



**LEANDRO CÁSSIO DE PAULA**

# **Análise da Tixoconformabilidade da Liga A355.0**

63/2014

**CAMPINAS  
2014**



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

**LEANDRO CÁSSIO DE PAULA**

# **Análise da Tixoconformabilidade da Liga A355.0**

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

Orientador: Prof. Dr. Eugênio José Zoqui

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO  
FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELO  
ALUNO LEANDRO CÁSSIO DE PAULA 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

P281a Paula, Leandro Cássio de, 1985-  
Análise da tixoconformabilidade da liga A355.0 / Leandro Cássio de Paula. –  
Campinas, SP : [s.n.], 2014.

Orientador: Eugênio José Zoqui.  
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de  
Engenharia Mecânica.

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

Informações para Biblioteca Digital

**Título em outro idioma:** Analysis of the thixoformability of A355.0 alloy

**Palavras-chave em inglês:**

Aluminum alloys

Casting

Viscosity

Heat treatment

**Área de concentração:** Materiais e Processos de Fabricação

**Titulação:** Mestre em Engenharia Mecânica

**Banca examinadora:**

Eugênio José Zoqui [Orientador]

Noé Cheung

Hipólito Domingo Carvajal Fals

**Data de defesa:** 25-07-2014

**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**

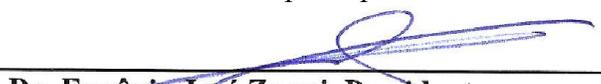
**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO**

**Análise da Tixoconformabilidade  
da Liga A355.0**

Autor: Leandro Cássio de Paula

Orientador: Eugênio José Zoqui

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

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

  
\_\_\_\_\_  
**Prof. Dr. Noé Cheung**  
UNICAMP / Universidade Estadual de Campinas

  
\_\_\_\_\_  
**Prof. Dr. Hipólito Domingo Carvajal Fals**  
Universidad de Oriente

Campinas, 25 de julho de 2014.

## **Dedicatória**

Dedico este estudo primeiramente a Deus o qual me proporcionou sabedoria, paciência e saúde para conclusão do mesmo.

Aos meus pais pelo apoio incondicional nas minhas decisões acadêmicas e seus conselhos nos diversos momentos da vida.

## **Agradecimentos**

Realizo um singelo agradecimento a todas as pessoas que de alguma maneira contribuíram para o término deste estudo, seja direta ou indiretamente, auxiliando ou cobrando. Sendo:

A Deus pela permissão de chegar até o presente momento, proporcionando momentos felizes e de conquistas maravilhosas.

A minha família, em especial aos meus pais, pelos diversos apoios e por sempre permanecerem ao meu lado durante todas as etapas deste estudo.

À Professora Doutora Araí Augusta Pécora pela orientação no início do Mestrado e pela indicação.

Ao meu orientador Professor Doutor Eugênio José Zoqui pela orientação e oportunidade na realização deste estudo, bem como pela paciência nos seus esclarecimentos e auxílio.

A UNICAMP e a FEM, fornecendo base estrutural para os estudos, em especial aos funcionários da CPG/FEM pela solicitude, prontidão e suporte administrativo, bem como aos técnicos Miguel Zelaya, Fábio Gatamorta, Claudomiro Alves e Eduardo José Bernardes pelas dicas e auxílio nas técnicas laboratoriais.

A Cecilia Tereza Weishaupt Proni (Liah) e a Gabriela Lujan Brollo pela ajuda constante durante todo o desenvolvimento prático e teórico desta dissertação, bem como o Professor Doutor Angel Sánchez Roca pela ajuda nos testes de compressão a quente.

A ABAL e Tecal pelo fornecimento gratuito do material.

Aos meus diversos e grandes amigos da indústria, da vida acadêmica e pessoal, os quais também sempre estiveram comigo.

Aos Professores Doutores Noé Cheung e Hipólito Domingo Carvajal Fals por fazerem parte do meu exame de qualificação e banca para defesa.

“Posso, tudo posso naquele que me fortalece  
Nada e ninguém no mundo vai me fazer desistir  
Quero, tudo quero, sem medo entregar meus projetos  
Deixar-me guiar nos caminhos que Deus desejou pra mim e ali estar

Vou perseguir tudo aquilo que Deus já escolheu pra mim  
Vou persistir, e mesmo nas marcas daquela dor do que ficou, vou me lembrar  
E realizar o sonho mais lindo que Deus sonhou  
Em meu lugar estar na espera de um novo que vai chegar  
Vou persistir, continuar a esperar e crer  
E mesmo quando a visão se turva e o coração só chora  
Mas na alma, há certeza da vitória

Eu vou sofrendo, mas seguindo enquanto tantos não entendem  
Vou cantando minha história, profetizando  
Que eu posso, tudo posso... em Jesus!”

(Celina Borges)

## Resumo

A tecnologia de semissólidos normalmente utiliza ligas de alumínio de alto teor de silício como matéria-prima. Ligas contendo médio teor de silício, como a A355.0 (Al-5wt%Si-1,0wt%Cu-0,6wt%Fe-0,4wt%Mg) não são disseminadas para esta aplicação. Determinar se esta liga em particular pode ser utilizada como matéria-prima para estes processos é o principal objetivo deste estudo, para tanto foram produzidos lingotes utilizando refinador de grãos (Al - 5,0wt%Ti - 1,0wt%B) combinado a agitação eletromagnética durante o lingotamento estanque. Por meio das simulações do *software* Thermo-Calc® e ensaios de DSC e DTA, a temperatura de transição de sólido para líquido foi mapeada a fim de se obter o melhor comportamento semissólido e, conseqüentemente, a melhor temperatura de tixoconformação. As ligas foram submetidas a tratamentos térmicos de globularização nas condições de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s e 120 s, para as frações sólidas de 45% e 60%, temperaturas de 595 °C e 575 °C, respectivamente, para avaliar a estabilidade do material na faixa semissólida. Foram realizadas as caracterizações em termos de micro e macroestrutura dos lingotes e das amostras reaquecidas. Em seguida, os ensaios de viscosidade foram realizados obedecendo às mesmas condições do tratamento térmico de globularização. Assim, em todas as condições estudadas, a liga A355.0 apresentou valores estáveis de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, circularidade e viscosidade, tornando desnecessário o controle extremamente preciso desses parâmetros em processos industriais. Desta maneira, a liga A355.0 com refinador e agitação eletromagnética pode ser usada em tixoconformação.

**Palavras Chave:** Semissólidos, liga Al-5wt%Si-1,0wt%Cu-0,6wt%Fe-0,4wt%Mg, Tixoconformabilidade.

## Abstract

The technology of semi-solid typically uses aluminum alloys of high-grade silicon as raw material. Alloys containing medium silicon content, such as A355.0 (Al-5wt%Si-1,0wt%Cu-0,6wt%Fe-0,4wt%Mg) are not disseminated for this application. Determining whether this alloy in particular can be used as raw material for these processes is the main objective of this study; therefore, ingots were produced using grain refiner (Al - 5,0wt%Ti - 1,0wt%B) combined with electromagnetic stirring during the tight casting. Through simulations of the Thermo-Calc® *software* and tests DSC and DTA, the transition temperature from solid to liquid was mapped in order to get the best semisolid behavior and, consequently, the best thixoforming temperature. The alloys were submitted to heat treatments globularization the conditions of 0 s, 30 s, 60 s, 90 s and 120 s, for solid fractions of 45% and 60%, temperature of 595 ° C and 575 ° C, respectively, to evaluate the stability of materials in semi-solid range. Characterizations were carried out in terms of micro and macrostructure of the ingots and of the reheated samples. Then the viscosity tests were carried out by following the same conditions of the heat treatment globularization. Under all conditions studied, the A355.0 alloy showed stable values of grain size, globule size, circularity and viscosity, making it unnecessary to control these parameters with extreme precision in industrial processes. Therefore, the A355.0 alloy with refiner and electromagnetic stirring can be used in thixoforming.

**Key Words:** semi-solids, Al-5wt%Si-1,0wt%Cu-0,6wt%Fe-0,4wt%Mg alloy, thixoformability.

## Lista de Figuras

Figura 2.1: Cadeia Produtiva da Indústria do Alumínio (ABAL, 2012).....	10
Figura 2.2: Diagrama de Fase Alumínio-Silício para Ligas A355.0 obtida pelo <i>software</i> Thermo-Calc® (Adaptado de ZOQUI, 2014).....	13
Figura 2.3: Transformação Semissólida de ligas A355 obtidas por simulação via <i>software</i> Thermo-Calc® (Adaptado de ZOQUI, 2014).....	14
Figura 2.4: Exemplo de uma análise térmica genérica (DSC/DTA).....	17
Figura 2.5: Evolução da estrutura durante a solidificação com vigorosa agitação: (a) fragmento inicial de dendrita; (b) crescimento da dendrita; (c) e (d) estrutura de roseta; (e) estrutura globular (FLEMINGS, 1991).....	19
Figura 2.6: Esquema geral dos mecanismos de engrossamento dendrítico de <i>Ostwald Ripening</i> : (a) e (b) Kattamis e Flemings (KATTAMIS, 1967); (c) Kahlweit (KAHLWEIT, 1968).....	20
Figura 2.7: Esquema geral dos mecanismos de engrossamento dendrítico por coalescência: (a) Young e Kirkwood (YOUNG, 1992; KIRKWOOD, 1994); (b) Genda (GENDA, 1987).....	21
Figura 2.8: Esquema da evolução de uma estrutura dendrítica durante a globularização: (a) grão com os fragmentos dendríticos iniciais; (b) fusão parcial dos contornos de grão e contornos interdendríticos; (c) globularização dos braços dendríticos (ZOQUI, 2001).....	22
Figura 2.9: Viscosidade aparente <i>versus</i> taxa de cisalhamento (ITO, 1991).....	26
Figura 3.1: Fluxograma das etapas de trabalho.....	29
Figura 3.2: Sistema de lingotamento estanque e agitação eletromagnética: (a) representação esquemática (TORRES, 2013); (b) fotografia da lingoteira.....	31
Figura 3.3: Exemplo de posicionamento das barras de contagem pelo Método dos Interceptos.....	34
Figura 3.4: Exemplo de cálculo da circularidade em uma imagem metalográfica via <i>software</i> ImageJ.....	35

Figura 3.5: Fotografia das amostras: (a) semicirculares para realização do teste de reaquecimento; (b) cilíndricas para realização do teste de compressão a quente e posterior análise da viscosidade aparente.....	37
Figura 3.6: Equipamentos utilizados nos ensaios de compressão a quente: (a) máquina de ensaios (TORRES, 2013); (b) detalhe da amostra posicionada para reaquecimento e posterior compressão.....	38
Figura 4.1: Curva da Fração Líquida em massa <i>versus</i> Temperatura estimada pelo <i>software</i> Thermo-Calc®.....	42
Figura 4.2: Curva da Fração Líquida em massa <i>versus</i> Temperatura: (a) obtida via ensaio de DSC; (b) e via ensaio de DTA.....	43
Figura 4.3: Curva de Sensibilidade ( $df_l/dT$ <i>versus</i> Temperatura) obtida por simulação Thermo-Calc®.....	47
Figura 4.4: Curvas de Sensibilidade ( $df_l/dT$ <i>versus</i> Temperatura): (a) obtida via ensaio de DSC <i>versus</i> Thermo-Calc®; (b) via ensaio de DTA <i>versus</i> Thermo-Calc®.....	48
Figura 4.5: Lingotes produzidos com a técnica de refinador de grãos e agitação eletromagnética.....	50
Figura 4.6: Caracterização da matéria-prima (A355.0) conforme fornecida: (a) macrografia; (b) micrografia.....	51
Figura 4.7: Caracterização da liga A355.0 com a adição de refinador de grãos e agitação eletromagnética: (a) e (b) micrografia em diferentes ampliações.....	53
Figura 4.8: Caracterização da liga A355.0 com a adição de refinador de grãos e agitação eletromagnética: (a) e (b) macrografia em diferentes ampliações.....	53
Figura 4.9: Macrografia da liga A355.0 reaquecida nos tempos de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s e 120 s com $f_s=60\%$ e $f_s=45\%$ (100 °C/min.).....	56
Figura 4.10: Micrografia da liga A355.0 reaquecida nos tempos de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s e 120 s com $f_s=60\%$ e $f_s=45\%$ (100 °C/min.).....	57
Figura 4.11: Comparativo do Tamanho Médio de Glóbulo <i>versus</i> Tempo de Permanência para cada Temperatura de reaquecimento.....	58
Figura 4.12: Comparativo do Tamanho Médio de Grão <i>versus</i> Tempo de Permanência para cada Temperatura de reaquecimento.....	59

Figura 4.13: Comparativo da relação Tam. Médio de Grão/Tam. Médio de Glóbulo <i>versus</i> Tempo de Permanência para cada Temperatura de reaquecimento.....	60
Figura 4.14: Comparativo da Circularidade Média <i>versus</i> Tempo de Permanência para cada Temperatura de reaquecimento.....	61
Figura 4.15: Curvas de Viscosidade Aparente <i>versus</i> Taxa de Cisalhamento da liga A355.0: (a) temperatura de reaquecimento de 595 °C; (b) e 575 °C.....	63
Figura 4.16: Curvas de Tensão <i>versus</i> Deformação da liga A355.0: (a) temperatura de reaquecimento de 595 °C; (b) e 575 °C.....	65
Figura 4.17: Amostras após testes de viscosidade (compressão a quente) na taxa de aquecimento de 100 °C/min.: (a) temperatura de 595 °C; (b) e 575 °C.....	67

## Lista de Tabelas

Tabela 2.1: Propriedades mecânicas básicas das ligas de alumínio A355 comumente utilizadas em fundição de semissólidos (ZOQUI, 2014).....	14
Tabela 4.1: Composição química especificada e obtida via espectrômetros de Emissão Óptica (em % peso).....	40
Tabela 4.2: Intervalos de solidificação obtidos via <i>software</i> , DSC e DTA.....	44
Tabela 4.3: Valores de Sensibilidade conforme respectivo método de obtenção e taxa de aquecimento em função da temperatura.....	49
Tabela 4.4: Valores de tamanho médio de grão, de glóbulo primário, circularidade e relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo do lingote com adição de refinador de grão e agitação eletromagnética.....	54
Tabela 4.5: Valores de tamanho médio de grão, de glóbulo primário, circularidade e relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo das amostras após o reaquecimento.....	55
Tabela 4.6: Valores de Viscosidade Aparente Máxima e Tensão Máxima.....	66

## Lista de Abreviaturas e Siglas

### *Letras Latinas*

$e$	deformação de engenharia	
$F$	força	[N]
$H_0$	altura inicial	[mm]
$H$	altura instantânea	[mm]
$m$	constante de proporcionalidade	
$n$	<i>Power-Law Index</i>	
$t$	tempo	[s]
$V$	volume	[mm <sup>3</sup> ]

### *Letras Gregas*

$\gamma$	taxa de cisalhamento	[s <sup>-1</sup> ]
$\gamma_{av}$	taxa média de cisalhamento	[s <sup>-1</sup> ]
$\mu$	viscosidade	[Pa.s]
$\sigma$	tensão normal	[MPa]

### *Abreviações*

$wt\%$	weight percent
$fs$	fração sólida
$fl$	fração líquida

### *Siglas*

AA	<i>Aluminum Association</i>
ABAL	Associação Brasileira do Alumínio

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
DEF	Departamento de Engenharia de Fabricação
DEMa	Departamento de Engenharia de Materiais
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DTA	Análise Térmica Diferencial
FEM	Faculdade de Engenharia Mecânica
MHD	Magneto Hidrodinâmica
MIT	<i>Massachusetts Institute of Technology</i>
NRC	<i>New Rheocasting Process</i>
RQI	<i>Rheocast Quality Index</i>
SSM	<i>Semi-solid Metal</i>
UNICAMP	Universidade Estadual de Campinas

# SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objetivo.....	2
1.2 Justificativas.....	2
1.3 Estrutura.....	3
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	4
2.1 Definições de Reofundição e Tixoconformação.....	4
2.1.1 Histórico.....	5
2.1.2 Métodos de Obtenção do SSM.....	6
2.1.3 Vantagens e Desvantagens do Processo.....	7
2.2 O Alumínio.....	9
2.3 Categorias das Ligas Fundidas 3XX.X.....	11
2.4 Liga A355.0 – Comercialmente Processada em SSM.....	12
2.5 Conceitos Básicos Sobre Tixohabilidade.....	15
2.6 Caracterização Termodinâmica de SSM.....	16
2.7 Conceituações Microestruturais.....	18
2.8 Caracterização Macro/Microestrutural de SSM.....	23
2.9 Viscosidade em SSM.....	24
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	28
3.1 Caracterização da Composição Química.....	29
3.2 Caracterização Termodinâmica.....	30
3.3 Fabricação dos Lingotes da Liga A355.0.....	30
3.4 Caracterização Macro e Microestrutural dos Lingotes.....	32
3.5 Caracterização Macro e Microestrutural do Reaquecimento.....	35
3.6 Testes de Reaquecimento.....	36
3.7 Testes de Compressão a Quente.....	36
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	40
4.1 Caracterização da Composição Química.....	40

4.2 Caracterização Termodinâmica.....	41
4.3 Análise dos Critérios Termodinâmicos da Tixoconformabilidade.....	44
4.3.1 Intervalo de Solidificação.....	44
4.3.2 Fração Líquida Formada pela Fusão da Fase Eutética.....	45
4.3.3 Sensibilidade da Fração Líquida com a Temperatura ( $df_l / dT$ ) .....	47
4.4 Fabricação dos Lingotes da Liga A355.0.....	50
4.5 Caracterização Macro e Microestrutural.....	50
4.5.1 Caracterização Macro e Microestrutural da Matéria-Prima. ....	51
4.5.2 Caracterização Macro e Microestrutural dos Lingotes.....	52
4.5.3 Caracterização Macro e Microestrutural do Reaquecimento.....	54
4.6 Caracterização do Comportamento Reológico.....	61
5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS.....	68
Referências.....	71

# 1 INTRODUÇÃO

A tixoconformação, ou processamento semissólido, é a conformação de componentes de metal no estado pastoso, na qual estas ligas pastosas apresentam comportamento de escoamento não newtoniano e tixotrópico (ZOQUI, 1995; CAMACHO, 2003).

