixas (juntamente às temperaturas finais mais altas) que possibilitam a homogeneização dos grãos, estes tendem a se globularizar, devido à seqüência subdivisão/crescimento. Ou seja, os maiores valores de circularidade serão encontrados num crescente das taxas maiores às mais baixas, como pode ser observado pela Figura 5.21c para a liga AA2011 e menos acentuadamente para a liga AA2014, Figura 5.22c.

Portanto, ao se analisar os gráficos das Figuras 5.21 e 5.22, que mostram uma tendência linearizada de resposta do material ao efeito da variação da taxa de aquecimento nas oito frações sólidas sob estudo, não se torna evidenciada a influência especificamente desta variação sobre a morfologia dos grãos, uma vez que os resultados podem ser relacionados aos fenômenos já citados e dependentes da microestrutura das rosetas das matérias primas utilizadas.

Porém, quando o parâmetro da relação entre o tamanho dos grãos / tamanho dos glóbulos *versus* taxa de aquecimento para todas as frações sólidas sob estudo é analisado, um padrão diferenciado se mostra, como pode ser visto pelos gráficos das Figuras 5.24a/b, com linhas coligando os pontos obtidos para o modelo se tornar mais evidenciado. Este parâmetro se relaciona à estimativa do "esqueleto dendrítico", mostrando a importância das "coligações 3D" que formam os grãos por todo o volume da amostra (Zoqui, 2003).

Segundo as curvas de ambas as ligas, para altas taxas, a relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo tem um valor reduzido. O grupo de linhas relativas a cada liga passa a se distanciar com a gradual redução da taxa de aquecimento, como conseqüência das diferenças existentes entre as rosetas iniciais (o estágio 2 para a liga AA2011 é mais acentuado, o que aumenta o valor da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo, o qual permanece mais uniforme para a liga AA2014). Mas, para ambas as ligas, mesmo com a microestrutura diferente da matéria prima, observa-se um valor máximo da relação ao redor da taxa de 70 a 80°C/min e um rápido decréscimo a um valor mínimo ao redor da taxa de 50 a 60°C/min para, em seguida, aumentar gradual e semelhantemente com a redução da taxa, conforme vão ocorrendo paulatinamente os fenômenos de engrossamento.

Enquanto que para as ligas de Al-Cu foi observada uma tendência a um aumento gradual linearmente dos primeiros parâmetros com a redução da taxa de aquecimento e somente ao analisar a relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo que foi observado o padrão diferenciado, uma variação na evolução morfológica com a taxa de aquecimento para a liga de Al-Si já se mostrou desde os primeiros gráficos, se observados os pontos numa sequência, e não pela tendência, como ilustrado pela linha desenhada. Essa característica pode ser melhor observada nas imagens relativas às taxas ao redor dos valores de 70°C/min e 50°C/min em todas as temperaturas sob estudo (Figuras 5.17 a 5.20 c-d). Pode-se notar a diferença significativa na morfologia dos glóbulos. Ou seja, os relativos à taxa de 70°C/min, possuem uma microestrutura bastante irregular (como pode ser visto nos pontos relativos do gráfico da Figura 5.23c), e os relativos à taxa de 50°C/min são os de morfologia mais homogênea. Como conseqüência, o gráfico da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo (Figura 5.24c) acaba por mostrar diretamente um valor diferenciado ao redor da taxa de 70°C/min e de 50°C/min, confirmando o comportamento das curvas encontradas para as ligas de Al-Cu. Portanto, mesmo a liga A356

possuindo uma outra composição, uma outra formação de segunda fase e um outro aspecto de microestrutura da fase alfa (ou seja, desta vez, independentemente da microestrutura inicial da liga), o comportamento diferenciado ao redor das taxas de 70°C/min e 50°C/min se repetiu.



Figuras 5.24: Gráficos para correspondência entre a relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo *versus* taxa de aquecimento para as ligas: a) AA2011; b) AA2014; c) A356.

#### 5.2 EVOLUÇÃO REOLÓGICA: COMPORTAMENTO VISCOSO NO ESTADO SEMISSÓLIDO

Muitos lingotes foram produzidos dentro dos parâmetros estabelecidos e as amostras para os ensaios de compressão a quente foram selecionadas de maneira completamente aleatorizadas. Ou seja, estarem tanto em posições semelhantes de altura nos lingotes, como também em posições diversas, diante dos diversos lingotes produzidos em diferentes dias, para não só ser estudado o comportamento diante de semelhanças na microestrutura (Figuras 4.13), como em suas pequenas diferenças, respectivamente. Os experimentos só foram feitos após o equipamento estar num equilíbrio térmico aceitável e só foram utilizadas amostras dentro dos parâmetros de similaridade microestrutural estabelecidos. Os experimentos nos quais a temperatura final ultrapassou 1°C da estipulada foram eliminados.

O método escolhido para a determinação dos pontos para se traçar os gráficos das Figuras 5.25 a 5.28 foi o de se adotar os valores de pico encontrados nos gráficos viscosidade aparente x taxa de cisalhamento (viscosidade aparente máxima: a força aplicada para romper a estrutura coesa da fase primária pode ser associada ao comportamento tensão/deformação do regime elástico do material, ou seja, no mesmo tempo relativo a este ponto no gráfico da tensão) e tensão de engenharia x deformação (tensão máxima, necessária para ocorrer o "deslizamento", Figura 2.37, quando se inicia o movimento dos grãos pelo líquido eutético), segundo as Equações 2.7 a 2.9 para cada experimento. Estes pontos foram obtidos por linhas de tendência definidas pelo programa Excel (Office 2003) como polinômios de ordem 6. Utilizando como exemplo os gráficos de viscosidade, estes apresentaram o valor de  $R^2$  entre 0,98 (melhor resultado para temperatura mais elevada) e 0,81 (o pior valor encontrado numa temperatura mais baixa).

Assim procedendo, cada experimento se transformou em um específico ponto da curva, com o objetivo de se delinear e averiguar se o formato senoidal extrapolado quando nos estudos da evolução morfológica seria verdadeiro e definir onde estariam as regiões de inflexão.

Nesta etapa, testes diferentes foram feitos, baseados em variações propostas por Liu e Atkinsons (2003):

1) Primeiramente, para a liga A356, nas temperaturas que foram escolhidas para os estudos

da evolução morfológica (respeitando as rampas de aquecimento ilustradas pela Figura 3.12a), como mostrado nas Figuras 5.25. Contudo, na de 572°C, as amostras "estouraram" (como pode ser visto pelos valores baixos de força, Figuras 5.30e-f), apresentando então um valor anômalo baixo de viscosidade. Por este motivo, não foi testada a temperatura de 567°C;

2) Em seguida, na temperatura de 582°C para a mesma liga (temperatura mais utilizada em termos de pesquisas e de processos industriais), mas variando a velocidade de deslocamento do êmbolo da prensa (125, 90, 50 mm/s nominais, segundo a Figura 3.3), como mostrado nas Figuras 5.26;

3) Com amostras da liga AA2011 (liga de Al-Cu com aproximadamente 7,1% de outros elementos além do alumínio), respeitando a rampa de aquecimento ilustrada pela Figura 3.12b;

4) Com a liga Al-5,3wt%Zn-5,1wt%Si (com aproximadamente 10,8% de outros elementos), respeitando as rampas de aquecimento ilustradas pelas Figuras 3.12c.