A tecnologia de semissólidos é considerada recente em termos de desenvolvimento, em torno de 40 anos, e atualmente está em evolução quanto à descoberta de novas ligas, pois atualmente existe um número muito limitado de fornecedores. As principais ligas utilizadas na indústria como matéria-prima são A356 e A357, representando em torno de 95% (CHIARMETTA, 2000).

Essa tecnologia é vantajosa quando comparada aos métodos de fundição e conformação plástica tradicionais, possibilitando como principal atrativo, a produção de peças com geometrias *near-net-shape* (componentes próximos à forma final) e melhores propriedades mecânicas, contribuindo assim para a redução no custo final de produção.

Com base em outros estudos do grupo de tixoconformação, a técnica de utilizar refinador de grãos e agitação eletromagnética, tem se mostrado eficaz e de fácil aplicação na indústria, bem como o seu baixo índice de investimento. Motivos estes que também neste estudo será mantida a técnica durante o lingotamento estanque.

Este estudo é pioneiro quanto à análise da tixoconformabilidade para a liga A355.0 (Al-5wt%Si-1,0wt%Cu-0,6wt%Fe-0,4wt%Mg), no qual serão verificados os critérios de intervalo de solidificação, de sensibilidade da fração líquida com a temperatura ( $dF_l / dT$ ) no interior da zona pastosa e da fração líquida formada pela fusão da fase eutética. Além disso, será analisado o comportamento morfológico, realizando tratamentos térmicos no seu estado semissólido, e o comportamento reológico, com a análise da viscosidade, ambos nas mesmas condições de temperaturas, taxas de aquecimento e tempos de permanência.

## 1.1 Objetivo

Este estudo tem como objetivo principal, determinar se a liga A355.0 pode ser utilizada como matéria-prima para os processos que empregam a tecnologia de semissólidos, contribuindo assim para a evolução da tecnologia. A tixoconformabilidade da presente liga será analisada baseando-se em alguns fatores, como o intervalo de solidificação, a sensibilidade da fração líquida com a temperatura ( $dF_l / dT$ ) no interior da zona pastosa e a fração líquida formada pela fusão da fase eutética.

A presente liga será analisada ainda em termos de caracterização micro e macroestrutural, evolução morfológica e comportamento viscoso no seu estado semissólido.

## 1.2 Justificativas

Os processos de reofundição e tixoconformação são motivos de estudos em alguns grupos na área de engenharia mecânica, tornando alguns pesquisadores referência na área. Seguindo a mesma tendência, o grupo de Fundição e Tixoconformação da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, possui vasta experiência nesta área, contribuindo constantemente na descoberta de novas ligas, que permitam o uso da tecnologia de semissólido em substituição ao processo de fundição convencional.

Assim, torna-se necessário a inclusão de outra liga para aplicação nos processos de conformação de semissólidos, sendo a liga A355.0 a escolhida devido sua elevada utilização em produção de peças automotivas por meio de fundição convencional, e utilizá-la nos processos de tixoconformação, poderá proporcionar inúmeras vantagens como as abordadas neste estudo, destacando a produção de peças *near-net-shape*.

Desta maneira, os resultados obtidos neste estudo poderão auxiliar na determinação dos parâmetros de processo para aplicação em larga escala na indústria de interesse, uma vez que em pesquisas bibliográficas recentes, mostraram que esta liga possui um baixo índice de estudos avaliando o seu comportamento reológico.

### 1.3 Estrutura

A estrutura deste estudo é composta por capítulos, onde a partir do Capítulo 2 aborda-se a revisão da literatura, com tópicos conceituais, histórico, caracterização termodinâmica, conceituação microestrutural e viscosidade em materiais semissólidos.

O Capítulo 3, Procedimento experimental, descreve os materiais e a metodologia utilizada e no Capítulo 4 apresenta os resultados e as discussões, ambos conforme as seguintes etapas:

- Caracterização macro e microestrutural da matéria-prima A355.0 conforme fornecida, verificando a sua composição química, temperatura de fusão do material e de vazamento para a produção dos lingotes, caracterização da temperatura de trabalho e intervalo de solidificação;

- Fabricação dos lingotes por meio das técnicas de refinador de grão e agitação eletromagnética;

- Caracterização macro e microestrutural dos lingotes (liga A355.0 com refinador de grãos e agitação eletromagnética);

- Realização de ensaios de reaquecimentos, para avaliação da evolução morfológica da liga, obedecendo as condições de frações sólidas, tempos e taxa de reaquecimento estipulados, bem como caracterização macro e microestrutural.

- Realização de ensaios de compressão a quente para avaliação do comportamento viscoso da liga, seguindo as mesmas condições dos ensaios de reaquecimento, como frações sólidas, tempos e taxa de aquecimento.

E por fim, o Capítulo 5 é composto pelas conclusões baseadas nos resultados obtidos nos experimentos e ensaios, bem como as sugestões para futuros estudos ligados a esta área de pesquisa.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 Definições de Reofundição e Tixoconformação

A tecnologia de ligas metálicas no estado semissólido (SSM) compete com os processos de fundição convencionais na produção de peças “*near-net-shape*”, diferenciando quanto a duas técnicas, chamadas de Reofundição e Tixoconformação. A primeira é a formação direta de semissólidos a partir de um material controlado e parcialmente solidificado, tudo em uma única etapa, ou seja, ocorrendo a transição de líquido para sólido, bem como caracterizando em processamento verticalizado. A tixoconformação é a transformação da matéria-prima separadamente e em outra etapa, reaquecida no estado semissólido até sua conformação, ocorrendo agora a transição de sólido para líquido (ZOQUI, 2014).

Na tixoconformação é permitido utilizar algumas técnicas de conformação, como o tixoforjamento, a tixoinjeção e a tixoextrusão.

O tixoforjamento é o processo no qual o material é aquecido no estado semissólido, geralmente em frações líquidas entre 30% e 50%, e conformado nas matrizes de forjamento. Neste processo reduz a quantidade de material, pois o lingote é inserido diretamente na matriz (ATKINSON, 2005).

Na tixoinjeção, o material semissólido é reaquecido com altas porcentagens de fração líquida, em torno de 50% a 90%, injetado para dentro de uma matriz fechada e resfriada sob pressão. Por fim, na tixoextrusão o material é aquecido no estado semissólido, em baixas frações líquidas, em torno de 10% a 50%, inserido no maquinário e extrudado, solidificando completamente dentro da matriz, permitindo a utilização ou não de *spray* resfriador sobre a peça.

Os materiais reofundidos apresentam ainda em seu estado pastoso, características reológicas particulares, apresentando comportamento viscoso pseudoplástico e tixotrópico (FAN, 2002 e ZOQUI, 1995). Isso significa que são materiais os quais sua viscosidade depende tanto do tempo, quanto da taxa de deformação aplicada, se comportando como um sólido para baixas taxas de cisalhamento e como um fluido viscoso para altas taxas de cisalhamento (FLEMINGS, 1991).

Já a tixoconformabilidade é a habilidade de manter o estado pastoso tixotrópico durante o seu processamento, podendo ser analisada baseando-se em alguns fatores, como o intervalo de solidificação; a sensibilidade da fração líquida com a temperatura ( $dF_l / dT$ ) no interior da zona pastosa; a fração líquida formada pela fusão da fase eutética (ATKINSON, 2000); e tipo e teor de liga (ZOQUI, 2008).

### **2.1.1 Histórico**

A origem do estudo de ligas metálicas no estado semissólido (SSM) ocorreu no Massachusetts Institute of Technology (MIT) na década de 70, quando se estudava o surgimento de trincas de contração da liga Sn15wt%Pb (FAN, 2002 e ATKINSON, 2005). Os estudos do grupo de Flemings não se dedicaram apenas aos fenômenos da formação estrutural, mas também no projeto, construção e aperfeiçoamento dos equipamentos para a produção de pastas (SPENCER e FLEMINGS, 1972). Foi explicada a evolução da estrutura durante a solidificação com forte agitação, transformando a morfologia de dendrítica para globular (FLEMINGS, 1991).

Em mais de quatro décadas, marcadas pela descoberta e desenvolvimento da tecnologia de processamento semissólidos, notou-se o aumento do interesse na tecnologia, comprovado não apenas pelas conferências internacionais, mas também pelo interesse industrial por estas tecnologias nas mais diversas áreas, como por exemplo, militares, aeroespaciais e principalmente componentes automotivos. Alguns países acabam se destacando pelo uso da tecnologia de semissólidos com a produção de determinados produtos, como a Europa na produção de peças de suspensão, suportes do motor e tubos de distribuição de combustível para automóveis. Nos EUA, os exemplos incluem peças mecânicas para bicicletas e motos de neve. Na Ásia existe produção na área de componentes eletrônicos, particularmente em ligas de magnésio (ATKINSON, 2005).

## 2.1.2 Métodos de Obtenção do SSM

A matéria-prima utilizada no processo de tixoconformação deve possuir estrutura não dendrítica e tamanho de grão reduzido, para possibilitar uma excelente viscosidade durante o processamento tixotrópico escolhido. Portanto, para conseguir tais estruturas torna-se necessário alguns procedimentos ou técnicas para a produção da matéria-prima, bem como o controle das variáveis do processo, como a temperatura de reaquecimento, velocidade de preenchimento do molde, modos de resfriamento do metal e molde e a pressão durante a solidificação (ATKINSON, 2005).

Para modificar a morfologia da microestrutura da matéria-prima, pode-se utilizar agentes químicos e físicos, que irão interferir na nucleação (surgimento de pequenos núcleos por todo o material no estado semissólido), ou no crescimento dos grãos (alteração da microestrutura de dendrítica para globular), bem como os dois efeitos juntos. Os agentes químicos e físicos e suas características são (ATKINSON, 2005):

### **Agentes químicos:**

- Escolha adequada dos componentes da liga, 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 fase, para possibilitar um controle razoável durante os processos industriais;
- Por ultrarrefino de grão: uso de nucleantes uniformemente distribuídos (por exemplo: Ti e B) e em quantidades pequenas para não modificar significativamente a composição da liga. Esses nucleantes tendem a propiciar a iniciação de cristalizações de núcleos da fase primária e a associar quimicamente, por exemplo, nas ligas de alumínio com os nucleantes titânio ( $TiAl_3$ ) e boro ( $TiB_2$ );
- Partículas em suspensão (contaminações do molde, de rotores ou oriundas da matéria-prima utilizada e óxidos da liga) que servem também como apoio à formação dos núcleos primários.

### **Agentes físicos:**

- Promover a agitação na pasta de maneira:
  - i. mecânica (rotores diversos horizontais ou verticais como pás, rodas dentadas, parafusos associados ou não a um sistema posterior de pistão);

- ii. 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);
  - iii. ultrassom (vibração direta pela via da inserção de um piezoeletrodo dentro do molde);
  - iv. MHD (magneto hidrodinâmica);
  - v. processos diversos de conformações plásticas (rolos compressores, prensas, pistões, extrusoras);
  - vi. borbulhamento de gás inerte no metal líquido;
- Controle da temperatura de vazamento da pasta;
  - Escolha da temperatura do molde (de acordo com variados sistemas de refrigeração nas paredes do mesmo);
  - Diversas maneiras de pré-refrigeração, ou seja, antes de entrar no molde (como passar por uma placa com furos ou derramar a pasta sobre uma pequena rampa, ambos refrigerados);
  - Compreensão dos parâmetros termodinâmicos envolvidos como:
    - i. transferência de calor metal/molde (dependente dos valores relativos de condutividade térmica dos materiais envolvidos);
    - ii. liberação de calor latente para grandes aglomerados de grãos da fase primária;
    - iii. segregação soluto/solvente (dependendo do diagrama de fase da liga e das concentrações envolvidas);
    - iv. correntes convectivas e seus efeitos de arraste soluto/solvente (*Ostwald Ripening* e coalescência) ou do arraste dos novos núcleos para outras regiões da peça.

### **2.1.3 Vantagens e Desvantagens do Processo**

Trabalhar com ligas metálicas no seu estado semissólido pode apresentar algumas vantagens e desvantagens em relação ao processamento de fundição convencional. Inicialmente as vantagens do processo no estado semissólido são (ATKINSON, 2005):

- maior eficiência energética: menor custo energético devido à temperatura inferior de fundição e consequentemente maior produtividade no processo, no qual o produto tende a solidificar-se em menor tempo;
- quando o material está em seu estado semissólido, a sua viscosidade tende a ser maior do que se estivesse totalmente líquido, possibilitando assim um fluxo de escoamento do tipo laminar e de baixa turbulência no preenchimento do molde. A vantagem disso é a menor retenção de ar e menor possibilidade do produto conter porosidade, bolhas e óxidos, bem como a erosão das matrizes também tende a ser menor;
- baixa contração durante a solidificação obtendo peças *near-net-shape*, podendo eliminar os passos de usinagem, reduzindo os custos de usinagem e perdas de materiais;
- as temperaturas de processamento mais baixas reduzem o choque térmico no molde, garantindo maior vida útil, bem como possibilidade de utilização de ligas de elevado ponto de fusão tanto no processamento quanto na construção do molde;
- possibilidade de prototipagem rápida do molde;
- microestruturas finas e uniformes com propriedades melhoradas;
- qualidade da superfície é adequada para galvanização.

E as desvantagens são:

- custo da matéria-prima que pode ser elevado devido o número reduzido de fornecedores;
- necessidade de estudo constante de processo e do comportamento reológico a cada novo produto ou liga que se deseja trabalhar;
- elevados custos no desenvolvimento de moldes;
- inicialmente, exige maior qualificação e habilidade dos operadores do que em processos de solidificação convencionais;
- o controle de temperatura deve ser mais rigoroso para ligas que possuem um intervalo estreito de fração sólida e viscosidade, os quais são totalmente dependentes da temperatura;
- a separação do líquido devido a um aquecimento não uniforme, pode resultar em composição também não uniforme no respectivo componente.

## 2.2 O Alumínio

O elemento “alumínio” é abundante na crosta terrestre na forma de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e as reservas minerais são quase ilimitadas. O minério industrial mais importante é a “bauxita”, com um teor de óxido de alumínio entre 35% a 45%; suas jazidas localizam-se principalmente nas regiões tropicais e, no Brasil, concentram-se na área amazônica. O alumínio é um dos metais que apresentam maior consumo pela indústria no geral e o mais importante entre os não ferrosos. A sua utilização diversificada se deve as suas propriedades físico-químicas como o baixo peso específico, comparado com outros metais de grande consumo, resistência à corrosão e alta condutibilidade elétrico-térmica (ABAL, 2014).

Com dados de 2010, os três países com maior produção de bauxita são Austrália (32%), Brasil (15%) e China (14%), em relação à produção de alumina os três maiores países são China (35%), Austrália (23%) e Brasil (11%). E por fim, os países que mais produzem alumínio primário são China (39%), Rússia (9%) e Canadá (7%), já o Brasil com 4% da produção mundial, permanece na sexta colocação junto com a Índia (NAPPI, 2013).

A descrição da cadeia produtiva de alumínio, até a fase de bens transformados, possui seis etapas, conforme Figura 2.1 (ABAL, 2012):

- extração e beneficiamento da bauxita;
- produção de óxido de alumínio (alumina);
- obtenção do metal primário em lingotes ou líquido (alumínio 99,7%);
- fabricação de produtos semimanufaturados;
- fabricação de produtos manufaturados finais;
- reciclagem.

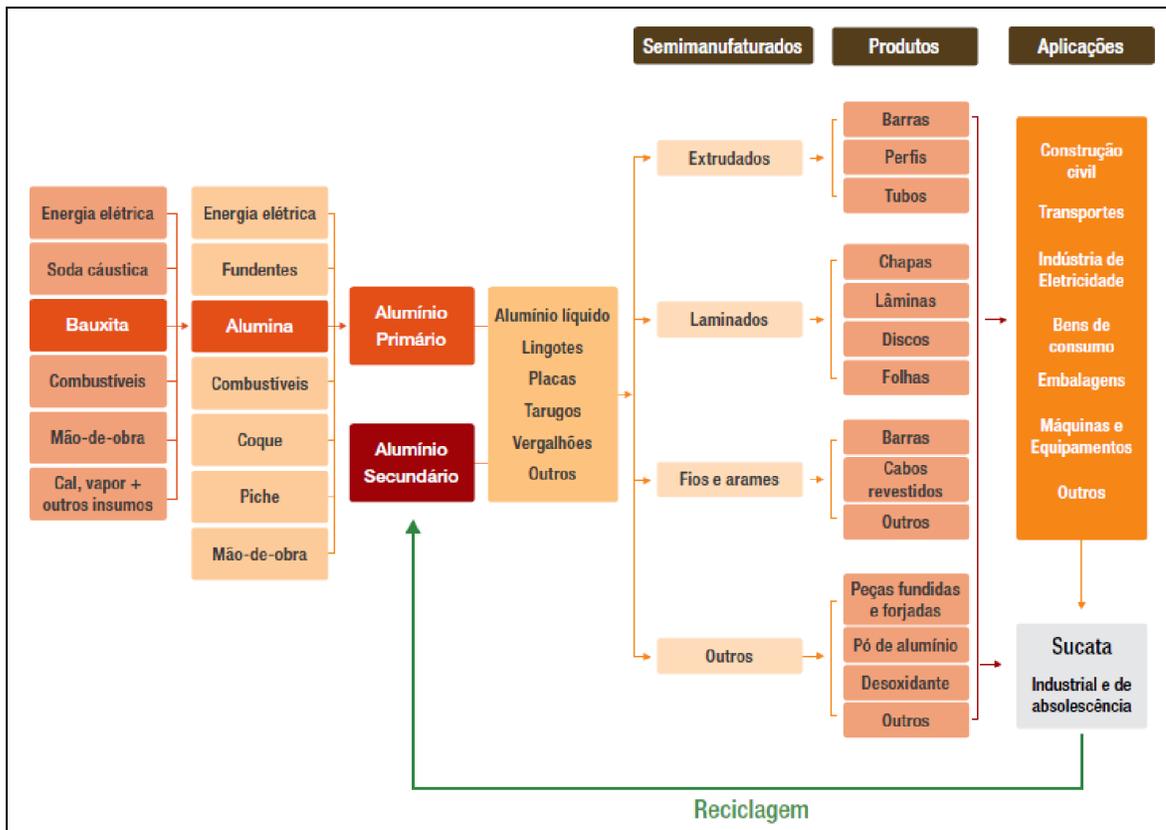


Figura 2.1: Cadeia Produtiva da Indústria do Alumínio (ABAL, 2012).

Segundo a Aluminum Association (AA), as ligas são divididas conforme sua condição, sendo as ligas trabalhadas, que são aplicadas em trabalhos mecânicos e as destinadas para produção de componentes via fundição (ZOQUI, 1995). Essas duas condições são divididas em categorias, no caso de ligas para fundição, seguem as categorias abaixo:

- 1XX.X, alumínio puro (99,00% ou superior);
- 2XX.X, ligas de alumínio-cobre;
- 3XX.X, alumínio-silício + cobre e/ou magnésio;
- 4XX.X, alumínio-silício;
- 5XX.X, alumínio-magnésio;
- 7XX.X, alumínio-zinco;
- 8XX.X, alumínio-estanho;

- 9XX.X, alumínio + outros elementos;
- 6XX.X, série sem uso.

Essa designação indica no primeiro dígito, o principal constituinte da liga, no segundo e terceiro dígitos, a designação da liga específica e o quarto dígito se o material é fundido (0) ou se existe uma diferença na composição química frente ao material padrão (1, 2) (KAUFMAN, 2004).

Neste estudo, o objetivo é analisar a tixotrofia de uma liga pertencente à categoria 3XX.X.

### **2.3 Categorias das Ligas Fundidas 3XX.X**

As ligas de fundição obedecem a Norma ABNT NBR15975 para controle de sua composição química, a partir da qual algumas de suas propriedades, às vezes, são adquiridas com tratamento térmico.

As ligas empregadas nas aplicações gerais de engenharia frequentemente contêm silício para melhorar suas características de fundição, tais como fluidez (no vazamento) e resistência a trincas de contração (quando o metal quente se solidifica e se contrai). O cobre é muito utilizado como um elemento de liga, proporcionando maior dureza e resistência exigidas em serviço (ABAL, 2014).

As ligas das categorias Al-Si-Mg, Al-Si-Cu e Al-Si-Cu-Mg são de baixo custo e representam maior volume das ligas de alumínio fundidas disponíveis no mercado (ZOQUI, 2014).

As Ligas de Al-Si-Cu com menos de 5,6 % de Cu são tratáveis termicamente, mas as ligas mais importantes desta família também contêm magnésio. A resposta do tratamento térmico é aumentada, conduzindo a uma gama muito atraente de propriedades mecânicas (KAUFMAN, 2004).

As ligas Al-Si-Mg apresentam maiores problemas na fundição, mas possuem boa resistência e ductilidade (ABAL, 2014). A resistência à corrosão também é excelente, e um baixo nível de expansão térmica é mantida. Adições de berílio melhoram a resistência e ductilidade,

afetando a morfologia e química de intermetálicos contendo ferro. Essas ligas são utilizadas em ambientes agressivos, como, por exemplo, em peças e acessórios de navios (KAUFMAN, 2004 e ABAL, 2014).

#### **2.4 Liga A355.0 – Comercialmente Processada em SSM**

A liga A355.0 é uma das ligas comercialmente processadas em SSM, sendo a que possui menor teor de silício entre as matérias-primas da série 3XX.X, mas apresentam excelentes propriedades mecânicas provenientes da adição de cobre e magnésio em pequena quantidade. A Figura 2.2 apresenta o diagrama de fase esperado para esta liga (ZOQUI, 2014). A região entre as duas retas pontilhadas na vertical apresentam a faixa de tolerância referente ao efeito do silício presente na liga A355.0, porcentagem esta que varia de 4,5 a 5,5%, conforme a composição química da Tabela 4.1.

Conforme o diagrama de fase, ao trabalhar com esta liga na faixa de Si entre 4,5% a 5,0%, utilizando o  $Ti_4MnAl_3$  como refinador de grão e contando com a agitação eletromagnética, podem-se obter tamanhos de grãos menores. Esta liga possibilita a formação de pequenas rosetas de forma quase globular e quando reaquecido no estado semissólido, o material poderá apresentar tamanho de grão pequeno no fundido, condizente com o tamanho pequeno de glóbulo sólido envolto por líquido, melhorando assim, o comportamento semissólido. A região azul-clara é a faixa ideal para trabalhar com processamento de semissólido (ZOQUI, 2014).

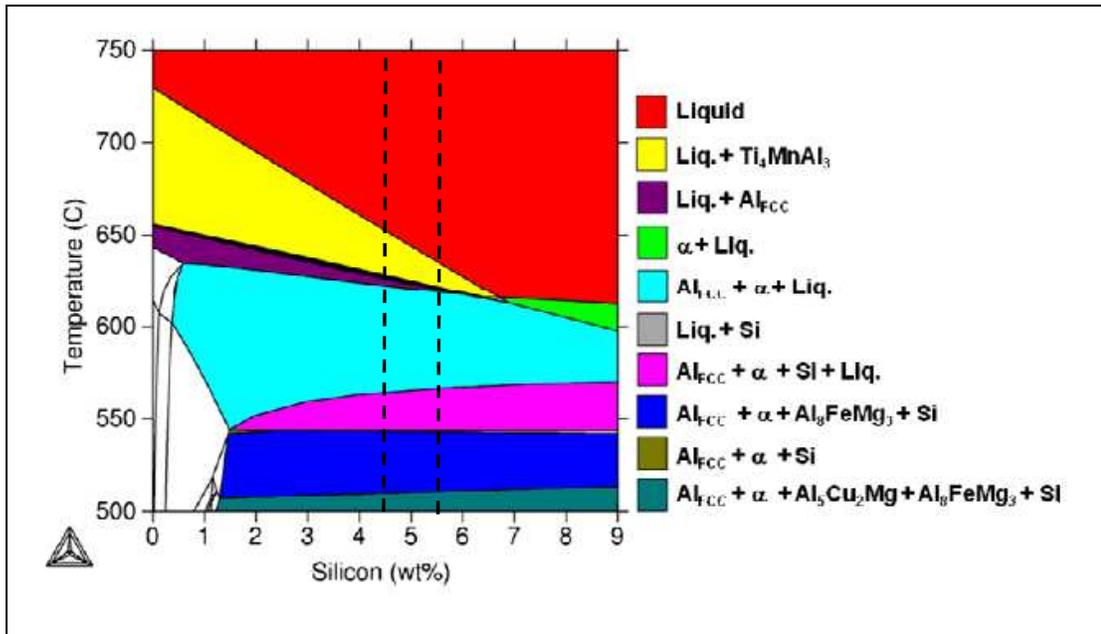


Figura 2.2: Diagrama de Fase Alumínio-Silício para Ligas A355.0 obtida pelo *software* ThermoCalc® (Adaptado de ZOQUI, 2014).

A Figura 2.3 ilustra a transição sólido  $\Leftrightarrow$  líquido da região de processamento de semisólidos, conforme o diagrama de fases alumínio-silício da Figura 2.2, usando a média de elementos terciários e faixa de Si entre 4,5% a 5,0%. Nas regiões marcadas por linhas pontilhadas possibilitam a identificação da faixa de porcentagem de fração líquida, conforme a variação de silício, que a liga A355.0 poderá apresentar a 575 °C (linha verde) e a 595 °C (linha azul).

Na Tabela 2.1 estão as propriedades mecânicas conforme o tipo de tratamento térmico.

A liga A355.0 por processamento convencional, contém média resistência mecânica, com excelente fluidez, boa usinabilidade após tratamento térmico, boa estanqueidade sob pressão, fundição em molde permanente e areia. Como aplicação, é matéria-prima para a fabricação de peças complexas ou sob tensão, cabeçote de cilindros, corpo de válvulas, camisa de água, união para mangueiras, acessórios para indústria de máquinas e na construção civil (ABAL, 2014).

Tabela 2.1: Propriedades mecânicas básicas das ligas de alumínio A355 comumente utilizadas em fundição de semissólidos (ZOQUI, 2014).

Propriedade	A355-F	A355-T5	A355-T6
Limite de Escoamento (MPa)	100 - 127	165 - 228	207 - 228
Limite de Resistência à Tração (MPa)	156 - 172	186 - 317	276 - 303
Alongamento (%)	1 - 3	2 - 7	3 - 12
Dureza (BHN)	50 - 75	60 - 90	75 - 106

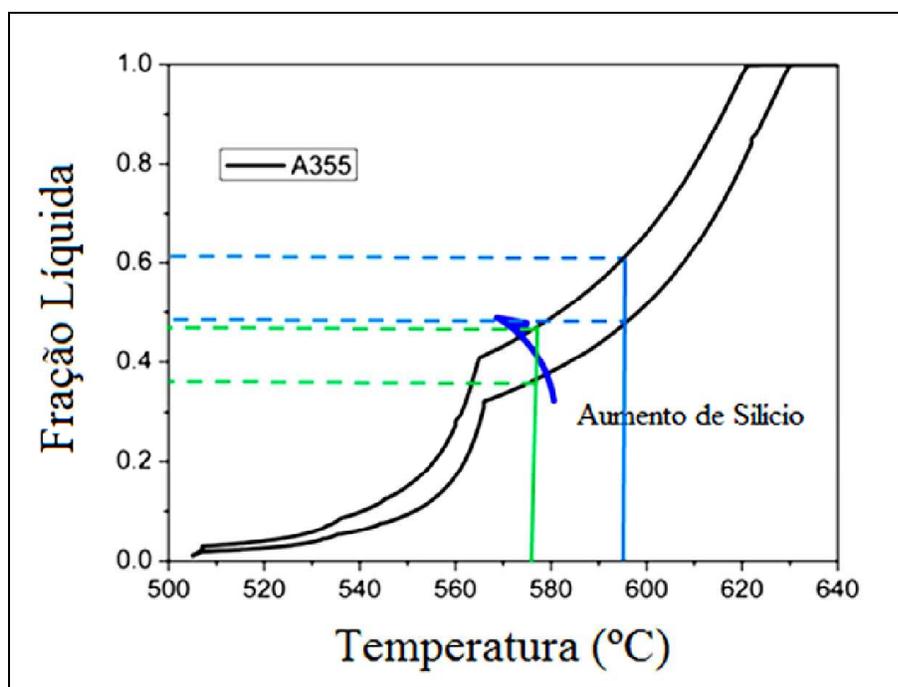


Figura 2.3: Transformação Semissólida de ligas A355 obtidas por simulação via *software* Thermo-Calc® (Adaptado de ZOQUI, 2014).

Outra liga derivada da 355.0 é a C355.0, apresentando maior resistência mecânica, excelente característica de alimentação (ideal para peças fundidas espessas), fundição em molde permanente e areia. Utilizada ainda para fabricação de peças estruturais sob tensão, componentes

de aviação e de mísseis, acessórios de máquinas e equipamentos, construção civil, fachadas e embarcações (ABAL, 2014).

## 2.5 Conceitos Básicos Sobre Tixohabilidade

A tixohabilidade de uma determinada liga metálica é definida como a sua habilidade de manter o estado pastoso tixotrópico durante o seu processamento. Para verificação da tixohabilidade de uma determinada liga, torna-se necessário analisá-la por meio das transformações de fases que ocorrem durante o aquecimento ou resfriamento. Isso pode ser realizado com o auxílio de ensaios DSC, DTA e simulações termodinâmicas como o Thermo-Calc®.

A tixohabilidade é definida conforme a seguir (ATKINSON, 2000):

- tipo e teor de elementos de liga: Os elementos de liga podem ser utilizados para aumentar a tixohabilidade de algumas ligas o que aumentará o intervalo de solidificação, fração de eutéticos, temperatura eutética, etc. A adição de pequenos teores de Mn e Si na liga AA6063 provoca um decréscimo na Temperatura *solidus*, aumentando a janela de tixoconformação, mas os níveis adicionados devem ser controlados, caso contrário provoca diminuição no intervalo de solidificação (ZOQUI, 2008).

- o intervalo de solidificação: o intervalo entre a Temperatura *liquidus* e a Temperatura *solidus* deve ser suficiente para possibilitar durante todo o processamento, o controle da relação entre a fração líquida e sólida da pasta. Quando o intervalo de solidificação é grande, favorece a tixohabilidade, mas aumenta a chance de ocorrer trincas de contração no resfriamento do material.

- sensibilidade da fração líquida com a temperatura ( $dFl / dT$ ) no interior da zona pastosa: deve ser reduzida; altos valores resultam em significativo aumento da fração líquida com uma pequena variação de temperatura, dificultando o controle do processamento da pasta.

- fração líquida formada pela fusão da fase eutética: a formação de grande quantidade de líquido pela fusão da fase eutética pode significar dificuldade de controle do processo, pois aumentos subsequentes de temperatura podem ocasionar quantidade excessiva de líquido na

pasta. Valores de fração líquida da ordem de 0,3 a 0,5 na temperatura eutética são considerados ideais (ATKINSON, 2000).

- taxa de aquecimento ou resfriamento a que a liga é submetida até o estado semissólido: de modo geral elevadas taxas de aquecimento ou de resfriamento tendem a diminuir a Temperatura *solidus* e aumentar a Temperatura *liquidus*, elevando também o intervalo de solidificação e, conseqüentemente a faixa de trabalho no estado semissólido, bem como aumentando a tixohabilidade (CRISTOFOLINI, 2009);

Após a análise da tixohabilidade outro fator muito importante a ser verificado é a determinação da fração líquida que o material será processado e, portanto a sua temperatura de trabalho.

## 2.6 Caracterização Termodinâmica de SSM

Analisar termicamente um material nada mais é do que uma comparação da propriedade física ou química de uma substância em função do tempo ou temperatura, de uma amostra que está em uma atmosfera controlada.

A caracterização termodinâmica permite a avaliação da transformação Sólido => Líquido e a caracterização da faixa de transição, e os métodos mais conhecidos e de maior utilização para determinação da caracterização termodinâmica são: Simulação Thermo-Calc® e MTDATA, Análise Térmica Diferencial (DTA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

O Thermo-Calc®, entre os métodos citados, é o que melhor se aproxima dos resultados reais das temperaturas de transição de uma liga *versus* fração líquida, graças à utilização do método CALPHAD para cálculo de materiais que possuam multicomponentes. Este método utiliza um modelo matemático considerando 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).

O DTA é um método que determina a diferença entre as temperaturas da amostra e de um material de referência termicamente inerte, à medida que ambos vão sendo aquecidos em um forno, ou seja, este método analisa a diferença de temperatura.

O DSC monitora a entalpia da amostra em relação a um material de referência termicamente inerte, porém ambas são submetidas a uma programação controlada de temperatura, ou seja, este método analisa a diferença de energia.

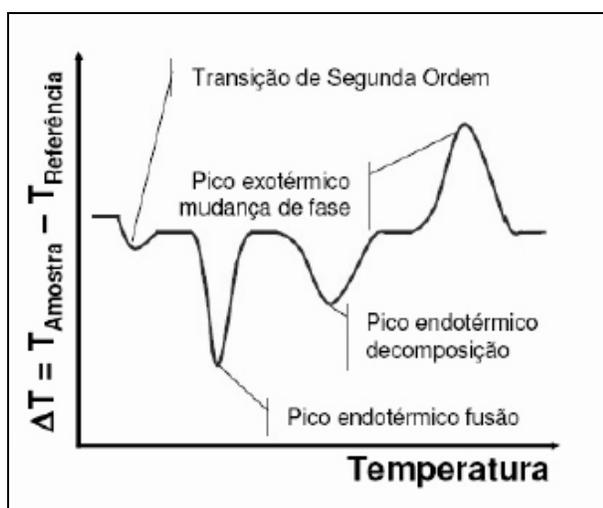


Figura 2.4: Exemplo de uma análise térmica genérica (DSC/DTA).

Na curva da Figura 2.4 observa-se a primeira depressão referente a uma possível 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. Quando a amostra absorve calor para realizar uma transformação ele cria uma espécie de depressão e inversamente cria-se um pico sinalizando que a amostra liberou calor.

## 2.7 Conceituações Microestruturais

As ligas submetidas aos processos de conformação convencionais tendem a solidificar-se obtendo uma microestrutura dendrítica. Ao ser aplicado tensões de cisalhamento na região semissólida, possivelmente levarão à fratura dos braços dendríticos formando pequenas partículas. A sucessiva redução da temperatura e aplicação de tensões causa deformações nas partículas, que se transformam em rosetas e então em formas globulares. Tem-se uma estrutura final homogênea constituída por estrutura primária globular circundada pela fase secundária, geralmente eutética e dendrítica (PAHLEVANI, 2004).

Para se trabalhar com SSM, torna-se necessário aquecer o material acima da temperatura *solidus* e manter nesta temperatura por um determinado intervalo de tempo para que ocorra a modificação da morfologia da microestrutura. Essas matérias-primas utilizadas em tixoconformação podem ser obtidas por dois tipos de processamento, sendo processadas durante ou após a solidificação. Nestes métodos de processamento, a globularização apenas parcial já é suficiente, pois em geral os processos posteriores de tixoconformação implicarão em reaquecimento desta matéria-prima à temperatura intermediária entre *solidus* e *liquidus* para viabilizar a conformação, o que implicará na continuidade do fenômeno de globularização da fase primária (ZOQUI, 2001).

Existem dois tipos de processos que ocorrem durante a solidificação, sendo os processos que interferem no crescimento e nos processos que interferem na nucleação. Os processos que interferem no crescimento são os mecanismos de globularização e o engrossamento. E os processos que interferem na nucleação têm o intuito de aumentar a quantidade de núcleos em função do tempo e do volume do líquido, restringindo assim, seu crescimento e resultando em uma estrutura sólida de grãos finos.

Esses mecanismos atuam no líquido em solidificação de maneira a inibir ou suprimir o crescimento dendrítico por meio de uma grande agitação, que gera a ruptura da estrutura já formada e sua globularização por mecanismos de redução de energia superficial (FLEMINGS, 1991).

O mecanismo de globularização ocorre a partir do engrossamento das dendritas equiaxiais em crescimento no líquido, resultantes de ramos desprendidos ou mesmo dendritas originais,

sendo engrossadas pelos mecanismos de transferência de massa. A Figura 2.5 apresenta toda a evolução estrutural durante a solidificação com vigorosa agitação (FLEMINGS, 1991).