O resultado destes testes pode ser visto nas Figuras 5.27, mantendo-se como comparação uma fração sólida próxima (ao redor de 50%) para todas as ligas. Este valor específico foi escolhido porque a liga AA2011 apresenta valores de viscosidade para a fração sólida de 45% muito abaixo do que o equipamento utilizado é capaz de assinalar (Proni, 2010).

Para uma melhor análise de todos os resultados, a região principal do gráfico viscosidade máxima *versus* taxa de aquecimento para todos os experimentos está mostrada em detalhe na Figura 5.28.

5) Para avaliar o comportamento viscoso juntamente ao processo de aquecimento isotérmico ("tempo de espera"), ensaios foram feitos em cada condição (30 s, 60 s, 90 s, 120 s, 210 s) para a liga A356, reaquecida a 582°C, Figura 5.29a. Porém, devido ao grau de sensibilidade do equipamento, valores muito baixos de força não puderam ser captados, o que resultaria em valores muito baixos de viscosidade também. Portanto, somente alguns testes constam do gráfico. Por este gráfico, pode-se observar que as viscosidades obtidas no tempo de espera de 210 s foram superiores aos outros e apenas possível ao redor da taxa de 80°C/min. Para avaliar este resultado, um estudo via metalografia (Método dos Interceptos) foi feito em amostras

129

somente reaquecidas (com taxa de aquecimento ao redor de 80°C/min) com a obtenção do gráfico da Figura 5.29b. Observa-se que o tamanho de grão aumenta muito para este tempo de espera, mesmo depois de ter diminuído bastante a 120 s como conseqüência do efeito prioritário do fenômeno de Ostwald ripening até os 120 s, confirmando o fenômeno de crescimento de grão de acordo com a relação LSW a partir de então.

Como complemento para análises, alguns exemplos de curvas obtidas via as Equações 2.7 a 2.9 estão mostradas nas Figuras 5.30 a 5.36, escolhidas de acordo com os valores das inflexões encontradas nos gráficos dos experimentos descritos nos itens de 1 a 4.



Figuras 5.25: Gráficos da liga A356 para as temperaturas de reaquecimento de 572, 577 e 582°C nos parâmetros: a) Viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento; b) tensão máxima *versus* taxa de aquecimento.



Figuras 5.26: Gráficos da liga A356 para a temperatura de reaquecimento de 582°C nas velocidades de descida do êmbolo da prensa de 125, 90 e 50 mm/s nominais nos parâmetros: a) Viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento; b) tensão máxima *versus* taxa de aquecimento.



Figuras 5.27: Gráficos de três diferentes ligas de alumínio para frações sólidas da ordem de 50% nos parâmetros: a) Viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento; b) tensão máxima *versus* taxa de aquecimento.



Figuras 5.28: Gráfico da viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento para as várias ligas sob estudo nas diversas condições de testes, com ênfase na faixa principal da variação da taxa de aquecimento.





Figura 5.29: Gráficos da liga A356 para a temperatura de reaquecimento de 582°C em vários tempos de espera: a) Viscosidade aparente máxima *versus* taxa de aquecimento; b) Tamanho de grão (Método dos Interceptos) via metalografia em amostras apenas reaquecidas.



Figuras 5.30: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 572°C, sob algumas taxas de aquecimento.



Figuras 5.31: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 577°C, sob algumas taxas de aquecimento.



Figuras 5.32: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 582°C (v 125 mm/s), sob algumas taxas de aquecimento.



Figuras 5.33: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 582°C (v 90 mm/s), sob algumas taxas de aquecimento.



Figuras 5.34: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga A356, reaquecidas a 582°C (v 50 mm/s), sob algumas taxas de aquecimento.



Figuras 5.35: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga AA2011, reaquecidas a 626°C (fs 50%), sob algumas taxas de aquecimento.



Figuras 5.36: Gráficos de viscosidade, tensão, força *versus* outros parâmetros importantes como taxa de cisalhamento, deformação e tempo para determinados ensaios feitos com amostras da liga Al-5,3wt%Zn-5,1wt%Si reaquecidas a 582°C (fs 50%), sob algumas taxas de aquecimento.

#### 5.2.1 Discussão sobre os resultados obtidos via ensaios de compressão à quente

## ✤ Taxas entre 25 – 40°C/min

Para todas as ligas sob estudo, após a região de inflexão ao redor da taxa de 50°C/min (ou seja, para valores crescentes de tempo de reaquecimento das amostras), todas as curvas apresentaram o mesmo comportamento (notar a semelhança na inclinação das curvas, denotando um mesmo tipo de processo metalúrgico ocorrendo com todas as fases alfa das ligas sob estudo): uma tendência ao aumento nos valores de viscosidade e de tensão. Esta tendência pode estar associada ao tempo longo ao qual o material fica submetido a uma mesma faixa de temperatura pelo demorado reaquecimento, denotando a influência marcante dos processos de crescimento dos grãos via engrossamento e coalescência, superando os efeitos de Ostwald ripening que também ocorrem, devido ao processo de aquecimento constante do material até a temperatura final objetivada. Este efeito pôde ser observado nos gráficos relativos à relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo das ligas A356 e AA2011, ou mesmo pelas imagens metalográficas obtidas para as taxas baixas, mostrando que os grãos se tornaram bem maiores (uma observação adicional pode ser feita quanto à velocidade baixa do êmbolo: é menos eficiente para os grãos maiores das taxas baixas, uma vez que os grãos maiores existentes quando nestas taxas necessitam de mais força/velocidade para serem deslocados), como já discutido no item 4.2.1 como consequência dos fenômenos de subdivisão e crescimento. Portanto, esta janela de taxa de aquecimento não se mostrou recomendável para trabalho.