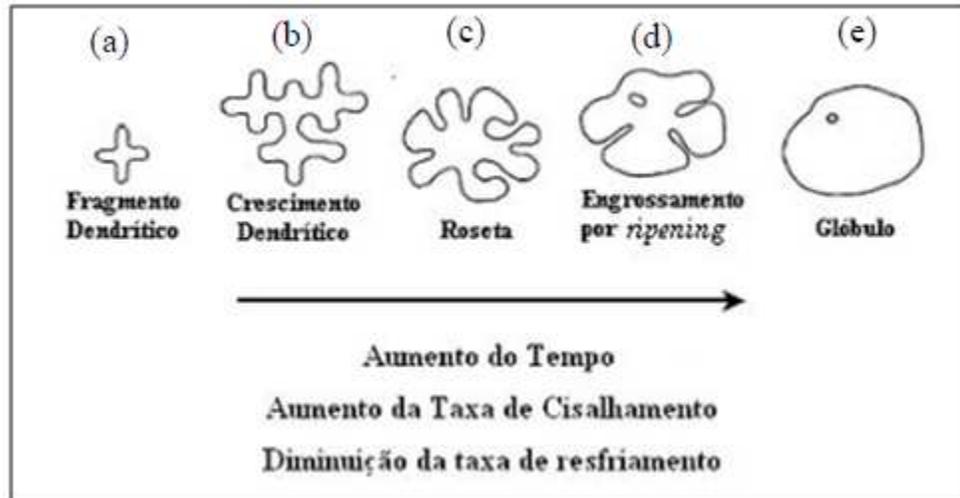


Figura 2.5: Evolução da estrutura durante a solidificação com vigorosa agitação: (a) fragmento inicial de dendrita; (b) crescimento da dendrita; (c) e (d) estrutura de roseta; (e) estrutura globular (FLEMINGS, 1991).

Conforme a Figura 2.5, a dendrita se forma de acordo com vários mecanismos, a origem desta dendrita pode ocorrer pela recristalização do material, pela quebra de braço de outras dendritas ou pela refusão de braços dendríticos, como ilustrado em (a). Estes fragmentos dendríticos continuam a crescer como ilustrado em (b). Com agitação contínua e o tempo de solidificação, a estrutura dendrítica se transforma em uma estrutura de roseta, como ilustrado em (c). Durante o resfriamento se obtêm outra estrutura de roseta como pode ser visto em (d). Com resfriamento lento ocorre a transformação de roseta para esfera (globular) como ilustrada em (e) (FLEMINGS, 1991). Essa pequena quantidade de líquido retido nos glóbulos (e) quase esferoidais é conhecida por “*entrapped liquid*”.

O mecanismo de engrossamento ocorre com a transferência de massa de superfícies de menor raio de curvatura para outras de maiores raios de curvatura, ou de superfícies curvas para

superfícies planas. Existem dois mecanismos de engrossamento: *Ostwald Ripening* e coalescência, esses mecanismos ocorrem quando o material é reaquescido ao estado semissólido. O mecanismo de engrossamento por *Ostwald Ripening* consiste na dissolução de ramos menores, incorporação de soluto nos ramos maiores e difusão de soluto no líquido, tendo como resultado uma redução do número de ramos dendríticos e o aumento da distância entre eles. Essas possibilidades propostas pelo modelo de Kattamis e Flemings (1967) e por Kahlweit (1968) podem ser visualizadas na Figura 2.6. As três possibilidades podem ocorrer ao mesmo tempo, dependendo da região e das condições (MARSH, 1997).

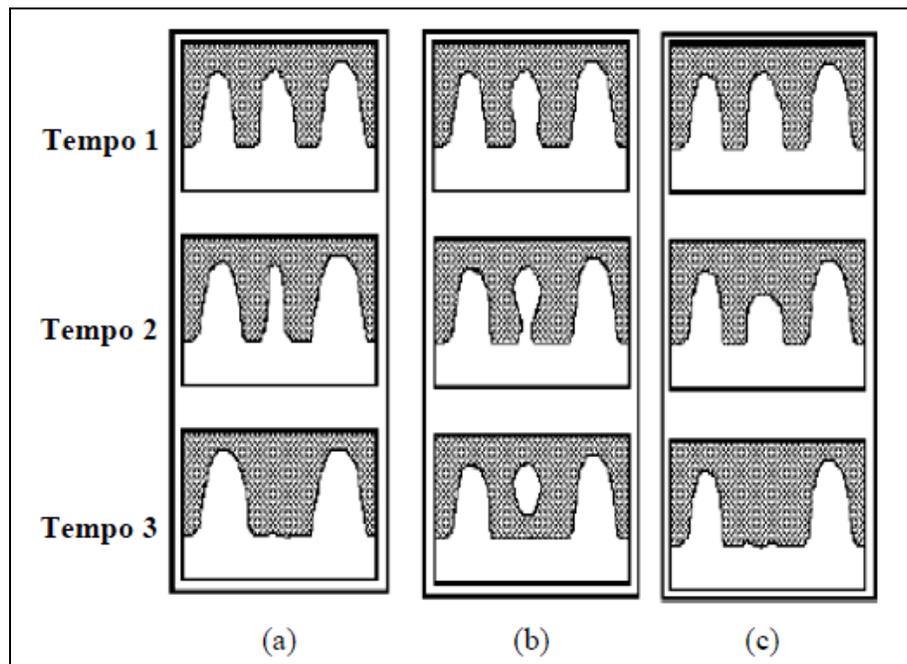


Figura 2.6: Esquema geral dos mecanismos de engrossamento dendrítico de *Ostwald Ripening*:  
 (a) e (b) Kattamis e Flemings (KATTAMIS, 1967); (c) Kahlweit (KAHLWEIT, 1968).

O mecanismo de engrossamento por coalescência consiste na aglomeração de ramos dendríticos secundários, conforme a Figura 2.7. Esta aglomeração resulta na supressão de

superfícies de separação, levando a coalescência de dois ou mais braços em apenas um com maior dimensão (YOUNG, 1992; KIRKWOOD, 1994 e GENDA, 1987).

Tanto o mecanismo de coalescência exposto por Kirkwood (1994) quanto o possível mecanismo proposto por Genda (1987), são amplamente aceitos pela literatura, porém, para o caso das estruturas semissólidas, o mecanismo proposto por Genda tem sido o mais aceito uma vez que este mecanismo explica a formação do “*entrapped liquid*” apresentado por Flemings (1991).

A quantidade e morfologia referente a presença de “*entrapped liquid*” variam de acordo com a liga e o método de preparação do material, mas sua presença é uma constante (ZOQUI, 1995).

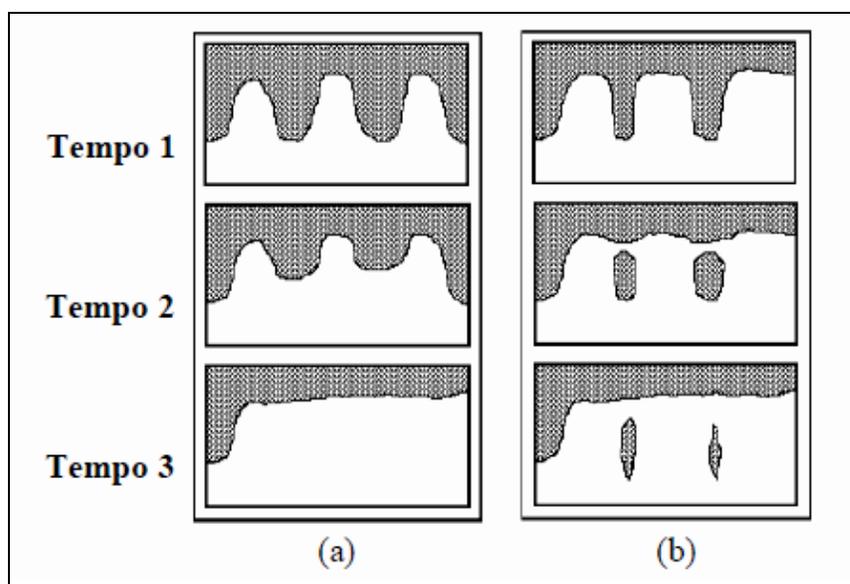


Figura 2.7: Esquema geral dos mecanismos de engrossamento dendrítico por coalescência: (a) Young e Kirkwood (YOUNG, 1992; KIRKWOOD, 1994); (b) Genda (GENDA, 1987).

Os processos que interferem na nucleação, a incentivam de maneira extensiva em todo o volume do líquido quando associada à elevada taxa de resfriamento (PAES, 2004). Alguns dos trabalhos mais relevantes neste sentido é o processo de coquilhamento em canais Ahresty

(SHIBATA, 1998), o New Rheocasting Process (NRC) (KLEINER, 2002) e o ultrarrefino de grãos (MOHANTY, 1995).

A Figura 2.8 ilustra a evolução da morfologia dendrítica para a morfologia globular. Como resultado, é obtida uma estrutura final com morfologia globular, geralmente irregular, contendo uma grande quantidade de líquido retido em seu interior, resultado dos fenômenos de coalescência dos ramos dendríticos adjacentes e de glóbulos em contato. Esta estrutura é grosseira e os glóbulos possuem, em geral, grande dimensão (ROBERT e KIRKWOOD, 1987; (ZOQUI, 2001).

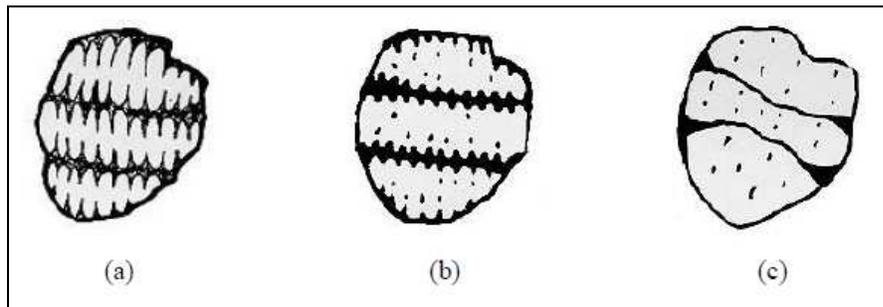


Figura 2.8: Esquema da evolução de uma estrutura dendrítica durante a globularização: (a) grão com os fragmentos dendríticos iniciais; (b) fusão parcial dos contornos de grão e contornos interdendríticos; (c) globularização dos braços dendríticos (ZOQUI, 2001).

Porém, mesmo que em uma análise bidimensional as partículas de primeira fase sejam globulares e pareça independentes, uma análise tridimensional pode revelar que dois ou mais glóbulos podem estar interconectados, formando uma estrutura mais complexa, a qual seria determinante para o comportamento viscoso do material, uma vez que o que se imagina ser um grão cristalino poderia na verdade ser composto por um ou mais glóbulos (NIROUMAND, 2000).

Outro erro refere-se à existência ou não de porosidades, uma vez que o polimento prévio poderá destacar partículas mais duras, ou preencher lacunas no caso de materiais muito moles.

Um método utilizado pelo grupo de Tixoconformação da FEM/UNICAMP como solução é a realização de fotografias em microscópios ópticos com luz polarizada, estando a amostra perfeitamente polida e com aplicação de ataque eletrolítico, o qual faz com que os contornos dos grãos sejam atacados e as superfícies dos grãos recoberta por uma camada de óxido. Assim, no microscópio com luz polarizada será possível por meio de diferentes cores, identificar orientações cristalinas diferentes, ou seja, grãos distintos.

## 2.8 Caracterização Macro/Microestrutural de SSM

Pode-se caracterizar um material utilizando boa parte dos procedimentos ou ferramentas a seguir:

- A porcentagem de grãos da fase alfa (que será referência à porcentagem da fração sólida quando o material for reaquecido);
- Fator de forma (que indicará o grau de esferiodização do grão, uma vez que quanto mais complexa for sua superfície, maior será a viscosidade apresentada pelo SSM);
- Sobre o tamanho médio dos glóbulos (obtido pela foto padrão da “microestrutura”) e dos grãos (obtido da “macroestrutura” pela foto feita com luz polarizada);
- Sobre a interconexão dos glóbulos (pois poderão formar um “esqueleto dendrítico” extenso, o que aumentaria em muito o valor da viscosidade), estimativa obtida a partir da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo;
- Porosidade (fator prejudicial à qualidade do material).

Para tais determinações, utiliza-se de algumas ferramentas:

- Método dos Interceptos: para o cálculo do tamanho médio dos glóbulos e dos grãos e para o cálculo da relação grão/glóbulo (como uma estimativa do “esqueleto dendrítico” existente);
- *Software ImageJ*: para a estimativa da circularidade (fator de forma SF);
- Avaliação do RQI (*Rheocast Quality Index*);
- Cálculo da porosidade (% vol.) por picnometria.

## 2.9 Viscosidade em SSM

No comportamento reológico de materiais reofundidos, destaca-se o comportamento pseudoplástico e tixotrópico. A pseudoplasticidade do material representa a dependência de sua viscosidade em relação à taxa de cisalhamento aplicada, e a tixotropia a dependência da viscosidade com o tempo de aplicação da taxa de cisalhamento (JOLY, 1976; FAN, 2002). Isso significa que em altas taxas de cisalhamento, menor é a viscosidade aparente, ou seja, a viscosidade aparente é influenciada pela porcentagem de fração sólida da fase primária, taxa de cisalhamento aplicada, características morfológicas, variações da temperatura e de tempos de processamento.

O primeiro estudo a respeito de compressão a quente para caracterização reológica, publicado por (Laxmanan e Flemings 1980), e por ser a maior e melhor base de estudo neste campo, também será adotada no estudo da liga A355.0. A dedução destas fórmulas será conforme abordou (TORRES, 2013). Iniciando o estudo da viscosidade a partir de uma amostra cilíndrica de altura inicial ( $H_0$ ) e diâmetro inicial ( $D_0$ ). A deformação de engenharia ( $e$ ) em um determinado tempo ( $t$ ) em compressão, com altura instantânea ( $H$ ), é dada por:

$$e = 1 - \left( \frac{H}{H_0} \right) \quad \text{(Equação 2.1)}$$

Considerando o volume, ( $V$ ), como constante durante todo o ensaio de compressão e que a amostra seja comprimida entre duas placas cuja área de superfície é maior que a maior área ocupada pelo material deformado, a tensão ( $\sigma$ ) em um determinado tempo ( $t$ ) de ensaio será dada por:

$$\sigma = \frac{FH_0}{V}(1 - e) = \frac{FH}{V} \quad \text{(Equação 2.2)}$$

Sendo ( $F$ ) é a força aplicada em um determinado tempo ( $t$ ). Para o caso de um fluido viscoso do tipo newtoniano a relação entre viscosidade ( $\mu$ ) e a força aplicada para a deformação, utilizando-se também o ensaio de compressão em duas placas paralelas é dada por:

$$F(t) = \frac{-3\mu V^2}{2\pi h^5} \left( \frac{dh}{dt} \right) \quad (\text{Equação 2.3})$$

Desta maneira é possível obter a viscosidade ( $\mu$ ), sendo a carga utilizada neste estudo não constante, torna-se necessário isolar a viscosidade ( $\mu$ ) em função do tempo. Neste caso tem-se:

$$\mu(t) = \frac{-2\pi h^5 F(t)}{3V^2 (dh/dt)} \quad (\text{Equação 2.4})$$

Além dos cálculos para a obtenção da viscosidade, uma maneira simplificada foi proposta para obtenção da taxa de cisalhamento média ( $\gamma'_{AV}$ ), dada por (LAXMANAN, 1980):

$$\gamma'_{AV} = - \left( \sqrt{\frac{V}{\pi}} \right) \left( \frac{(dh/dt)}{2H^{2,5}} \right) \quad (\text{Equação 2.5})$$

Com isso é possível obter a viscosidade em função do tempo, assim como a taxa média de cisalhamento. A caracterização de ambos visa estabelecer meios para analisar o comportamento não newtoniano destas pastas, uma vez que o material semissólido não se comporta como um material newtoniano e sim como um fluido tixotrópico. Para tanto, Laxmanan e Flemings (1980) utilizaram o modelo Ostwald-de-Waele ou *Power-Law*, conforme a equação 2.6, que correlaciona a tensão-deformação com a viscosidade aparente.

$$\mu = m\dot{\gamma}^{(n-1)} \quad (\text{Equação 2.6})$$

A letra ( $m$ ) é conhecida como constante de consistência ou proporcionalidade e ( $n$ ) é conhecido como *Power-Law Index*. Quanto menor o valor de  $n$  maior é o comportamento pseudoplástico.

Porém, vários são os fatores a influenciar estas medidas, tais como a taxa de cisalhamento imposta. Para altíssimas taxas de cisalhamento, não há tempo para que ocorram fenômenos de aglomeração de glóbulos primários originando um baixo valor para a viscosidade; para baixas

taxas de cisalhamento a interação entre as partículas primárias é facilitada, originando altos valores para a viscosidade (FLEMINGS, 1991).

A análise da viscosidade do material em função da taxa de cisalhamento é a caracterização mais importante de uma liga na qual se deseja trabalhar no estado semissólido (ZOQUI, 2001).

Na Figura 2.9 exemplifica o estudo realizado relacionando 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. Conforme a Figura 2.9, em todos os experimentos, com o aumento da taxa de cisalhamento, a viscosidade diminuiu, como consequência da diminuição do tamanho dos grãos e sua parcial ou total esferiodização, ou seja, quanto mais esferiodizados forem os grãos e, portanto, menor a sua organização, menor também será a sua viscosidade (ITO, 1991).

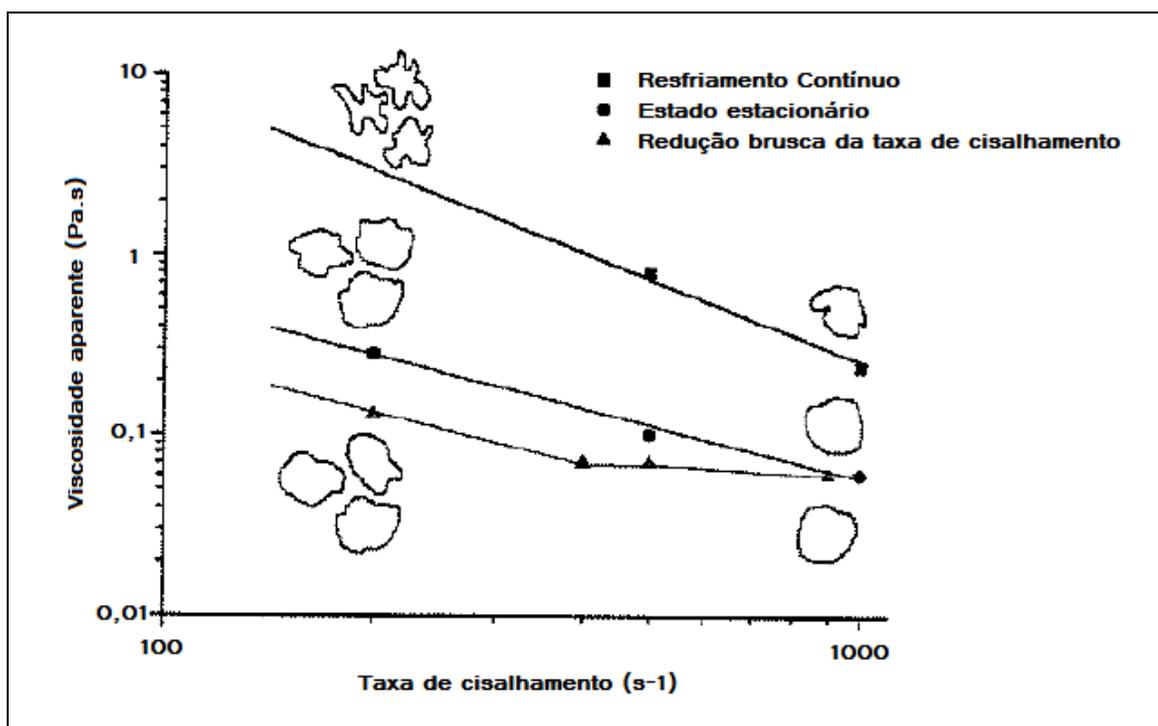


Figura 2.9: Viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento (ITO, 1991).

Pode-se concluir que a viscosidade em um SSM é função fundamentalmente da:

- Porcentagem da fração sólida presente na pasta (determinada pela faixa de temperatura de trabalho escolhida e pela composição química da liga, que determina o ponto no diagrama de fase);
- Tensão aplicada e taxa de cisalhamento (que impõem um fluxo laminar ou turbulento, que altera a estrutura do SSM, o tamanho dos grãos e a dispersão ou aglomeração deles por todo o material);
- Tamanho de partícula e distribuição delas na suspensão líquida;
- Alteração microestrutural (transformação da região dendrítica em rosetas ou em glóbulos) efetuada de diversas maneiras, inclusive por ultrarrefino de grão;
- Temperatura de vazamento e variações na temperatura durante o processamento do SSM (influencia no tipo de formação microestrutural e na porcentagem da fração sólida durante a solidificação);
- Tempo de processamento e tempo de “descanso” entre as etapas de processamento (há a tendência das partículas em suspensão se aglomerarem e se reorganizarem);
- Tipo de processamento (especificações próprias do maquinário utilizado e das dimensões da peça a ser produzida, uma vez que delimitam condições que lidam com todos os parâmetros anteriormente citados).

### 3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A parte experimental deste estudo, em sua maioria, foi realizada no laboratório de tixoconformação do DEF/FEM/UNICAMP e no laboratório do DEMa/FEM/UNICAMP. Com o intuito de facilitar a compreensão foi adotado neste estudo os termos caracterização macro e microestrutural, sendo caracterização macroestrutural a metalografia colorida, obtida com utilização de luz polarizada, e caracterização microestrutural a metalografia convencional, sem a adoção da luz polarizada.

As sequências básicas dos procedimentos experimentais e das análises relativas estão descritas no fluxograma da Figura 3.1, sendo:

- Caracterização macro e microestrutural da matéria-prima A355.0, análise da composição química, determinação da temperatura de fusão do material e de vazamento para a produção dos lingotes, caracterização da temperatura de trabalho e do intervalo de solidificação;

- Fabricação dos lingotes por meio das técnicas de refinador de grão e agitação eletromagnética;

- Caracterização macro e microestrutural dos lingotes (liga A355.0 com refinador de grãos e agitação eletromagnética);

- Realização de ensaios de reaquecimentos, para avaliação da evolução morfológica da liga, obedecendo às condições de frações sólidas, tempos e taxa de reaquecimento estipulados, bem como caracterização macro e microestrutural.

- Realização de ensaios de compressão a quente para avaliação do comportamento viscoso da liga, conforme as mesmas condições da etapa dos ensaios de reaquecimento, como frações sólidas, tempos e taxa de aquecimento.

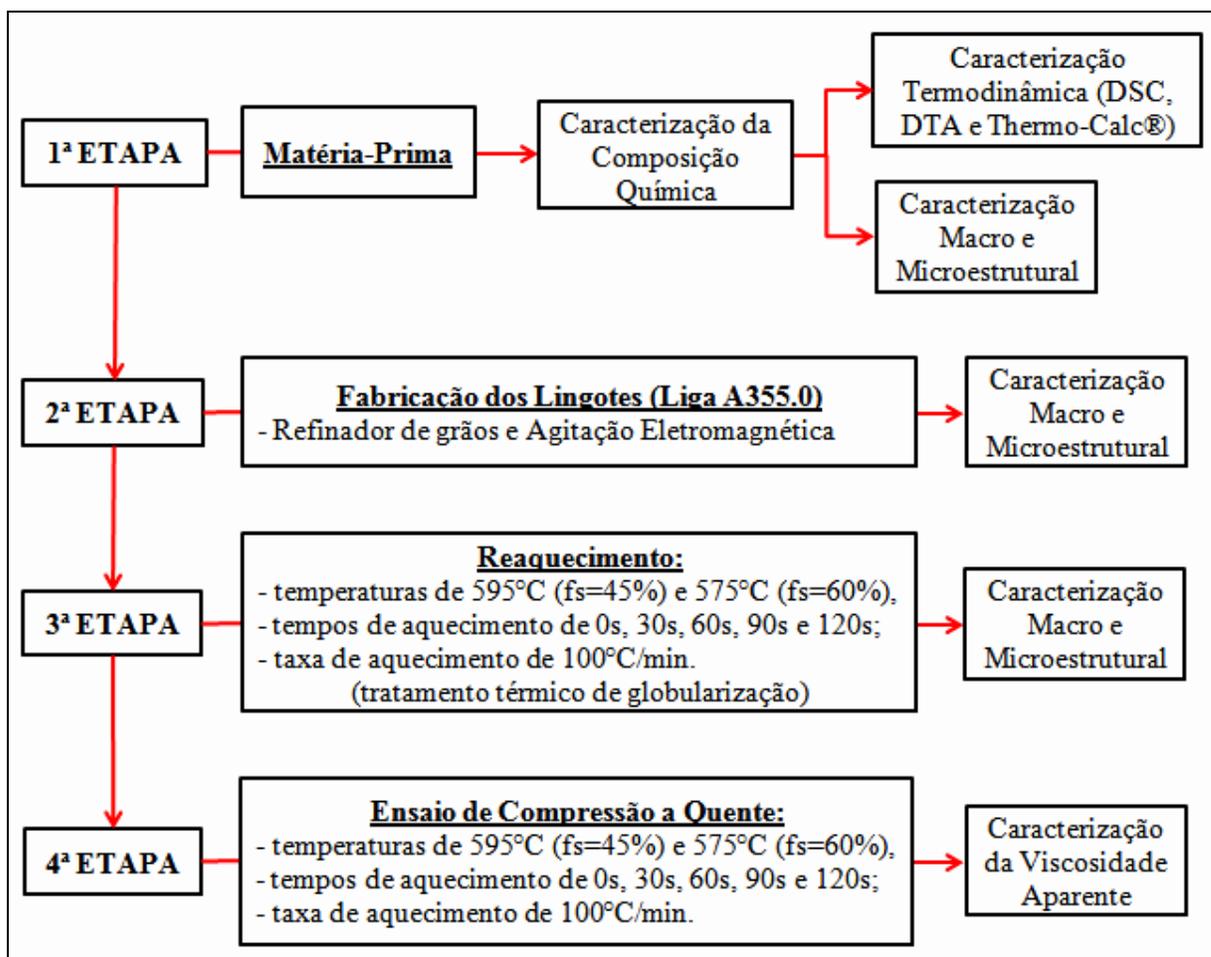


Figura 3.1: Fluxograma das etapas de trabalho.

### 3.1 Caracterização da Composição Química

Antes de iniciar qualquer etapa do estudo, foram realizadas análises químicas da matéria-prima em dois espectrômetros de emissão óptica diferentes entre si quanto à marca de fabricação. Os modelos dos espectrômetros são: (Bill-Oes – ANACOM Científica) e (SHIMADZU – PDA-7000). Para realização das análises químicas, foram cortadas as extremidades das barras fornecidas e lixadas com lixas d'água de granulometria 220, 320, 400 e 600 mesh. As análises químicas foram repetidas três vezes em cada espectrômetro.

### 3.2 Caracterização Termodinâmica

A caracterização da temperatura de trabalho foi realizada por meio de três métodos comumente utilizados: a simulação computacional, com uso do *software* Thermo-Calc®, ensaios de DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial) e de DTA (Análise Térmica Diferencial) para taxas de aquecimento de 5, 10, 15, 20 e 25 °C/min., nas temperaturas de 575 °C e 595 °C. Os ensaios de DSC e DTA foram realizados no equipamento NETZSCH - modelo STA 409C. As amostras para a realização dos ensaios de DSC e DTA foram de aproximadamente 50 mg, em massa.

Após a simulação (Thermo-Calc®) e os testes (DTA e DSC) foram geradas curvas, as quais podem ser comparadas utilizando o *software* Proteus Thermal Analysis.

E aplicando a derivada nessas curvas obtidas pela simulação numérica Thermo-Calc®, pode-se encontrar curvas de sensibilidade  $df/dT$  versus Temperatura por meio de outro *software*, Origin Pro 8. Da mesma maneira, foi aplicada a derivada nas curvas obtidas nos ensaios de DSC e DTA, determinando-se as curvas de sensibilidade  $df/dT$  versus Temperatura.

Com base no método da simulação (Thermo-Calc®), foi determinado o valor de 621 °C como Temperatura *liquidus*, a partir da qual se definiu a temperatura para realizar o vazamento da liga e produção dos lingotes. Com o intuito de garantir uma margem de segurança, foram adicionados 50 °C, devido à perda de calor que ocorre no momento de retirada do cadinho do forno com o material fundido até o momento do real vazamento.

### 3.3 Fabricação dos Lingotes da Liga A355.0

Os lingotes foram produzidos em forno resistivo do tipo poço, no qual o material foi aquecido até aproximadamente 750 °C, utilizando cadinhos de carvão de silício. Na superfície interna destes, foi aplicado QF180 (cimento à base de fibra cerâmica sílico aluminiçosa).

Após o material estar fundido nos cadinhos, foi adicionado refinador de grãos (Al - 5,0wt%Ti - 1,0wt%B) em uma proporção de 4% em massa. Assim, para a produção de 18 lingotes, foram utilizados em torno de 10.800 g da liga e 432 g de refinador de grãos.

As Figuras 3.2 (a) e (b) ilustram o sistema de lingotamento estanque, constituída basicamente por uma lingoteira metálica refrigerada à água que é envolta por bobinas do indutor eletromagnético. Essa lingoteira com diâmetro interno paralelo de 30 mm e comprimento de 360 mm.

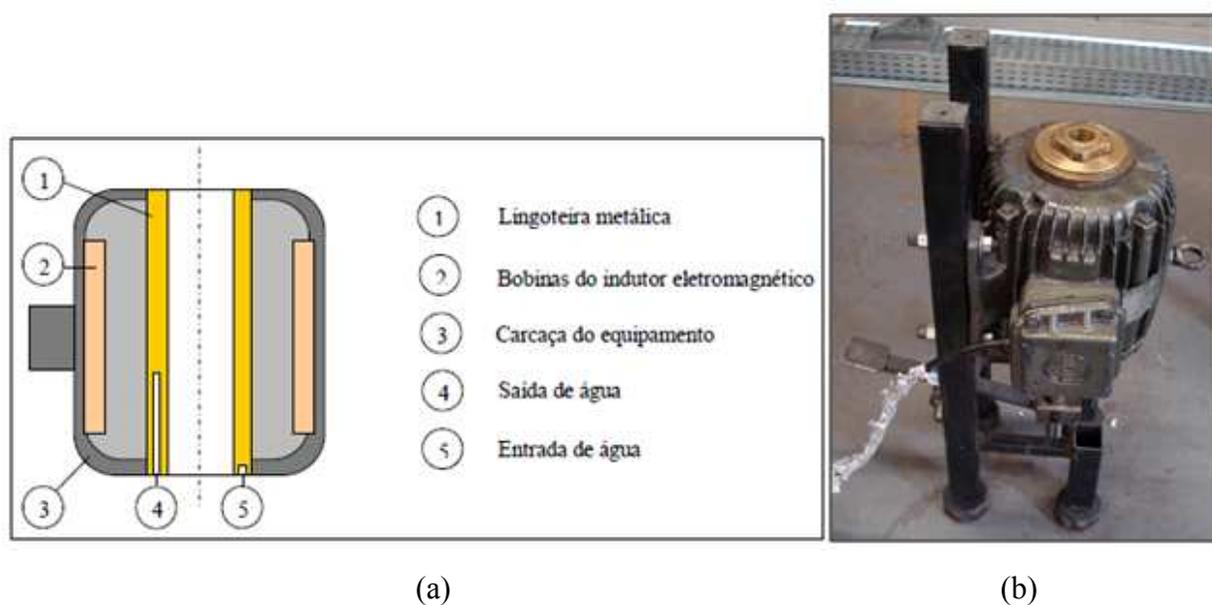


Figura 3.2: Sistema de lingotamento estanque e agitação eletromagnética: (a) representação esquemática (TORRES, 2013); (b) fotografia da lingoteira.

No momento de vazamento da liga fundida, a lingoteira metálica já havia recebido aplicação de grafite em pó na parede interna com o intuito de facilitar a extração dos lingotes, bem como o indutor eletromagnético ligado no valor máximo da potência a aproximadamente 8000 W e 14 Gauss.

O material foi vazado a 670 °C, sendo 50 °C além da Temperatura *liquidus* como margem de segurança, conforme caracterização das temperaturas de trabalho via simulações do *software* Thermo-Calc®.

### 3.4 Caracterização Macro e Microestrutural dos Lingotes

Conforme ensaio realizado no laboratório de tixoconformação do DEF/FEM/UNICAMP, após 150 mm a partir da base dos lingotes, o campo eletromagnético apresenta uma tendência à queda, diminuindo a eficiência da agitação sobre o metal fundido em solidificação. Por este motivo, foi adotado 150 mm a partir da base dos lingotes como comprimento útil. Foi escolhido um lingote aleatoriamente para realização da caracterização macro e microestrutural. Como já explicado anteriormente, entende-se caracterização macroestrutural a metalografia colorida (com luz polarizada) e caracterização microestrutural a metalografia convencional (sem luz polarizada).

Para a análise macro e microestrutural, foram cortadas amostras no sentido longitudinal, aproximadamente na região central do comprimento útil dos lingotes (75 mm da base), no qual o efeito eletromagnético é mais intenso. A título de comparação, também foram cortadas amostras da liga fornecida. Estas amostras foram preparadas para realização da metalografia, sendo embutidas em resina termofixa de cura a quente (Baquelite) e lixadas na politriz automática. A sequência foi conforme o método do fabricante do equipamento *STRUERS*, modelo *Tegra Force 1 (Tegra Pol-15)*:

- *SIC paper #320* – lixamento grosso com água – 300 rpm/4 min.;
- *MD-largo* – lixamento fino com aglomerado de *Allegro* com suspensão de 9 µm (sílica) – 150 rpm/4 min.;
- *MD-Mol* – polimento grosso com suspensão – 3 µm – 150 rpm/3 min.;
- *MD Chem* – polimento fino com suspensão em Alumina de 1 µm – 150 rpm/1 min.

Não foi necessário realizar ataque com ácido fluorídrico, pois as microestruturas já se apresentavam nítidas.

Assim, com o auxílio do microscópio óptico marca e modelo Leica DM ILM (Câmera Leica EC3), foi possível obter imagens da microestrutura para determinação do tamanho médio dos glóbulos primários. Das imagens obtidas, foram selecionadas três imagens ao longo da amostra longitudinal dos lingotes, que para cada imagem foram realizadas quinze contagens, totalizando quarenta e cinco contagens, obtendo-se assim o tamanho médio de glóbulos primários. As contagens foram feitas pelo Método dos Interceptos de *Heyn*, conforme ASTM E112-10 (ASTM, 2010).

As mesmas amostras utilizadas para a caracterização microestrutural foram utilizadas para obtenção da caracterização macroestrutural, porém realizou-se um ataque eletrolítico com  $\text{HBF}_4$  (Ácido Fluobórico) em solução de 1,8%. Para as amostras do lingote, os valores para o ataque eletrolítico foram tensão de 30 V, corrente de 0,2 A e tempo de permanência de 160 s com agitação moderada e constante. Para as amostras do material fornecido, a tensão foi de 30 V, corrente de 0,2 A e tempo de permanência de 120 s com agitação moderada e constante.

Esses parâmetros foram adotados com base em diversos testes para se determinar a melhor resposta que a liga A355.0 poderia apresentar. Como ponto de partida foi considerado como material base a *ASM Handbook* (2004), propondo a diluição para as ligas de Al-Cu em torno de 1 a 2,5% de reagente (cátodo de alumínio, 20 V, 40 s - 150 s). Outro material considerado como referência foi a dissertação de Proni et. al. (2010), recomendando para a liga AA 2014 diluição de 2% na voltagem de 20 V com tempos de ataque variando de 120 s a 170 s para a fração sólida de 45%, e nas voltagens de 30 V e 40 V com tempos de ataque de 160 s chegando até 240 s para a fração sólida de 60%. Ainda segundo esta dissertação, para a liga AA 2011 foi adotada diluição de 2% (devido à limitação da liga anterior) nas voltagens de 20 V e 30 V e tempos de ataque variando entre 80 s e 140 s.