## ✤ Taxas entre 40 – 60°C/min

Para a taxa ao redor de 50°C/min, foram encontrados valores mínimos de viscosidade e de tensão para todas as ligas de alumínio sob estudo, em quaisquer das condições analisadas, para quaisquer posições de amostras dos lingotes produzidos. As possíveis razões para este resultado serão discutidas adiante.

a) Este valor de mínimo está de acordo com a taxa utilizada para o estudo da evolução morfológica feito para as ligas A356 e AA2011, portanto estes estudos fornecem imagens de boa

aproximação para análises comparativas visuais, como também confirmando os resultados dos cálculos feitos para tamanho de grão, de glóbulo e circularidade nesta outra região de destaque. Também, mostrando que a relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo fornece uma boa estimativa do "esqueleto dendrítico", uma compreensão da microestrutura tridimensional;

b) Pode-se observar em todos os gráficos presentes nas Figuras 5.30 a 5.36, que as curvas relativas a esta janela de taxa de aquecimento possuem valores bem inferiores às das curvasexemplos das outras taxas: menor valor de força máxima necessária, e ela é atingida num tempo inferior (Figuras 5.31f a 5.36f). Ou seja, a viscosidade máxima já é atingida com uma deformação menor (Figuras 5.31g a 5.36g), num tempo menor (Figuras 5.31b a 5.36b) e a tensão máxima também ocorre num tempo menor (Figuras 5.31d a 5.36d), isto é, mais rapidamente a coesão entre os grãos é rompida e ultrapassada (Figura 2.37). Estas influências também podem ser vistas pelos gráficos relativos às taxas de cisalhamento (Figuras 5.31h a 5.36h): ela é máxima comparativamente, uma vez que os grãos estão mais globularizados e deslizam mais facilmente entre si. Ou seja, facilitaria um rápido e homogêneo espalhamento do material semissólido em um molde quando num tixoforjamento.

## ✤ Taxas entre 60 – 80°C/min

Para taxas ao redor de 70°C/min, todas as ligas de alumínio testadas apresentaram um valor máximo de viscosidade e de tensão relativas às suas curvas, mostrando que esta janela de taxa de aquecimento também não se torna recomendável para trabalho. A taxa para cada pico mostrou uma dependência não somente da microestrutura de cada liga (o quão dendrítica ou não era a matéria prima, ou seja, a força máxima e maior – comparativamente às outras taxas para uma mesma liga – só foi atingida num tempo mais extenso para se obter a deformação imposta pelo equipamento, Figuras 5.31f a 5.36f), como também mostrou uma tendência a depender da porcentagem de fase alfa presente (quanto menor a porcentagem da fase alfa presente na liga, menor a taxa encontrada para o pico, uma vez que a maior quantidade de segunda fase possibilitou uma atuação maior do *ripening*).

a) Para as ligas A356 e AA2011, este valor de máximo foi compatível aos valores de máximos quando nos estudos de evolução morfológica. Assim, as imagens via metalografia obtidas naquela etapa fornecem boas aproximações para análises de comparações visuais e para

cálculos de tamanho de grão, de glóbulo e circularidade nesta região de destaque para estas ligas. Também, mostrando que a relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo fornece uma boa estimativa do "esqueleto dendrítico", uma compreensão da microestrutura tridimensional;

b) Para a liga A356, se observados os valores encontrados via metalografia nesta taxa para as temperaturas de 577 e 582°C, os picos estão em alturas muito dessemelhantes, se comparados aos picos via ensaios de viscosidade. Esta diferença pode ser explicada pela dificuldade na coloração para contagem do tamanho de grão para a temperatura de 577°C (como pode ser observado pela Figura 5.19c). Contudo, para a temperatura de 582°C, o pico é bastante baixo no gráfico da Figura 5.24c, o que não se mostrou quando nos testes de viscosidade. Uma possível razão para este comportamento diferenciado está na velocidade alta do êmbolo da prensa, que não permite um rápido deslocamento inicial entre os grãos. A curva da Figura 5.24c para esta temperatura teria maior semelhança à velocidade inferior do êmbolo (Figura 5.26a);

### ✤ Taxas entre 80 – 170°C/min

Neste intervalo, os gráficos de todas as ligas de alumínio analisadas apresentaram grandes variações nos valores de viscosidade aparente máxima, mostrando que esta janela de taxa de aquecimento também não se torna recomendável para trabalho. Estas variações ocorreram porque dependentes de características da microestrutura particular de cada liga, como também da microestrutura de cada amostra utilizada. Ou seja, diferentes morfologias como resposta ao fenômeno de Ostwald ripening, predominante a altas taxas. Contudo, outras influências podem estar associadas:

a) Para a liga A356, a diferença nas posições dos pontos obtidos se mostrou não só pela variação na porcentagem de líquido entre os grãos para deslize durante os ensaios de compressão a quente (quanto menor a fração sólida, menor a viscosidade encontrada), como também dependente de possíveis variações na microestrutura presente nas amostras (se da base do lingote ou do topo, Figuras 4.13). Porém, os valores medidos de viscosidade acompanharam a descendente vista no gráfico via metalografía, mas não de forma tão acentuada como pode ser visto na Figura 5.24c. Uma possível razão para isto estaria na forte influência do formato (baixa circularidade) dos grãos sobre a dinâmica de deslizamento dos glóbulos durante os ensaios de compressão a quente;

145

b) Para a liga AA2011, pode-se observar não só a forte influência da baixa circularidade, como a possibilidade da formação de aluminas dentro dos poros das amostras (Figuras 2.2), prejudicando o livre deslizamento dos grãos ("efeito areia"), tendo como conseqüência o aumento gradual e expressivo da viscosidade (Proni, 2010). O início da influência destes efeitos pode ser observado pela existência de uma inflexão encontrada ao redor da taxa de 90°C/min, já que a curva deveria prosseguir numa descendente contínua em direção às altas taxas, segundo o gráfico obtido via análises metalográficas (Figura 5.24a);

c) Para a liga Al-5,3wt%Zn-5,1wt%Si, observa-se uma grande variação nos valores obtidos entre as taxas de 90 a 120°C/min, possivelmente devido a diferenças na microestrutura presente nas diversas amostras obtidas dos lingotes, uma vez que o campo eletromagnético não atua semelhantemente por toda a altura do lingote (Figura 3.2b), fornecendo diferentes correntes convectivas. Assim, o fenômeno de Ostwald ripening sobre cada amostra resultará em diferentes circularidades, portanto, como diferentes viscosidades.

## ✤ Região contendo as duas inflexões principais: taxas entre 40 – 80°C/min

Esta região dos gráficos contêm as duas principais inflexões, ou seja, de brusca variação nos valores da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo via estudos metalográficos de evolução morfológica em amostras reaquecidas e submetidas a um resfriamento rápido, ou de brusca variação de viscosidade e de tensão, via experimentos dinâmicos de ensaios de compressão a quente numa prensa de placas paralelas. Notar a semelhança na inclinação das linhas relativas, denotando um processo metalúrgico semelhante ocorrendo com as fases alfa de todas as ligas de alumínio sob estudo, independentemente da microestrutura das matérias primas utilizadas e mesmo da porcentagem presente da fase alfa.

# Para um melhor entendimento, as Figuras 4.52 ilustram possíveis configurações de microestrutura numa concepção tridimensional para as seguintes hipóteses:

 Para valores de reaquecimento acima da taxa de 80°C/min, os braços interdendríticos (regiões de menor raio de curvatura, portanto, possuem maior energia de superfície) vão sendo dissolvidos prioritariamente com a concessão de energia pelo rápido reaquecimento imposto, juntamente à agitação eletromagnética proporcionada pelo aquecimento via forno de indução em maior potência, tendendo a torná-los mais planos (ou com maior raio de curvatura), reduzindo então a área superficial total do grão. Como conseqüência, tem-se a dissolução de pontas e cantos das microestruturas, esferiodizando-as. Quanto mais alta for a taxa de aquecimento, ou seja, quanto mais fortes forem as correntes convectivas causadas pelos altos gradientes térmicos e pela agitação via forno de indução, a dissolução da fase alfa ocorrerá de forma mais acelerada. Não só ocorrem os fenômenos de Ostwald ripening (Figuras 2.11a), como também pode acontecer a quebra dos braços interdendríticos por dobramento e destacamento, possibilitando a diferença entre o tamanho de grão e glóbulo calculados via metalografia (Figuras 5.39 a-b-h, a-b-g);

2) Então, até uma dada taxa de aquecimento ao redor de 70°C/min, ou seja, até uma dada taxa de fornecimento de energia ainda favorável aos fenômenos de variação de energia de superfície, os glóbulos vistos nas imagens metalográficas ainda permanecem presos numa mesma formação cristalina 3D inicial (Figuras 5.39 a-b-f, a-b-e). Isto acarreta:

- Numa mesma tonalidade das pontas já afiladas dos braços interdendríticos via imagens bidimensionais no microscópio com luz polarizada, consequentemente num valor maior para a relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo, principalmente para ligas de microestrutura inicial mais dendrítica;
- Os vários "esqueletos dendríticos 3D afilados" (ligas de microestrutura inicial mais dendrítica) se tornam obstáculos relevantes entre si (porque de baixíssima "circularidade 3D"), "enganchando-se", no teste dinâmico de compressão a quente, tendo como resultado valores elevados de viscosidade. Este efeito pode ser reduzido, se a microestrutura inicial tiver a forma de roseta, como no caso da liga AA2011, deixando o "esqueleto 3D" menor com protuberâncias mais curtas/arredondadas.

A existência desta estrutura ainda unificada pode ser também observada no gráfico relativo a tempos de espera (Figura 5.28b), no qual se vê valores aos 210 s apenas existentes ao redor desta taxa de aquecimento, porque apenas nela que foi ainda possível manter alguma estrutura para o crescimento dos grãos (a amostra não ter amolecido e perdido a sustentabilidade para o ensaio). Por este mesmo gráfico, também se pode observar que as amostras submetidas a tempos de espera, mesmo um pouco acima da taxa de 80°/min, apresentam viscosidades semelhantes, uma vez que a energia fornecida auxiliou a quebrar o "esqueleto dendrítico 3D" existente nesta condição (fenômeno esperado de globularização pelo procedimento do "tempo de espera");

3) A partir deste ponto, ao se ultrapassar o tempo de reaquecimento relativo a esta taxa (ou seja, já para uma taxa de aquecimento discretamente menor, a região de inflexão), as correntes convectivas formadas já não são tão turbulentas como as anteriores, permitindo um certo acúmulo de soluto em locais do eixo da dendrita principal, propiciando o fenômeno de "empescoçamento". Isto rompe o eixo principal em diversas regiões, junto à dissolução ainda dos braços interdendríticos. Estes processos não ocorrem de forma tão repentina, como se pode observar pela certa inclinação da linha relativa aos pontos que compõem o intervalo entre as duas inflexões principais. Desse modo, sem ainda acarretar em crescimento de grão, todas estas partes - glóbulos vistos via metalografia - se soltam da estrutura 3D inicial no material já fundido e a circularidade rapidamente aumenta também: pelo glóbulo estar livre, há a rápida ocorrência dos fenômenos de Ostwald ripening pela rápida penetração de líquido ao redor dos novos grãos formados. Assim, estes trocam a orientação cristalina entre si (mudança de cor para uma contagem via metalografia) e deslizam livres entre si na dinâmica de um ensaio de compressão a quente. A consequência se mostra como uma relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo repentinamente inferior para o gráfico da metalografia e em valores rapidamente descendentes de viscosidade aparente máxima no teste dinâmico nesta situação. Esta subdivisão homogênea também pode ser constatada pelo gráfico relativo aos "tempos de espera" (Figura 5.28b), uma vez que as viscosidades observadas nas amostras nestas taxas apresentam valores semelhantes às das taxas maiores. Ou seja, a influência aqui dos "tempos de espera" se mostra agora como uma globularização devido a fenômenos de crescimento dos grãos que foram subdivididos (Figuras 5.39 a-b-d);

4) A partir de tempos de reaquecimento maiores do que este em específico, os fenômenos de crescimento via engrossamento, coalescência e alguma sinterização (devido à tendência a aglomeração num ensaio de compressão) passam a ocorrer de forma predominante. Isto acontece porque são fenômenos regidos por reações de interface, ou seja, pelo "crescimento lateral" das dendritas, quando há baixos níveis de turbulência de fluxo (baixos gradientes térmicos e de agitação, uma vez que o forno de indução está à baixa potência), permitindo o "encorpamento" natural dos braços dendríticos. Portanto, a viscosidade volta a aumentar gradualmente para os ensaios dinâmicos de compressão a quente, assim como a relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo, visto com clareza nas imagens via metalografía para esta taxa de aquecimento (Figuras

148

5.39 a-b-c).

Para averiguar estas proposições de variação microestrutural de acordo com as taxas de aquecimento, foram escolhidas amostras para análise metalográfica de alguns ensaios de compressão a quente feitos (como realçados na Figura 5.37a). Não foi escolhida uma amostra na região entre 80-100°C/min porque há muita dispersão; contudo, foi escolhida uma entre os pontos de inflexão (66°C/min) para se analisar a transição entre os valores de máximo e mínimo da senoidal. Os resultados estão mostrados nas Figuras 5.40 a 5.47.



Figura 5.37: Gráficos para a liga A356 na temperatura de trabalho de 582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125 mm/s para as várias taxas de aquecimento em ensaios de compressão à quente: a) com ênfase nas amostras escolhidas para análises metalográficas; b) gráfico do raio da amostra *versus* tempo dos ensaios escolhidos para as análises metalográficas.