Assim, com o auxílio do microscópio óptico com luz polarizada, foi possível obter imagens coloridas para determinação do tamanho médio dos grãos (macroestrutura), tanto para o lingote quanto para o material fornecido.

Das imagens obtidas do lingote, três imagens foram selecionadas para contagem de grãos. Assim como realizado na micrografia, cada imagem forneceu quinze contagens de tamanho de grãos, totalizando quarenta e cinco contagens, para a determinação do tamanho médio de grãos. As contagens foram realizadas pelo Método dos Interceptos de *Heyn*.

A Figura 3.3 exemplifica o posicionamento das barras de contagens pelo Método dos

Interceptos. Esse posicionamento foi utilizado para a determinação do tamanho médio de grãos e de glóbulos primários.

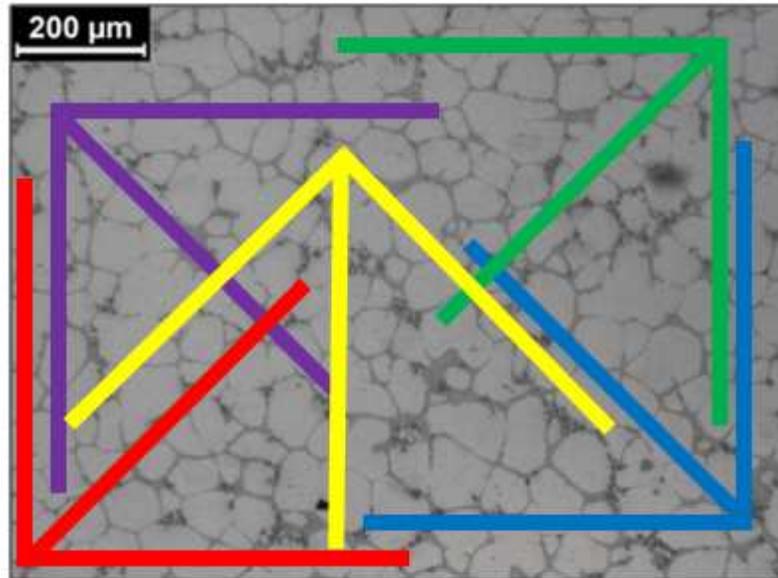


Figura 3.3: Exemplo de posicionamento das barras de contagem pelo Método dos Interceptos.

A circularidade média, considerada o fator de forma para caracterização do material, foi obtida via *software* ImageJ 1.47t utilizando as mesmas imagens da caracterização da micrografia. Como pode ser observado na Figura 3.4, o *software* evidencia os contornos de grãos da imagem, atribuindo valor que varia de 0 a 1 para cada contorno, no qual o valor 1 é aplicado para contorno com formato circular perfeito e qualquer variação de geometria (não circular), o valor tende a ser menor do que 1 até o limite de 0. Como resultado final, para cada imagem o *software* fornece a circularidade para cada grão, a circularidade média e o respectivo desvio padrão da fotografia.

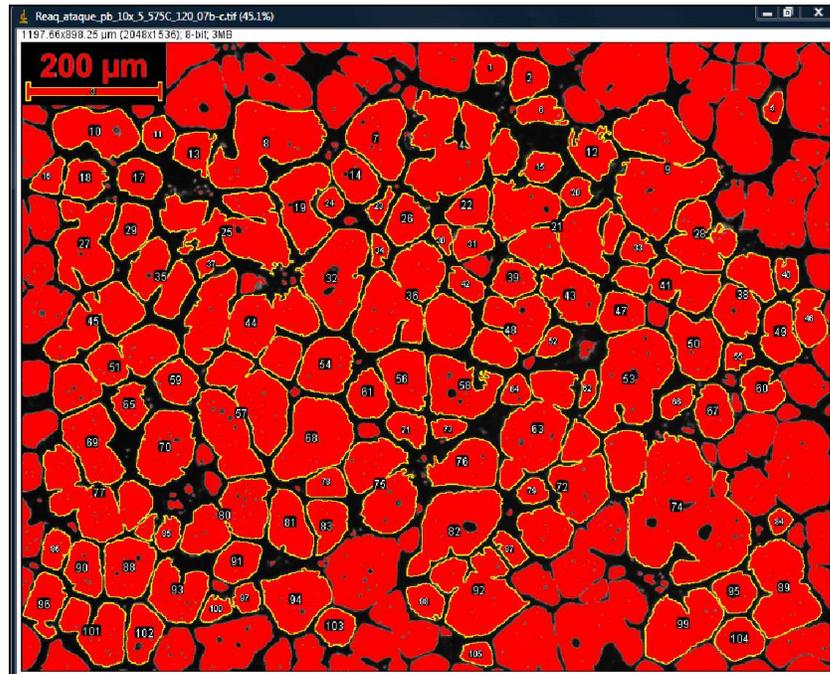


Figura 3.4: Exemplo de cálculo da circularidade em uma imagem metalográfica via *software* ImageJ.

### 3.5 Caracterização Macro e Microestrutural do Reaquecimento

Conforme realizado para os lingotes, a caracterização macro e microestrutural das amostras reaquecidas foram obtidas com base no tamanho médio de grão, tamanho médio de glóbulo primário, circularidade média e relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo, distinguindo-se apenas quanto à quantidade de imagens selecionadas e pelos parâmetros do ataque eletrolítico.

Foram selecionadas cinco imagens para cada condição de reaquecimento, que para cada imagem foram realizadas quinze contagens de tamanho de grãos, totalizando setenta e cinco contagens, obtendo-se assim o tamanho médio de grãos. As contagens foram feitas pelo Método dos Interceptos de *Heyn*.

Em relação ao ataque eletrolítico, os parâmetros utilizados foram diluição de 2% de  $\text{HBF}_4$  (Ácido Fluobórico), tensão de 41 V, corrente de 0,4 A e tempo de permanência de 240 s com

agitação moderada e constante. Esses parâmetros foram utilizados tanto para as amostras com fração sólida de 45%, quanto para as amostras com fração sólida de 60%.

### **3.6 Testes de Reaquecimento**

Os testes de reaquecimento foram executados no forno de indução (NORAX – Canadá Inc.), bobina com diâmetro interno de 15 cm e altura de 10 cm.

As amostras utilizadas no ensaio de reaquecimento foram as das ligas com a adição do refinador de grão e agitação eletromagnética, nos tempos de permanência durante o aquecimento de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s e 120 s e fração sólida de 45% e 60% (595 °C e 575 °C, respectivamente), ambos para uma única taxa de aquecimento de 100 °C/min.

A adoção do valor de 100 °C/min. como taxa de aquecimento é devido uma prática muito utilizada na indústria metalúrgica, portanto, neste teste de reaquecimento aproxima-se, o máximo possível, das condições industriais.

Conforme a Figura 3.5 (a), as amostras foram obtidas dos lingotes, as quais foram cortadas em formato de pequenos cilindros com altura de 20 mm e raio de aproximadamente 15 mm. Em seguida, estes pequenos cilindros são cortados ao meio, apresentando um formato semicircular. Finalmente, um furo de 3,5 mm de diâmetro e 5 mm de profundidade é produzido na face intermediária plana para a fixação do termopar.

### **3.7 Testes de Compressão a Quente**

O comportamento reológico foi realizado analisando a viscosidade nas mesmas condições do ensaio de reaquecimento, ou seja, nas temperaturas de 575 °C e 595 °C, nos tempos de permanência de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s, e 120 s e na taxa de aquecimento de 100 °C/min. Com isso, foram selecionados os respectivos gráficos e imagens das amostras, bem como os valores das viscosidades.

As amostras para o teste de compressão a quente apresentam dimensional cilíndrico, com diâmetro de 30 mm e altura de 30 mm, com adoção de um furo central (profundidade de aproximadamente 25 mm e diâmetro de 3,5 mm) para encaixe do termopar, conforme Figura 3.5 (b).

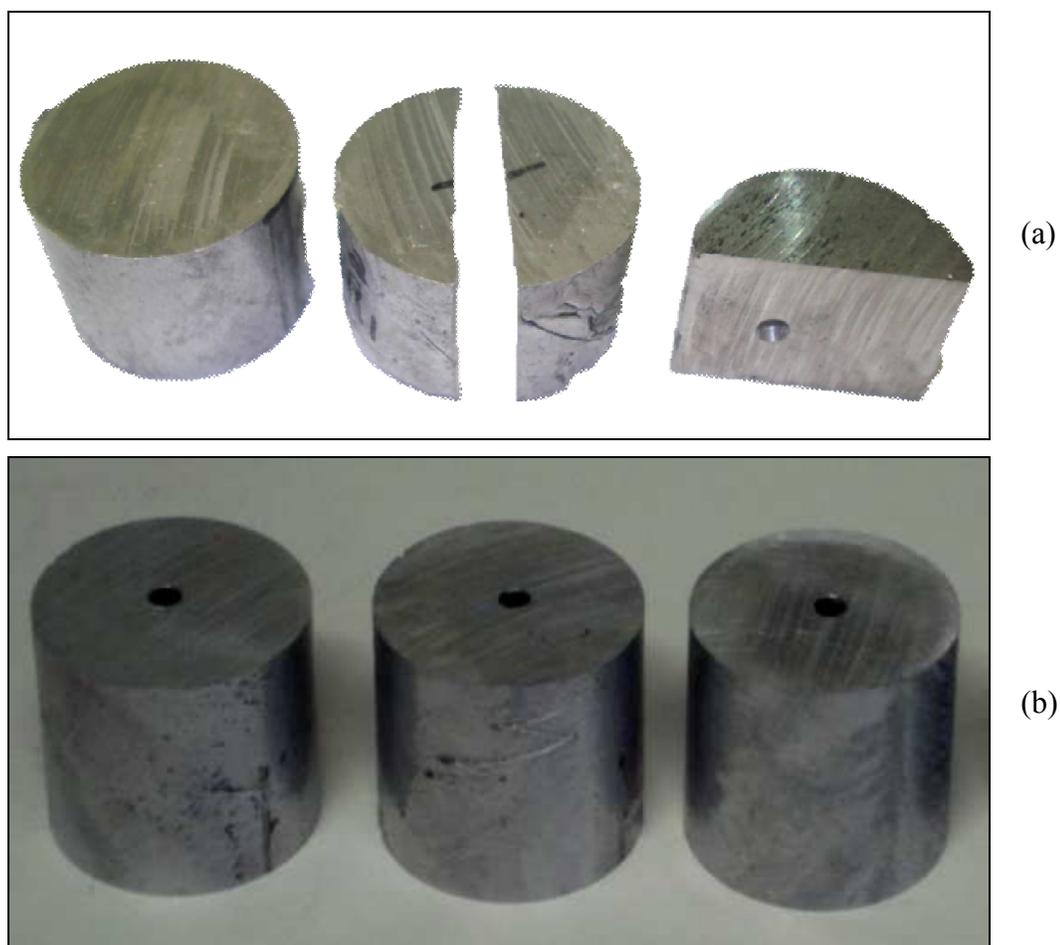


Figura 3.5: Fotografia das amostras: (a) semicirculares para realização do teste de reaquecimento; (b) cilíndricas para realização do teste de compressão a quente e posterior análise da viscosidade aparente.

Os testes de compressão a quente foram realizados em uma prensa KALATEC, conforme as imagens da Figura 3.6 (a) e (b), 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 descida do êmbolo. O êmbolo somente atinge a amostra na altura de 30 mm e o equipamento foi calibrado para impor uma deformação máxima da ordem de 83%.



(a)



(b)

Figura 3.6: Equipamentos utilizados nos ensaios de compressão a quente: (a) máquina de ensaios (TORRES, 2013); (b) detalhe da amostra posicionada para reaquecimento e posterior compressão.

Acoplado ao equipamento, há uma célula de carga para aferir a força aplicada (isolada da

placa metálica inferior da prensa por blocos cerâmicos de carbetto 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. A esta máquina, foi acoplada uma bobina do forno de indução, 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 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.

Como resultado dos testes 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, obtiveram-se os valores de viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento, como também tensão *versus* deformação de engenharia, para ser possível traçar os gráficos relativos.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Caracterização da Composição Química

Conforme comentado no item anterior (3 Procedimento Experimental), a caracterização da composição química da matéria-prima como fornecida foi realizada em dois espectrômetros de emissão óptica, modelos “SHIMADZU-PDA-7000” e “Bill-Oes-ANACOM Científica”, chamado de espectrômetro 1 e 2 respectivamente.

Na Tabela 4.1 estão os valores médios da composição química da liga A355.0, porcentagem em massa, realizada em cada equipamento. Todos os valores obtidos nas medições se enquadraram ao especificado, salientando que os valores da composição química do espectrômetro 1 apresentaram valores menores do que os do espectrômetro 2. O motivo desta pequena diferença deve-se possivelmente a precisão do equipamento, uma vez que o método de funcionamento, as amostras e a área analisada foram as mesmas. No entanto, em ambas as análises a composição química se enquadra rigorosamente dentro da especificação.

Tabela 4.1: Composição química especificada e obtida via espectrômetros de Emissão Óptica (em % peso).

Liga	Composição Química (% peso)								
	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ti	B	Al
Especificação	1.0~1.5	4.5~5.5	0.4~0.6	<= 0.35	<= 0.60	<= 0.50	<= 0.25	<= 0.30	Balanço
Espectrômetro 1	1.030	4.614	0.343	0.257	0.582	0.263	0.017	-	Balanço
Espectrômetro 2	1.240	5.0	0.435	0.255	0.767	0.276	0.017	0.0001	Balanço

## 4.2 Caracterização Termodinâmica

A caracterização termodinâmica tem como objetivo determinar as temperaturas *solidus*, temperaturas *liquidus* e temperaturas de trabalho a ser empregadas nas outras etapas deste estudo, como o tratamento térmico de globularização e nos ensaios de compressão a quente.

A caracterização termodinâmica da liga A355.0 foi realizada com base nos resultados de simulação computacional, com uso do *software* Thermo-Calc®, ensaios de DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial) e de DTA (Análise Térmica Diferencial), os quais são os métodos mais utilizados pela indústria como um todo.

A simulação via *software* Thermo-Calc® descreve o comportamento do material em função da temperatura, analisando toda a transformação do estado líquido (fl=100%) até o estado sólido (fl=0%). Nessas simulações os dados obtidos são as curvas de fração líquida *versus* temperatura. Na Figura 4.1 verifica-se a curva de fração líquida *versus* temperatura obtida por meio de *software*. Porém, o Thermo-Calc® não fornece o comportamento da cinética da reação, pois considera a condição termodinâmica de não-equilíbrio de *Scheil*. Sendo assim, a cinética da reação foi avaliada através dos ensaios de DSC e DTA.

Os ensaios de DSC e DTA foram realizados para cinco taxas de aquecimento 5, 10, 15, 20 e 25 °C/min., para que com os dados fornecidos possibilitassem a construção das curvas de fração líquida *versus* temperatura para cada taxa de aquecimento. Na Figura 4.2 (a), por meio de ensaios via DSC, foram obtidas as curvas já mencionadas. E na Figura 4.2 (b) estão as curvas dos ensaios via ensaio DTA.

Essas curvas obtidas via ensaios de DSC e DTA, indicam o início e o término da fusão da liga A355.0. Por exemplo, na Figura 4.2 (a) a fusão inicia em torno de 550 °C e termina em torno de 640 °C. Além disso, essas curvas de fração líquida *versus* temperatura auxiliam na escolha da janela de trabalho a ser utilizada em tixoconformação, pois é de fácil visualização, bem como possibilita a identificação da faixa em que o eutético entrou em fusão. Essa região em que o eutético entra em fusão é chamada de “joelho” e é identificada, geralmente, pela primeira inflexão da curva. Não é recomendável trabalhar nessa faixa devido o difícil controle, na qual a variação de fração líquida é grande com a pequena variação da temperatura.

Para a liga em estudo, as curvas dos ensaios de DSC e DTA são crescentes com o aumento da temperatura, motivadas pelo acúmulo de energia térmica absorvida. Comparando as curvas das Figuras 4.2 (a) e (b) fica evidente que o aumento da taxa de aquecimento causa a diminuição da sensibilidade das curvas (curvas menos sinuosas), porém o ensaio de DSC é mais sensível que o ensaio de DTA, onde neste último, as curvas estão mais dispersas com o aumento da taxa de aquecimento.