A escolha das regiões para se obter as imagens das Figuras 5.40 a 5.45 foram definidas segundo as posições mostradas pela Figura 5.38, observando que não se referem a uma mesma posição para todas, uma vez que os raios de cada uma são diferentes entre si (Figura 5.37b, eixos numa posição invertida para dar ênfase aos diferentes comprimentos dos raios). Assim:

1) meio – região de maior grau de compressão, com pouquíssima segunda fase;

2) transição – região onde a segunda fase começa a surgir entre os grãos;

3) coroa - região na qual os grãos estão livres e com segunda fase ao redor;

4) borda – região limite de escoamento, com grãos de tamanho reduzido, por terem sido cisalhados no trajeto durante a compressão, e com muita segunda fase segregada.

Todas estas regiões também foram divididas em setores verticais:

a. acima – limite superior da amostra;

b. centro - região média;

c. base – limite inferior.



Figura 5.38: Referências de regiões em uma amostra após ensaio de compressão à quente.

Segundo as imagens obtidas, observa-se a grande diferença na morfologia dos grãos em todas as regiões de acordo com as taxas de aquecimento e de acordo com os desenhos tridimensionais propostos. Como comparação adicional, foi escolhida a região central da coroa de todas as amostras (Figuras 5.46 e 5.47) para ilustrar a morfologia dos grãos e também a morfologia dos cristais de silício eutético presentes. Estes mostram diferentes tamanhos: menores para uma troca de calor mais rápida com o êmbolo da prensa (para as amostras de menor viscosidade, portanto, de velocidade maior de escoamento) e maiores para as amostras de viscosidade maior, uma vez que não trocaram calor tão rapidamente e puderam crescer/coalescer (os tamanhos estão condizentes com os diferentes raios finais das amostras, Figura 5.37b). Esta diferença de tamanhos dos cristais de silício se mostra relevante quando na avaliação das propriedades mecânicas de uma peça produzida por tixoconformação (cristais maiores e aciculares propiciam regiões de tensão, possibilitando o início de formação de trincas sob esforços; ao contrário dos cristais reduzidos e mais globularizados). Pode-se observar também pelas imagens apenas polidas branco e preto, como pelas coloridas, a morfologia dendrítica dos grãos na taxa de aquecimento de 75°C/min, como a forma globularizada e de tamanho de grão reduzido à 47°C/min, como proposto pelas Figuras 5.39.

Como ilustração final da proposta de microestrutura tridimensional e exemplos de imagens relativas, tem-se as Figuras 5.48, que salientam a influência da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo (curva genérica) como sendo o realmente preponderante no formato senoidal obtido nos ensaios de compressão a quente / viscosidade, de acordo com variações na taxa de aquecimento.



Figuras 5.39: Desenhos tridimensionais ilustrativos da variação da microestrutura com relação à variação da taxa de aquecimento.



Figuras 5.40: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 135,6°C/min (vide Figura 5.38).



Figuras 5.41: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 110,6°C/min (vide Figura 5.38).



Figuras 5.42: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 75,3°C/min (vide Figura 5.38).


Figuras 5.43: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 66,3°C/min (vide Figura 5.38).



Figuras 5.44: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 46,9°C/min (vide Figura 5.38).



Figuras 5.45: Regiões da seção longitudinal da metade de uma amostra (meio até a borda) da liga A356 após ensaio de compressão à quente (582°C, velocidade de descida do êmbolo de 125mm/s), na taxa de aquecimento de 31,1°C/min (vide Figura 5.38).



Figuras 5.46: Imagens ilustrativas da região central da coroa das amostras nas taxas de aquecimento escolhidas: com ataque eletrolítico HBF4, apenas polidas e no aumento maior com ênfase nos cristais de silício eutético.



Figuras 5.47: Imagens ilustrativas da região central da coroa das amostras nas taxas de aquecimento escolhidas: com ataque eletrolítico HBF4, apenas polidas, e no aumento maior com ênfase nos cristais de silício eutético.



Figuras 5.48: Sobreposição de imagens das Figuras 5.29, 5.46 e 5.47 junto aos desenhos tridimensionais da Figura 5.39, salientando a influência da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo (curva genérica) como sendo realmente preponderante no formato senoidal obtido nos ensaios de compressão a quente / viscosidade, de acordo com variações na taxa de aquecimento.

### 6 CONCLUSÃO E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para que o processamento de materiais no estado semissólido seja eficiente, se faz necessário o controle adequado da morfologia dos grãos, uma vez que o material esperado para ser tixoconformado deva ser constituído basicamente por uma suspensão de sólidos globulares da fase primária, envoltos pelo soluto e/ou eutético liquefeito (fase secundária), e distribuídos de uma forma homogênea. Ou seja, se faz necessário escolher corretamente determinados parâmetros metalúrgicos (que envolvem parâmetros físicos e químicos) e parâmetros de processo que irão influenciar diretamente no comportamento reológico do material. Assim, pela via de testes executados com diferentes ligas de alumínio, este trabalho visou avaliar especificamente o efeito da taxa de aquecimento sobre a globularização da fase primária destas ligas.

Como primeira análise via reaquecimentos de amostras das ligas de alumínio sob estudo em diversas taxas de aquecimento, resfriamento rápido e posterior metalografia, ressalta-se:

• De acordo com os resultados via análises quantitativas de tamanho de grão, glóbulo e circularidade sobre as imagens metalográficas obtidas, foi observada uma tendência *linearizada* de resposta do material ao efeito das variações da taxa de aquecimento. Contudo, a introdução de uma linha de tendência sobre os valores médios em cada gráfico construído, chamou a atenção para o fato desta tendência ser muito dependente da microestrutura inicial da liga, denotando influências diferentes dos fenômenos simultâneos de engrossamento e *ripening*, resultantes das diversas taxas de aquecimento impostas a cada material;

• Porém, se observada a estrutura tridimensional dos grãos distribuídos numa liga como sendo relativa à estimativa obtida via a relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo, um mesmo padrão se mostrou para todas as ligas estudadas, apresentando um formato *senoidal* com inflexões ao redor das taxas de 50 e 70°C/min, ressaltando a importância das "interconexões 3D" que formam os grãos por todo o volume de uma amostra.

Como resultado dos experimentos e análises feitas via ensaios de compressão a quente em uma prensa de placas paralelas em amostras de ligas de alumínio sob estudo em taxas diferentes de aquecimento, foi demonstrado uma influência relevante de alterações sobre suas microestruturas com consequente influência sobre os valores medidos de viscosidade aparente e de tensão:

• Comparando os estudos feitos via metalografía com a curva geral obtida pelos pontos de viscosidade aparente máxima, pode-se concluir a forte influência da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo como sendo realmente preponderante sobre o formato senoidal delineado pelo agrupamento de pontos obtidos nos ensaios de compressão a quente, de acordo com variações na taxa de aquecimento;

• Quanto maior a temperatura final objetivada (maior fração líquida), mais facilmente os fenômenos de *ripening* poderão atuar sobre a microestrutura do material, tendendo a uma viscosidade e/ou tensão menores, comparativamente às temperaturas inferiores para uma mesma liga;

• Utilizar de velocidades maiores do êmbolo de uma prensa pode resultar em uma maior resistência ao fluxo, porque dependente da microestrutura do material no estado semissólido, se esta possuir um "esqueleto dendrítico" maior e menos globular. Assim, para ligas com microestrutura menos refinada, o mais adequado seria trabalhar com taxas de cisalhamento mais baixas (para a liga A356, os valores de pico máximo na viscosidade na taxa de 70°C/min – pior microestrutura – atingiram 1,4 MPa.s na maior velocidade nominal do êmbolo testada, contra 0,75 MPa.s na menor velocidade nominal);

• É possível, portanto, encontrar uma melhor relação entre fração líquida, taxa de aquecimento e velocidade da prensa para cada material utilizado numa tixoconformação, de forma a ser considerada a microestrutura inicial e para se obter um valor de viscosidade menor;

• Pode-se melhorar uma microestrutura, que não foi suficientemente refinada pelo uso de uma taxa de aquecimento não apropriada, com "tempos de espera" não superiores a 2 minutos para que não favoreça o crescimento dos grãos;

• As diferentes taxas de aquecimento, com os efeitos associados de engrossamento, empescoçamento e *ripening*, vão atuar de forma mais acentuada ou não sobre o material de uma liga, uma vez que os resultados destes efeitos são dependentes da microestrutura

inicial: se como dendritas, rosetas ou quase globular. A consequência se mostra como valores de máximo e mínimo relevantes, ou menos relevantes, nas senoidais apresentadas pela viscosidade aparente e tensão, medidas em ensaios de compressão a quente com ligas diferentes (por exemplo, 0,7 a 1,15 MPa.s para a liga AA2011 e 0,5 a 1,4 MPa.s para a A356, valores encontrados nas inflexões principais);

• Devido à importância da resposta à influência do *ripening*/engrossamento sobre a microestrutura inicial de cada liga/amostra, observou-se via metalografía que, nas taxas altas, a circularidade pode ser baixa, resultando numa dispersão nos valores de viscosidade aparente nesta condição;

•. Ligas de alumínio podem apresentar precipitados não solúveis, mesmo quando expostos a altas temperaturas, aumentando assim a viscosidade nestas condições, caso a formação destes precipitados seja influenciada pela taxa de aquecimento do material (como as aluminas na liga AA2011, produzida pela Alcoa);

•. Para as taxas baixas (até 40°C/min), observou-se a influência preponderante dos fenômenos de engrossamento sobre o *ripening* durante todo o aquecimento até a temperatura final objetivada para cada liga. Este resultado estaria relacionado ao tempo longo ao qual o material fica submetido a uma mesma faixa de temperatura pelo demorado reaquecimento;

•. Para as taxas de "médias" para as altas (acima de 80°C/min), o contrário foi observado: a influência cada vez mais acentuada do *ripenig* sobre o engrossamento. Este resultado pode estar relacionado não só aos altos gradientes térmicos impostos, como também pelo fato do forno de indução estar cada vez numa maior potência, aumentando a influência da agitação eletromagnética sobre a pasta;

•. Para as taxas de aquecimento entre os valores de 50 a 70°C/min, região das duas inflexões da senoidal, o fenômeno do "empescoçamento" passa a atuar de forma relevante e simultaneamente ao *ripening* já amenizado e ao princípio de atuação do engrossamento. A consequência disso se mostra como o desmantelamento gradual da estrutura primária do grão (taxas mais próximas aos 70°C/min) com a gradual globularização destes (taxas mais próximas aos 50°C/min);

Como decorrência de todos os experimentos e análises finais feitas nesta tese, pode-se aguardar que resultados de alterações tecnológicas venham a ocorrer porque:

• Foi observado que: 1) independentemente da faixa de temperatura de trabalho ao redor de uma temperatura operacional; 2) da taxa de cisalhamento, também ao redor de um valor operacional; 3) ou da morfologia da microestrutura da matéria prima utilizada (dentro de parâmetros mínimos exigidos para tixoconformação e com matéria prima que não tenha passado por processos de conformação mecânica), a taxa de aquecimento mais indicada está ao redor de 50°C/min (aproximadamente 0,8°C/s);

• Assim, esta faixa operacional propicia que processos industriais via tixoconformação possam acontecer sem muito rigor nas condições de trabalho. Como consequência direta, podem ser minimizados custos com equipamentos e sistemas de controle;

• Uma vez que o valor máximo de viscosidade encontrado utilizando-se da taxa de aquecimento de 50°C/min é da ordem de 50% inferior do que a obtida, por exemplo, a 70°C/min nas ligas estudadas, pode-se inferir que ocorrerá um melhor preenchimento de um molde em um tixoforjamento para uma liga de alumínio escolhida. A redução no valor da viscosidade chegou a 65% para a liga A356 (de 1,4 a 0,5 MPa.s), liga bastante utilizada mundialmente em processos que envolvem tixoconformação;

• Uma vez que a microestrutura final se mostrou mais refinada e homogênea ao ser utilizada a taxa de aquecimento ao redor de 50°C/min, isto possibilitará a obtenção de peças produzidas mais uniformes e com melhores propriedades mecânicas. Nesta mesma taxa de aquecimento, os cristais de silício eutético formados se tornam mais globularizados, o que também deverá proporcionar melhores propriedades mecânicas;

• A constatação da existência desta taxa de aquecimento, que não só desmantela uma microestrutura como também a globulariza, possibilitará estudos mais amplos pelo grupo de tixoconformação da Unicamp sobre a tixoconformabilidade de ligas já produzidas nacionalmente, como àquelas que ainda serão desenvolvidas.

#### Sugestões para trabalhos futuros

1) Fazer um modelamento matemático com os dados obtidos nesta tese;

2) Executar um estudo termodinâmico aprofundado com embasamento matemático para descobrir a razão do formato senoidal encontrado, principalmente na região das taxas inferiores a 80°C/min. Por exemplo, utilizando de equações relativas à solubilidade e difusão de partículas sólidas em meio líquido, à Lei de Fick para o crescimento de partículas, associadas à equação LSW, às equações de transferência de calor e quantidade de energia absorvida por um elemento em um intervalo de tempo (taxa de aquecimento) em função das propriedades termofísicas de uma liga;

3) Verificar se a taxa de aquecimento ao redor de 50°C/min também terá um efeito de desmantelamento e de globularização da microestrutura de forma relevante em:

- a. Outros tipos de ligas;
- b. Ligas que tenham passado previamente por processos de conformação mecânica;
- Matéria prima que não possua grãos com as dimensões já adequadas às necessárias a uma tixoconformação.