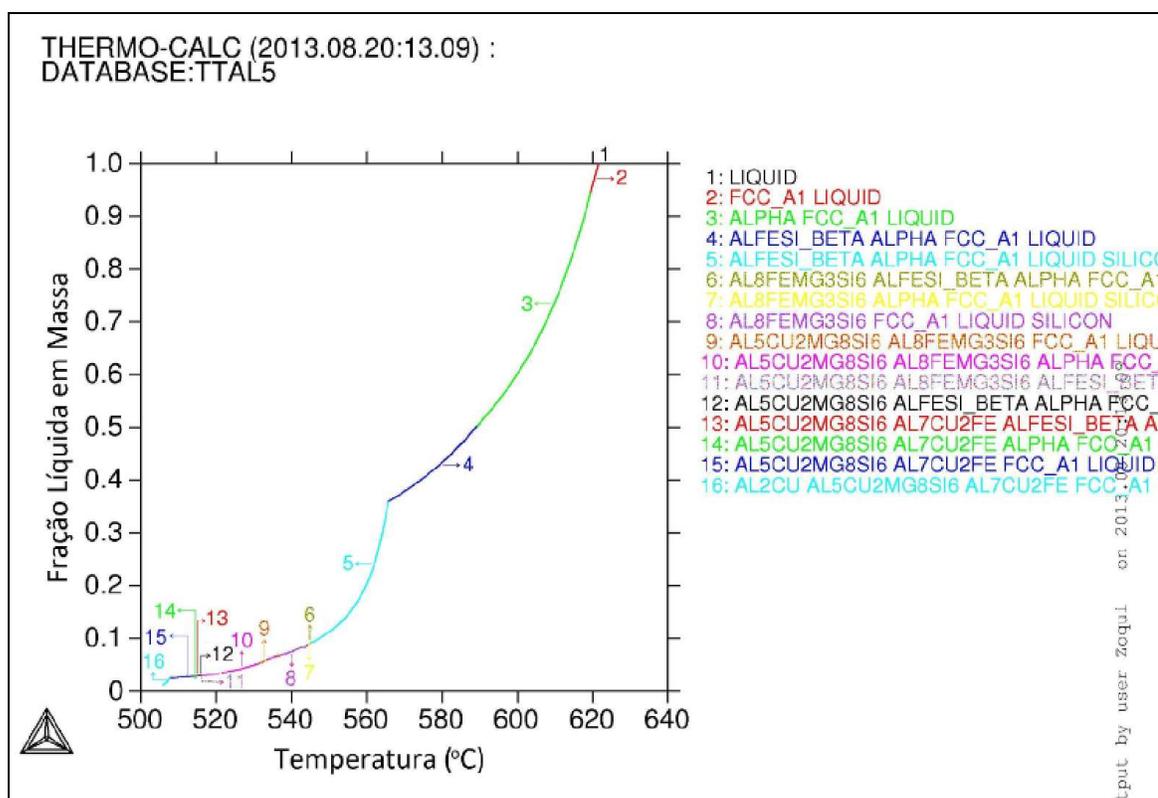
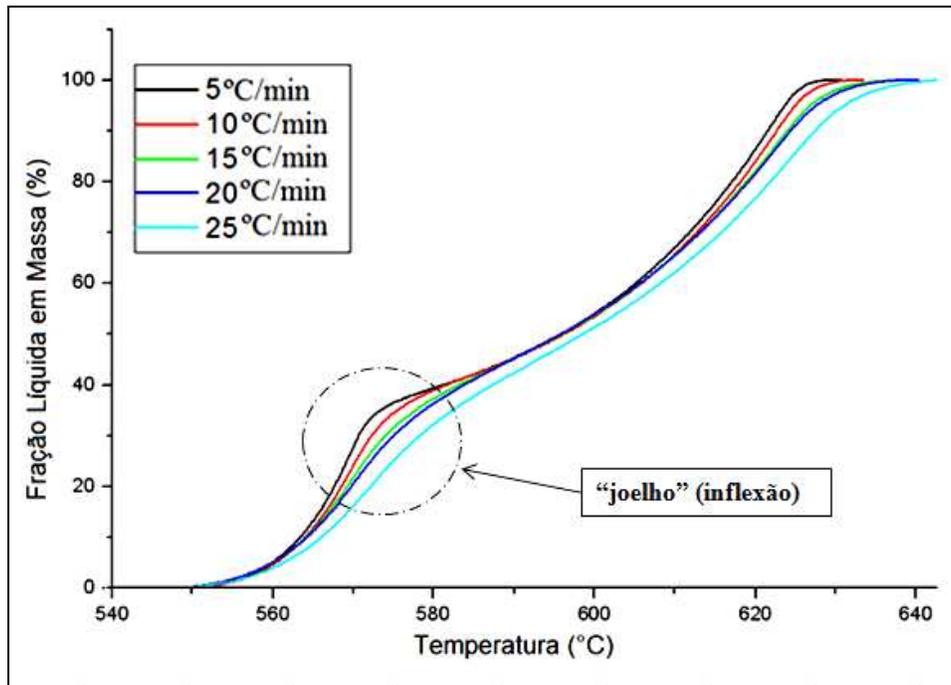
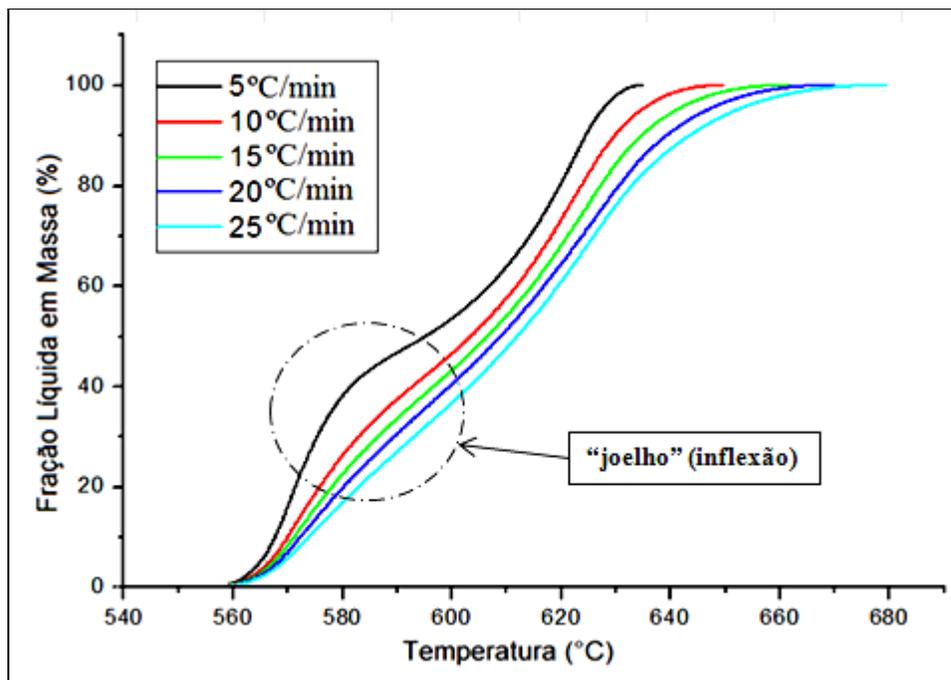


Figura 4.1: Curva da Fração Líquida em massa *versus* Temperatura estimada pelo *software* Thermo-Calc®.

Assim, para os três métodos utilizados é possível obter graficamente as temperaturas *solidus* e *liquidus* e as temperaturas de trabalho correspondentes as frações sólidas de 45% e 60%. Estas características explicadas serão abordadas também nos tópicos a seguir.



(a)



(b)

Figura 4.2: Curva da Fração Líquida em massa *versus* Temperatura: (a) obtida via ensaio de DSC; (b) via ensaio de DTA.

### 4.3 Análise dos Critérios Termodinâmicos da Tixoconformabilidade

A análise da tixoconformabilidade da liga A355.0 será realizada considerando os critérios termodinâmicos como o intervalo de solidificação, a fração líquida formada pela fusão da fase eutética e a sensibilidade da fração líquida com a temperatura ( $dFl / dT$ ) no interior da zona pastosa (ATKINSON, 2000).

#### 4.3.1 Intervalo de Solidificação

Um intervalo de solidificação adequado para se processar uma liga na tecnologia de tixoconformação está em torno de 130 °C (ATKINSON, 2000). Sendo assim, na Tabela 4.2, encontram-se os intervalos de solidificação da liga A355.0 por meio das simulações via *software* e dos ensaios de DSC e DTA para cada faixa de aquecimento.

Tabela 4.2: Intervalos de solidificação obtidos via *software*, DSC e DTA.

Método Utilizado		$T_{solidus}$ (°C)	$T_{liquidus}$ (°C)	$\Delta T_{sol}$ (°C)
Simulação <i>Software</i>	Thermo-Calc®	505	621	116
Ensaio DSC	5 °C/min.	550	631	81
	10 °C/min.	550	634	84
	15 °C/min.	550	640	90
	20 °C/min.	550	640	90
	25 °C/min.	550	643	93
Ensaio DTA	5 °C/min.	558	635	77
	10 °C/min.	558	650	92
	15 °C/min.	558	662	104
	20 °C/min.	558	672	114
	25 °C/min.	558	678	120

Pode-se notar que o método via simulação, Figura 4.1, apresenta um intervalo de solidificação de 116 °C, satisfatório ao critério mencionado, com temperaturas *solidus* e *liquidus* de 505 °C e 621 °C, respectivamente.

Os intervalos de solidificação para os ensaios de DSC e de DTA, no geral, apresentaram uma reação semelhante. Conforme as Figuras 4.2 (a) e (b), como já explicado, quanto maior a taxa de aquecimento, maior também é o seu intervalo de solidificação, ou seja, a curva tende a se deslocar para a esquerda. Uma possível explicação para tal efeito é o comportamento da cinética da reação, que também fica maior com o aumento da taxa de aquecimento. Ou seja, a dificuldade em fornecer energia térmica para a liga é muito grande que a sua curva se desloca para a direita, afetando o intervalo de solidificação. Outra característica interessante é a região de inflexão que as curvas de taxa de aquecimento baixas possuem e que tendem a ir diminuindo com a elevação da mesma.

No ensaio de DSC a temperatura *solidus* é a mesma entre as diversas taxas de aquecimento (550 °C) diferenciando apenas entre as temperatura *liquidus*. O mesmo efeito aconteceu com o ensaio de DTA, porém, com valor diferente para a temperatura *solidus* (558 °C).

Sendo assim, os intervalos de solidificação para o ensaio de DSC (93 °C para a condição de aquecimento de 25 °C/min.) e de DTA (120 °C para a condição de aquecimento de 25 °C/min.) também são satisfatórios ao critério citado na literatura, no qual este intervalo tende a subir com a elevação da taxa de aquecimento, uma vez que na indústria é usual a utilização da taxa de aquecimento da ordem de 100 °C/min.

#### **4.3.2 Fração Líquida Formada pela Fusão da Fase Eutética**

A formação de líquido ocasionado pela fusão do constituinte eutético influencia no controle do processo de tixoconformação, principalmente no caso de aumento de temperatura, pois o líquido dificulta a manipulação da liga que deverá estar no seu estado semissólido. Assim, é recomendado trabalhar com uma faixa de fração líquida (*f<sub>l</sub>*) na temperatura eutética entre 0,3 até 0,5 (ATKINSON, 2000).

Na Figura 4.1, “curva da fração líquida *versus* temperatura estimada pelo *software* Thermo-Calc®”, na transição entre as curvas 4 e 5, representa a região do que chamamos de “joelho”, com fração líquida de 0,35 a aproximadamente 565 °C. Em outras palavras, pode-se dizer que após a temperatura de 565 °C, provavelmente o eutético já tenha fundido caracterizando o início da faixa ideal para se trabalhar com o processo de conformação de semissólidos.

Esse efeito também pode ser observado nos ensaios de DSC e DTA, conforme as Figuras 4.2 (a) e (b), respectivamente. A temperatura de trabalho é identificada logo após a inflexão das curvas de cada ensaio, mais notável para taxas de aquecimento menores, como por exemplo, a 5 °C/min., ou ainda mais pronunciado para os ensaios de DSC.

O grupo de estudo de tixoconformação do DEF/FEM/UNICAMP convencionou trabalhar com duas frações líquidas para melhor avaliar o seu comportamento no estado semissólido. Estas frações líquidas são os extremos que representam o comportamento da liga, ou seja, a faixa ideal recomendada para obtenção de melhores resultados. A escolha destas frações é motivada pela recomendação da literatura, bem como o interesse em avaliar os processos por tixoforjamento. Determinada as frações líquidas de trabalho, as respectivas temperaturas são identificadas nas curvas obtidas pelos métodos utilizados para análise da caracterização termodinâmica. Para a liga A355.0 as frações líquidas escolhidas foram de 0,4 e 0,55.

As temperaturas obtidas por meio de simulação via *software* Thermo-Calc® são mais precisas do que as dos ensaios de DSC e DTA. Tal fato foi comprovado por meio de diversos ensaios práticos realizados pelo grupo de tixoconformação do DEF/FEM/UNICAMP (BENATI, 2008; TORRES, 2009; PRONI, 2010 e TORRES, 2013). Outro motivo pela escolha das temperaturas via simulação é auxiliar a indústria na adoção de métodos computacionais, focando em redução de tempo e de custos durante a etapa de desenvolvimento.

Portanto, para os testes de reaquecimento e de compressão a quente será utilizado fração sólida de 45% (ou  $f_l = 0,55$ ) e 60% (ou  $f_l = 0,40$ ) para as temperaturas de 595 °C e 575 °C, respectivamente.

### 4.3.3 Sensibilidade da Fração Líquida com a Temperatura ( $df_l / dT$ )

Assim como na fração líquida formada durante a fusão da fase eutética, a sensibilidade da fração líquida é de extrema importância no controle do processamento da liga no estado semissólido. Essa sensibilidade deve ser reduzida com o aumento da temperatura para permitir um controle adequado da pasta. É recomendado trabalhar com uma faixa de  $df_l / dT$  na fração líquida de 40%, menores que  $0,03 \text{ K}^{-1}$  (LIU, 2005).

Aplicando a derivada nas curvas obtidas pela simulação numérica Thermo-Calc®, podem-se encontrar curvas de sensibilidade  $df_l/dT$  *versus* Temperatura, conforme a Figura 4.3. Da mesma maneira, é aplicada a derivada nas curvas obtidas nos ensaios de DSC e DTA, determinando-se as curvas de sensibilidade  $df_l/dT$  *versus* Temperatura, conforme as Figuras 4.4 (a) e (b), respectivamente.

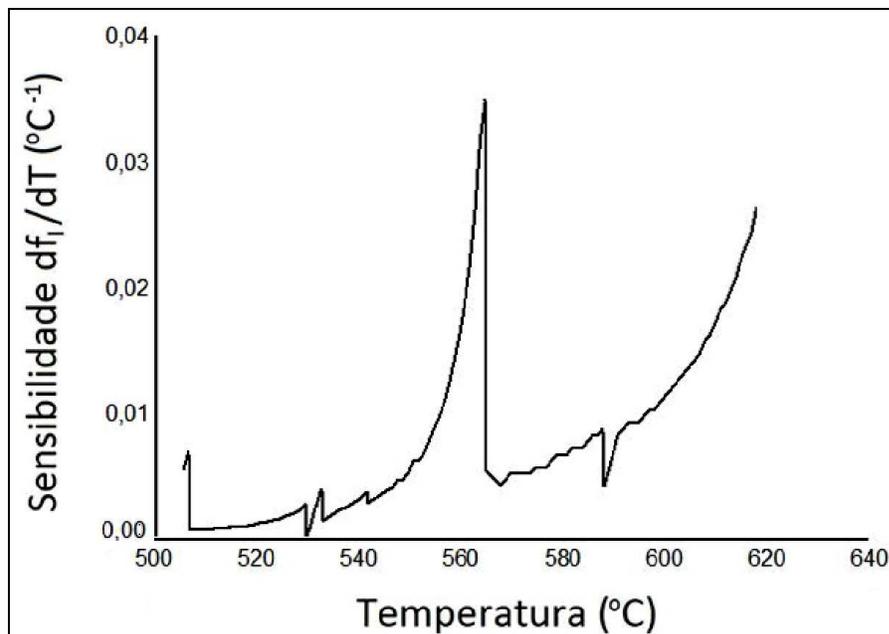
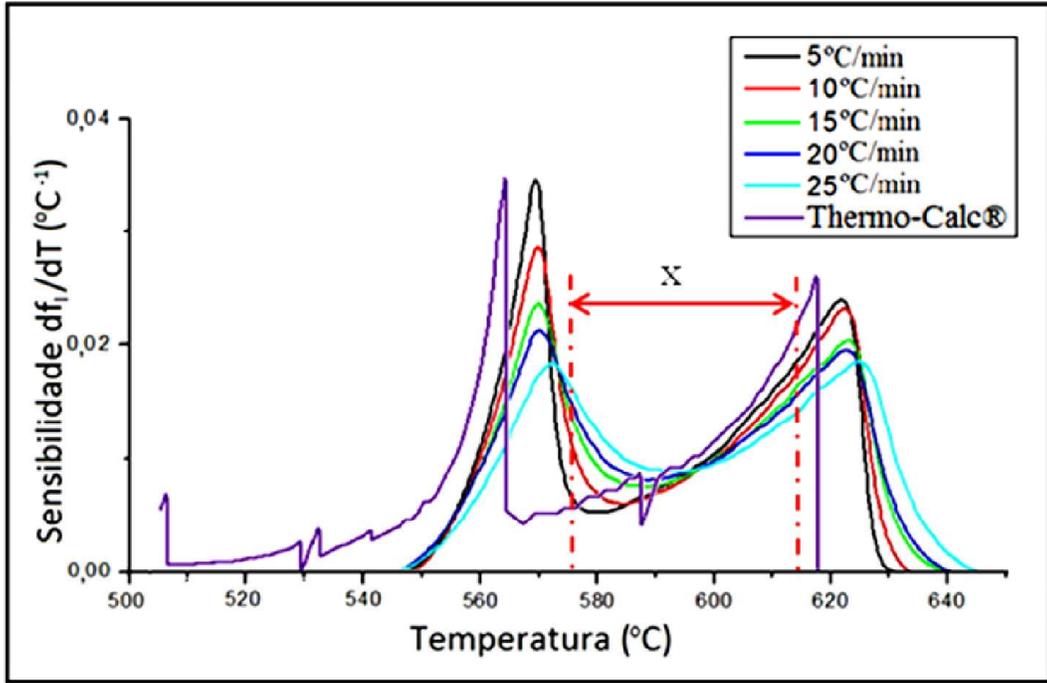
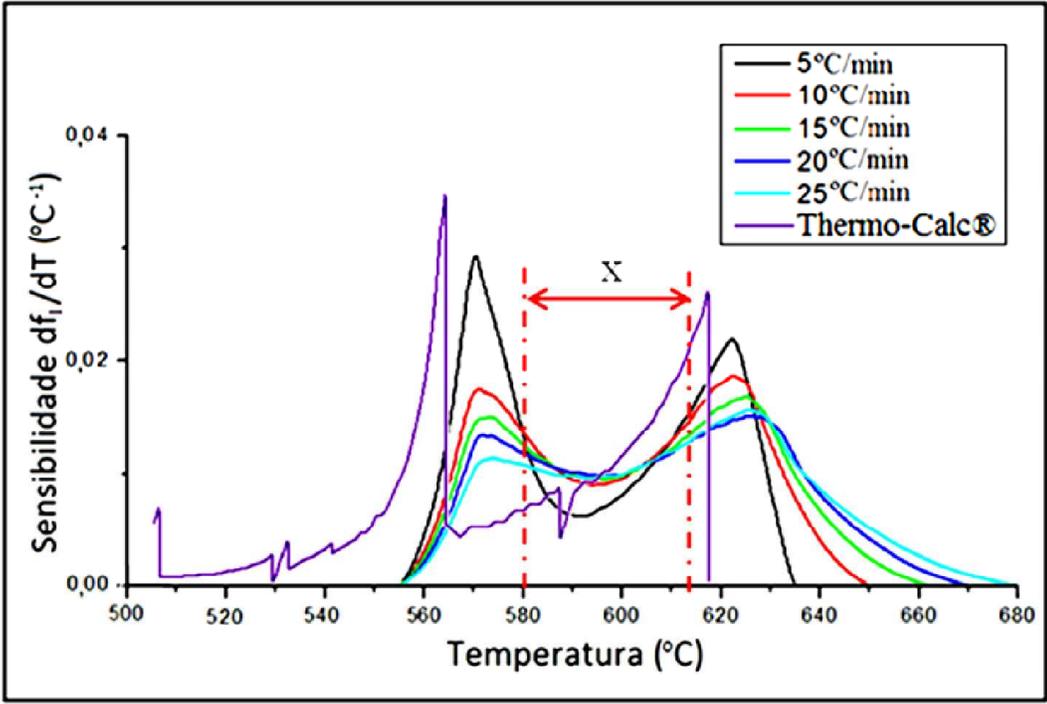


Figura 4.3: Curva de Sensibilidade ( $df_l/dT$  *versus* Temperatura) obtida por simulação Thermo-Calc®.