#### **Referências Bibliográficas**

ABU-DHEIR, KHRAISHEH, N. M., SAITO, K., MALE, A. Silicon morphology modification in the eutectic Al–Si alloy using mechanical mold vibration. **Materials Science and Engineering**. A v. 393, p. 109–117, 2005.

ASM Handbook, v. 9, Metallography and Microstructures, ASM Int., 2004.

ATKINSON, H.V. Modelling the semisolid processing of metallic alloys. **Progress in Materials** Science, v.50, p. 341–412, 2005.

ATKINSON, H.V., LIU D Microestructural coarsening of semi-solid aluminium alloys. Material Science Engineering A, v.496, p.439-446, 2008.

BAEA, J. W., KIMA, T.W., KANGB, C.G. Experimental investigation for rheology forming process of Al–7% Si aluminum alloy with electromagnetic system Journal of Materials Processing Technology, v. 191, p. 165–169, 2007.

BACKOFEN, W. A.; TURNER, I. R.; AVERY, D. H. Superplasticity in an Al-Zn Alloy Transactions American Society for Metals, v. 57, p. 980, 1964.

BOAS, B. V. Avaliação do Comportamento Mecânico de Ligas Al-Xwt%Si-%wt%Zn Tixoconformadas. 2012..107p. Dissertação (mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

CHAI, G. et al., Studies of dendrite coherency in solidifying aluminum alloy melts by rheological measurements. In: INTERNATIONAL CONFERENCE OF SEMISOLID MATERIAL PROCESSING, 2., 1992, local. **Proceedings...** local de publicação: editora, p. 193–201, 1992.

CHALMERS, B. Principles of Solidification, John Wiley, New York, 1964.

CHIARMETTA, G. Why Thixo? In: International Conference on the Processing of Semisolid Alloys and Conposites, 6., 2000, Turim. Proceedings... Italia, p. 15-21, 2000.

DAOUD, A., REIF, W. Influence of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particulate on the aging response of A356 Al-based composities. Jornal of Materials Processing Tecnology, v.123, p. 313-318, 2002.

FLEMINGS, M.C. Behavior of Metal Alloys in the Semisolid State. Metall. Trans., v 22a, p. 957-981, 1991.

FLEMINGS, M.C. Solidification Processing. McGraw Hill Publication, 1974.

FLEMINGS, M.C., JOHNSON W.L. High Viscosity Liquid and Semi-Solid Metal Casting: Processes and Products. **Plenary Lecture, World Foundry Conference**., KyongJu, Korea, October 20-24, 2002.

GARCIA, A. Solidificação Fundamentos e Aplicações. Campinas: Editora da UNICAMP, 2001.

GENDA, G., YUYON C., GEING, A. Mechanism of Coarsening of Dendritic During Solidification. **Proceedings of Solidification Processing Conference**, Sheffield, Inglaterra, p. 416-419, 1987.

HATCH, J. E. Aluminum: properties and physical metallurgy American Society for Metals, Ohio, p. 424, 1984.

ITO, Y. et al. Rheological Behaviour and Microestructure of Al-6,5%wtSi. The Minerals, Metals & Materials Society, p. 3-17, 1991.

ITO, Y., FLEMINGS, M.C. In Nature and Proprieties of Semi-Solid Materials. Ed. J.A. Sekhar e J.A. Dantzig, TMS, p. 3-17, 1992.

JACKSON, K. A. et all. Trans. Met. Soc. AIME, v. 236, p. 149, 1966.

KAHLWEIT, M. On the Ageing of Dendrites. Scripta Metallurgica, v. 2, p. 251-254, 1968.

KANG, C.G., CHOI, J.S., KIM, K.H. The Effect of Strain Rate on Macroscopic Behavior in the Compression Forming of Semi-Solid Aluminum Alloy. Journal of Materials Processing Technology, v. 88, p. 159-168, 1999.

KATTAMIS, T.Z., COUGHIN, J.L., FLEMINGS, M.C. Influence os Coarsening on Dendritic Arm Spacing of Al-Cu Alloys. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v. 239, p. 1504-1511, 1967.

KIRKWOOD, D. H., SUÉRY, M., KAPRANOS, P., ATKINSON, H. V., YOUNG, K. P. Semi-solid Processing of Alloys Springer Series in Material Science 124 Springer-Verlag, Berlim Heidelberg, 2010.

KIRKWOOD, M.C; YOUNG, K.P. Nature and Properties of Semi-Solid Materials. Ed. J.A. Sekhar e J.A. Dantzig, TMS, p.245-266, 1992.

LAPKOWSKI, W. Some Studies Regarding Thixoforming of Metal Alloys. Journal of Materials Processing Technology. v. 80-81, p. 463-468, 1998.

LASHKARI, O., GHOMASHCHI, R. Rheological behavior of semi-solid Al–Si alloys: Effect of morphology. Materials Science and Engineering. A v. 454–455, p. 30–36, 2007.

LASHKARI, O., GHOMASHCHI, R. The implication of rheology in semi-solid metal processes: An overview. Journal of Materials Processing Technology. v. 182, p. 229–240, 2007.

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

LIFSHITZ, I.M., SLYOZOV, V.V. J. Phys. Chem. Solids , v. 11, p. 35–38, 1961.

LIMMANEEVICHITR, C., PONGANANPANYA, S., KAJORNCHAIYAKUL, J. Metallurgical structure of A356 aluminum alloy solidified under mechanical vibration: An investigation of alternative semi-solid casting routes. **Materials and Design.** v 30, p. 3925–3930, 2009.

LIU, T. Y., ATKINSON, H. V., KAPRANOS, P., KIRKWOOD, D. H., HOGG, S. C. Rapid Compression of Aluminum Alloys and its Relationship to Thixoformability. **Metallurgical and Material Transactions A**, v. 34, p. 1545-1554, 2003.

LIU, T.Y. et al. Rapid compression of aluminium alloys and its relationship to thixoformability. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 34A, n. 7, p. 1545-1554, 2002.

LIU, W., LI, J., DING, X. Development of Microstructure of Semi-Solid A 356 Alloy by Alternating Electromagnetic Stirring Advanced Materials Research, v. 266, p 84-88, 2011.

LUDWIG, O. et al. In Situ 3D Microestructural Investigation by Fast X-Ray microtomography of Al-Cu Alloys During Partial Remelting. In: INTERNATIONAL CONFERENCE S2P, 8., 2004, Limassol, **Semi-Solid Processing**, Cyprus, september 21-23, 2004.

MARTINEZ, R.A., FLEMINGS, M.C., Metal. Trans. A, v. 36 A, p. 2205–2210, 2005.

MEHRABIAN, R., FLEMINGS, M.C. Casting of Semi-Solid Aluminum Alloys. In: CONFERENCE ON LIGTH METAL, 6., 1975, Ledoen, **Proceedings...** Viena, p. 214-217, 1975.

METANA, V., EIGENFELDA, K., RÄBIGERB, D., LEONHARDTB, M., ECKERTB, S. Grain size control in Al–Si alloys by grain refinement and electromagnetic stirring. Journal of Alloys and Compounds. v. 487, p. 163–172, 2009.

MONDOLFO, L.F. Aluminum alloys: structure and properties. London: Buther Worths, 1976.

NAFISI, S., EMADIB, D., SHEHATA, M. T., GHOMASHCHI R. Effects of electromagnetic stirring and superheat on the microstructural characteristics of Al–Si–Fe alloy Materials Science and Engineering A 432, p. 71–83, 2006.

NAFISI, S., GHOMASHCHI, R. Grain refining of conventional and semi-solid A356 Al–Si alloy **Journal of Materials Processing Technology**, v.174, p. 371–383, 2006.

NAFISI, S., GHOMASHCHI, R. The Microstructural Characterization of Semi-Solid Slurries. Solidification and Semi-Solid Processing. JOM p. 24-30, 2006.

NIEDERMAINER F., LANGGATNER J., HIRT G., NIEDICK I. Horizontal Continuous Casting of SSM Billets. **5th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites.** Golden (USA). p. 407-414, 1998.

NIROUMAND, B.; XIA, K. 3D study of the structure of primary crystals in a rheocast Al–Cu alloy. **Materials Science and Engineering A**, v.283, p. 70–75, 2000.

OHNO, A. Solidification – The Separation Theory and its Pratical Applications, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York London Paris Tokio, 1987.

OHNO, A. Solidification of undercooled metals. Transactions of the Iron and Steel Institut of Japan, v. 10, p. 459, 1970.

PERES, G. Tixoconformabilidade de ligas Al-Xwt%Si-5%wt%Zn. 2012. 92p. Dissertação (mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

PRONI, C. T. W. Avaliação da Tixoconformabilidade das Ligas AA 2011 e AA 2014. 2010.
164p. Dissertação (mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

REISI, M.; NIROUMAND, B. Growth of primary particles during secondary cooling of a rheocast alloy. Journal of Alloys and Compounds, v.475, p. 643-647, 2009.

ROBERT, M. H. notas de aula EM 742, 2010.

ROBERT, M.H. Partial Melting as an Efficient Method to produce Rheocast Alloy Slurries. **Transactions of the Japan Foundrymen's Society**, v. 123, p. 45-51, 1993.

ROBERT, M.H. **Proposição de um novo processo para a obtenção de pastas metálicas reofundidas.** 1989. Tese (Livre Docência) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas. ROVIRA, M.M.M. **Forjamento da liga AA 2011 no estado semi-sólido:** estudo do processo e do produto. 2001. 215p. Tese (doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

SANTOS, R. G. Transformações de Fases em materiais metálicos, Cap. 7, Solidificação. Campinas, Ed. da UNICAMP, 2006.

SHANKAR, S., RIDDLE, Y. W., MAKHLOUF, M. M. Nucleation mechanism of the eutectic phases in aluminum-silicon hypoeutectic alloys **Acta Materialia** v. 52, p. 4447–4460, 2004.

SMALLMAN R. E. Phase Transformation I-precipitation hardening XI-26 transformation.
Modern Physical Metallurgy 4<sup>a</sup> ed. Butterworth, London (UK). p. 378-417, 1985.

SMITH, WILLIAN F. Estruture and properties of enginnering alloys. 2.ed. New York: Mc Graw-Hill, s.d. chap.5.

SOUTHIN, R. T. Proceedings of the Conference on "The Solidification of Metals", I. S. I., p. 110, Londres, 1967.

SPENCER, D.B.; MEHRABIAN, R.; FLEMINGS, M.C. Rheological behaviour of Sn-15 pct Pb in the crystallization range. **Metall.Trans**., v 3, p. 1925–1932, 1972.

SUERY. M. Thixocasting of aluminium alloys: from microstructure in the semi-solid state to mechanical properties **6th Int Conf. Aluminium Alloys** ICAA-6, v**1**, p. 51-61, 1998.

TAGHAVI, F., SAGHAFIAN, H., KHARRAZI, Y. H. K. Study on the effect of prolonged mechanical vibration on the grain refinement and density of A356 aluminum alloy. **Materials and Design.** v.30, p. 1604–1611, 2009.

VALER J., RODRIGUEZ J. M., URCOLA J. J. Conformado de aleaciones en estado semisólido. Aplicación a aleaciones hipereutecticas de Al-Si. **Revista de Metalurgia**, **32**, v 4, p. 231-247, 1996. VERHOEVEN J. D. Fundamentos de Metalurgia Física, Cap. 6, Difusión, Ed. Limusa, p.157-233, 1987.

WAGNER, C., Z. Elektrochem. v.65, p. 581–586, 1961.

WARMUZEK, M. Aluminum-Silicon Casting Alloys: Atlas of Microfractographs. 1st ed. Introduction to Aluminum-Silicon Casting Alloys. Chap. 1, ASM handbook, vol. 9, p. 1-8, 2004.

WINEGARD, W. C., CHALMERS, B. Trans. A. S. M., p. 46, 1953.

WU, S., XIE, L., ZHAOA, J., NAKAE, H. Formation of non-dendritic microstructure of semi-solid aluminum alloy under vibration. **Scripta Materialia**. v. 58, p. 556–559, 2008.

Z. FAN, Z., CHEN, J. Y. Modelling of rheological behaviour of semisolid metal slurries Part 4 – Effects of particle morphology. **Materials Science and Technology.** v. 18, p. 258-268, 2002.

ZHENG, L., WEIMING, M., ZHENGDUO, Z. Research on semi-solid slurry of a hypoeutectic Al-Si alloy prepared by low superheat pouring and weak electromagnetic stirring **Rare Metals.** v. 25, No. 2, p. 177, 2006.

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

ZOQUI, E.J. **Obtenção e caracterização mecânico-metalúrgica da liga Al-4,5wt%Cu no estado reofundido.** 1995. 245p. Tese (doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

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

# ANEXO A – GRÁFICOS DE TEMPERATURAS



# A.1 GRÁFICOS DSC

# A.2 GRÁFICO TERMO-CALC DA LIGA AA2011



A.3 GRÁFICO TERMO-CALC DA LIGA AA2014





# A.4 GRÁFICOS DSC DA LIGA A356

A.5 CURVAS INTEGRADAS DOS GRÁFICOS DO DSC DA LIGA A356



### A.6 GRÁFICO TERMO-CALC DA LIGA A356



# A.7 GRÁFICO TERMO-CALC DA LIGA 1: AL-5,3WT%ZN-5,1WT%SI