(a)



(b)

Figura 4.4: Curvas de Sensibilidade ( $df_i/dT$  versus Temperatura): (a) obtida via ensaio de DSC versus Thermo-Calc®; (b) via ensaio de DTA versus Thermo-Calc®.

Por motivo didático e a título de comparação, a curva obtida através da simulação numérica Thermo-Calc® (Figura 4.3), foi inserida nas Figuras 4.4 (a) e (b) e identificada pela cor roxa.

Como citado anteriormente, a literatura recomenda trabalhar com a liga na fração líquida de 40%, apresentando sensibilidade menores que  $0,03 \text{ K}^{-1}$ , ou seja, aumentando  $1 \text{ }^\circ\text{C}$  na temperatura durante o processo tolera-se variações de fração sólido-líquido menores que 3%.

Analisando a Figura 4.4 (a), os dois picos apresentados são regiões instáveis, na qual qualquer variação na temperatura durante o processo tende a grandes alterações na sensibilidade ( $dFl/dT$ ), dificultando assim o controle do processo. Portanto, recomenda-se trabalhar com a liga A355.0 na região intermediária a estas curvas, ou seja, a aproximadamente  $575 \text{ }^\circ\text{C}$  até  $605 \text{ }^\circ\text{C}$  (região identificada entre duas retas pontilhadas “x”). O mesmo critério pode ser identificado para as outras figuras ou métodos investigados, os quais apresentaram uma pequena diferença entre as temperaturas que são motivadas pela particularidade de cada método, como explicado no item anterior. Assim, como ocorreu nas curvas da fração líquida em massa *versus* temperatura (Figuras 4.2 (a) e (b)), obtidas via ensaios de DSC e DTA, essas curvas de sensibilidade ( $dfl/dT$ ) *versus* temperatura (Figuras 4.4 (a) e (b)) ficaram mais pronunciadas para taxas de aquecimento menores, ou seja, apresentaram picos maiores (ou maiores valores de sensibilidade).

Tabela 4.3: Valores de Sensibilidade conforme respectivo método de obtenção e taxa de aquecimento em função da temperatura.

<b>Método Utilizado</b>		<b>T<sub> Joelho (565 °C) °C<sup>-1</sup></sub></b>	<b>T<sub> trabalho (575 °C) °C<sup>-1</sup></sub></b>	<b>T<sub> trabalho (595 °C) °C<sup>-1</sup></sub></b>
Simulação	Thermo-Calc®	0,00462	0,00577	0,00923
Ensaio DSC	5 °C/min.	0,01969	0,00719	0,00844
	10 °C/min.	0,01844	0,01219	0,00813
	15 °C/min.	0,01594	0,01438	0,00844
	20 °C/min.	0,01469	0,01531	0,00875
	25 °C/min.	0,01156	0,01688	0,00906
Ensaio DTA	5 °C/min.	0,01406	0,02125	0,00656
	10 °C/min.	0,00906	0,01625	0,00875
	15 °C/min.	0,00781	0,01438	0,00906
	20 °C/min.	0,00625	0,01281	0,00969
	25 °C/min.	0,00563	0,01125	0,00938

Portanto, os valores encontrados estão dentro do recomendado para as faixas de temperatura que a liga A355.0 será trabalhada (temperaturas do “joelho” e duas temperaturas de trabalho), conforme Tabela 4.3, ou seja, os valores de sensibilidade ( $df/dT$ ) são menores que  $0,03\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  (LIU, 2005).

#### **4.4 Fabricação dos Lingotes da Liga A355.0**

Os lingotes foram produzidos com a técnica de refinador de grãos e agitação eletromagnética. Esta técnica escolhida caracteriza-se como uma técnica de fácil aplicação industrial e de custo relativamente baixo devido a sua simplicidade.

Na Figura 4.5 estão os lingotes produzidos, onde em suas superfícies apresentaram rugosidade e porosidade, mas nada que comprometa os estudos realizados, bem como, interfira em processos de tixotomização.



Figura 4.5: Lingotes produzidos com a técnica de refinador de grãos e agitação eletromagnética.

#### **4.5 Caracterização Macro e Microestrutural**

Conforme já explicado anteriormente, entende-se caracterização macroestrutural, a metalografia colorida, e a caracterização microestrutural, a metalografia convencional.

A caracterização macro e microestrutural foram realizadas para a matéria-prima como fornecida, para o tratamento térmico de globularização (teste de reaquecimento) e para o comportamento reológico (teste de compressão a quente), obtendo resultados conforme os itens a seguir.

#### 4.5.1 Caracterização Macro e Microestrutural da Matéria-Prima

Foi realizada a caracterização macro e microestrutural da matéria-prima, como fornecida, com o intuito de comparação da evolução da estrutura da liga A355.0, desde o formato de sua microestrutura até o tamanho médio de grãos. Na Figura 4.6 (a) estão as imagens da macrografia e na 4.6 (b) da micrografia, ambas da liga A355.0, conforme fornecida.

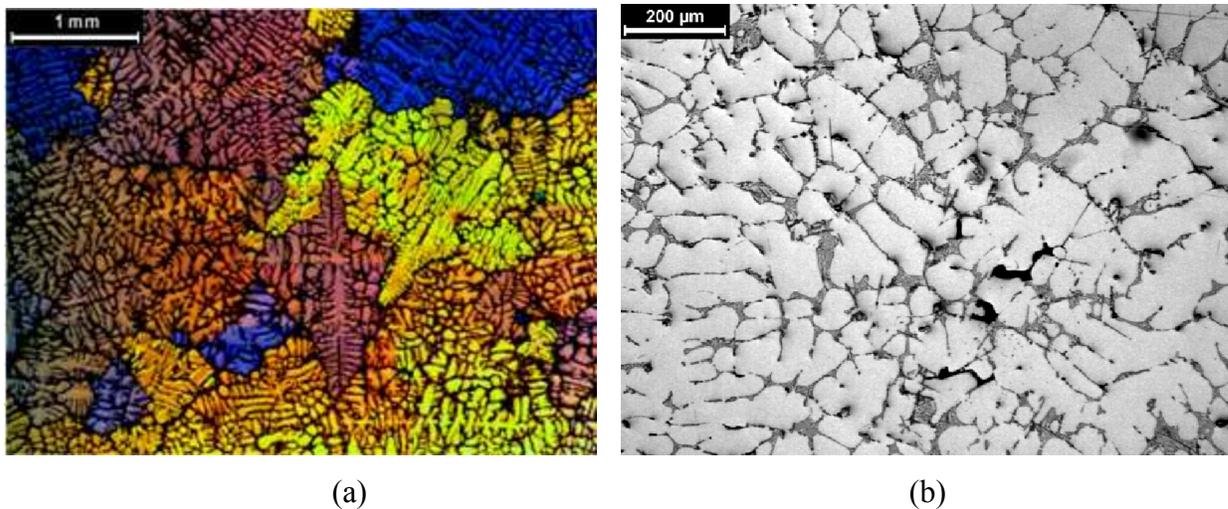


Figura 4.6: Caracterização da matéria-prima (A355.0) conforme fornecida: (a) macrografia; (b) micrografia.

Para a formação da Figura 4.6 (a) foi necessário realizar montagem de várias imagens devido o tamanho excessivamente grande dos grãos. Foi necessário também alterar a escala da foto para a grandeza milímetro. Os grãos da matéria-prima da liga A355, como fornecida, são excessivamente grandes, apresentando tamanho de aproximadamente  $1,13 \pm 0,43$  mm e possuem estrutura grosseira dentrítica. Na Figura 4.6 (b) podem ser observados os glóbulos da fase primária, referente a uma determinada área de um dos grãos que compõe a imagem 4.6 (a), comprovando a estrutura grosseira.

#### **4.5.2 Caracterização Macro e Microestrutural dos Lingotes**

A técnica utilizada para produção dos lingotes foi a de adição de refinador de grãos juntamente com a agitação eletromagnética. Para verificação de como tais ferramentas se comportaram na estrutura da liga A355.0 foi realizada também a caracterização macro e microestrutural dos lingotes. A Figura 4.7 apresenta as imagens obtidas na microestrutura do material com a adição do refinador de grão e agitação eletromagnética.

Com o auxílio do microscópio óptico com luz polarizada, foi possível obter imagens para determinação do tamanho médio dos grãos. Esse método considerado mais eficaz utiliza-se de diferentes cores, possibilitando identificar orientações cristalinas diferentes, ou seja, grãos distintos.

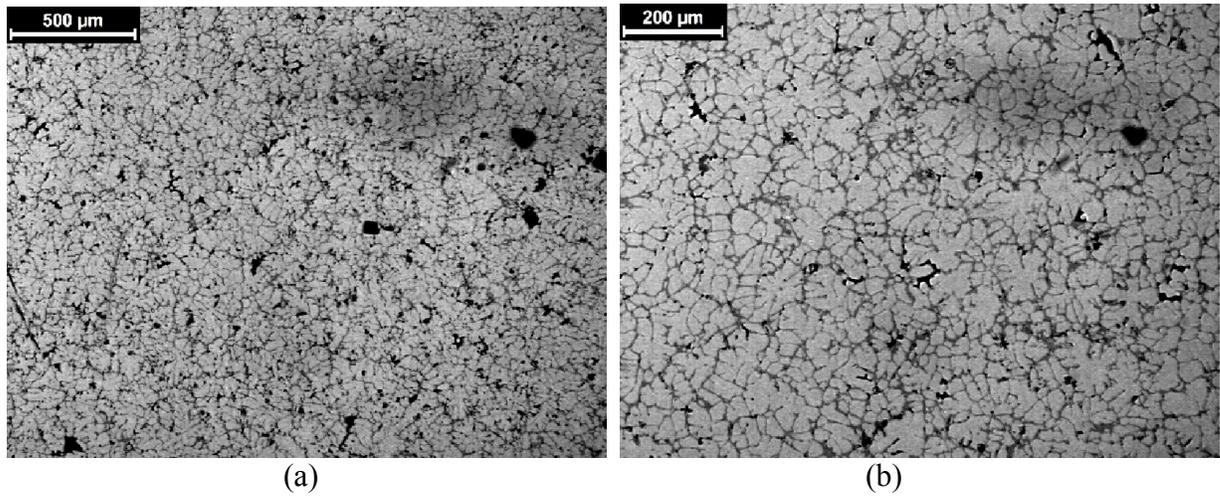


Figura 4.7: Caracterização da liga A355.0 com a adição de refinador de grãos e agitação eletromagnética: (a) e (b) micrografia em diferentes ampliações.

A Figura 4.8 apresenta as imagens obtidas na macroestrutura do material com a adição do refinador de grão e agitação eletromagnética.

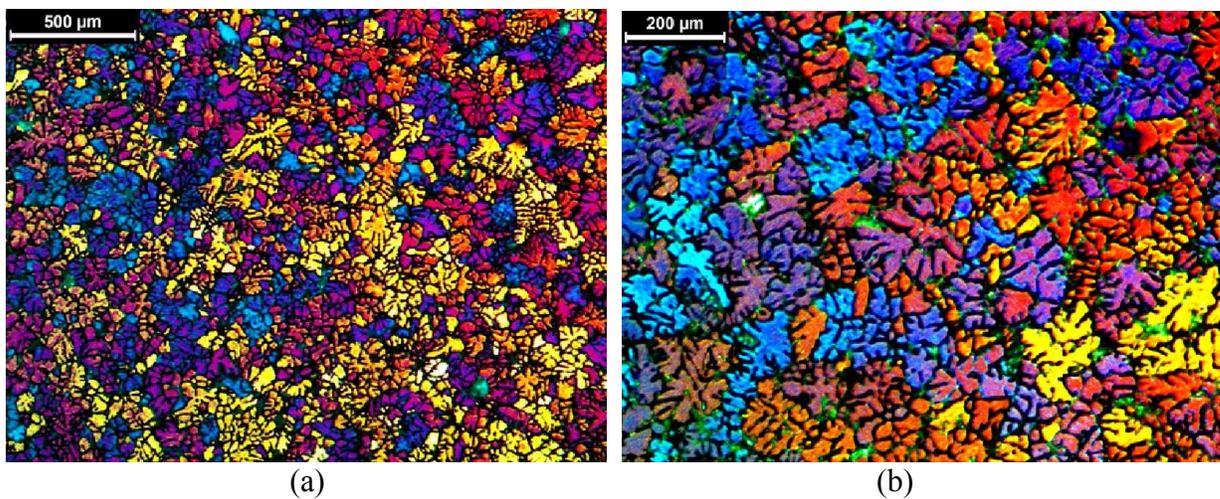


Figura 4.8: Caracterização da liga A355.0 com a adição de refinador de grãos e agitação eletromagnética: (a) e (b) macrografia em diferentes ampliações.

Tabela 4.4: Valores de tamanho médio de grão, de glóbulo primário, circularidade e relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo do lingote com adição de refinador de grão e agitação eletromagnética.

<b>Tamanho Médio de Grão (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Tamanho Médio de Glóbulo Primário (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Circularidade Média</b>	<b>Relação Tamanho de Grão/Tamanho de Glóbulo</b>
136 $\pm$ 28	38 $\pm$ 7	0,26 $\pm$ 0,13	3,56 $\pm$ 0,95

Foram obtidos a circularidade média e o desvio padrão médio para cada imagem colorida, e em seguida, calculado a circularidade média total e o seu respectivo desvio padrão. Para obtenção destes valores foi utilizado o *software* ImageJ 1.47t.

Na Tabela 4.4 estão os respectivos valores de tamanho médio de grão, tamanho médio de glóbulo primário, circularidade média e relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo.

Nota-se nas imagens da Figura 4.7 e 4.8 que a microestrutura dos lingotes apresentou resultado satisfatório em relação à microestrutura da matéria-prima. Os grãos da microestrutura dos lingotes foram significativamente refinados, no qual seu tamanho diminuiu de 1,13 $\pm$ 0,43 mm (matéria-prima) para 136 $\pm$ 28  $\mu\text{m}$  (lingotes). Outro fator muito importante a ser observado é o formato dos grãos, conhecido como rosetas (microestrutura intermediária entre uma estrutura dendrítica e outra globular), a partir da qual pode ser observado claramente na Figura 4.8 (b). Com isso o material poderá apresentar maior tendência a globularização no tratamento térmico posterior, melhorando as propriedades estruturais para aplicação da tecnologia de processamento de tixoconformação.

#### **4.5.3 Caracterização Macro e Microestrutural do Reaquecimento**

O reaquecimento nada mais é do que um tratamento térmico de globularização, e conforme o item 3.6 do capítulo 3, o teste de reaquecimento é objetivado com o intuito de avaliar a estabilidade do material a altas temperaturas. O teste ocorreu conforme os parâmetros do item 3.6

no capítulo 3, frações sólidas de 45% e 60%; nas temperaturas de 595 °C e 575 °C, respectivamente; nos tempos de permanência de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s e 120 s e para uma única taxa de aquecimento, 100 °C/min.

A Figura 4.9 apresenta as imagens obtidas na macroestrutura do material, com a adição de refinador de grão e agitação eletromagnética, conforme os parâmetros mencionados. A Figura 4.10 mostra as imagens da microestrutura.

As Figuras 4.9 e 4.10 evidenciaram que a microestrutura que antes era em formato de rosetas, agora está globularizada em sua grande maioria, esta mudança possivelmente tem relação com o efeito por *Ostwald Ripening* durante a primeira etapa de reaquecimento e, em seguida, pelo efeito da coalescência. Confrontando-se a matéria-prima como fornecida, a alta fração líquida facilitou o processo de difusão de soluto, dando origem ao engrossamento da região entre grãos. Mas analisando entre si ( $f_s=45\%$  versus  $f_s=60\%$ ) não apresentaram diferenças em relação ao contorno. Na Tabela 4.5 estão os valores dos tamanhos médios de grãos e glóbulos primários, bem como a circularidade média e por fim a relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo.

Tabela 4.5: Valores de tamanho médio de grão, de glóbulo primário, de circularidade e relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo das amostras após o reaquecimento.

Condição		Tamanho Médio de Grão ( $\mu\text{m}$ )	Tamanho Médio de Glóbulo Primário ( $\mu\text{m}$ )	Circularidade Média	Tamanho de Grão / Tamanho de Glóbulo
575°C $f_s=(60\%)$	0 s	108 ± 23	67 ± 12	0,60 ± 0,20	1,62 ± 0,45
	30 s	114 ± 28	67 ± 10	0,56 ± 0,20	1,70 ± 0,49
	60 s	114 ± 27	75 ± 14	0,58 ± 0,19	1,54 ± 0,46
	90 s	115 ± 31	78 ± 14	0,60 ± 0,19	1,48 ± 0,48
	120 s	117 ± 31	72 ± 11	0,59 ± 0,19	1,62 ± 0,50
595°C $f_s=(45\%)$	0 s	122 ± 28	73 ± 12	0,55 ± 0,19	1,67 ± 0,48
	30 s	119 ± 33	74 ± 12	0,58 ± 0,19	1,61 ± 0,52
	60 s	112 ± 29	78 ± 14	0,59 ± 0,19	1,45 ± 0,45
	90 s	110 ± 20	77 ± 11	0,59 ± 0,18	1,44 ± 0,33
	120 s	119 ± 24	77 ± 13	0,62 ± 0,19	1,54 ± 0,41

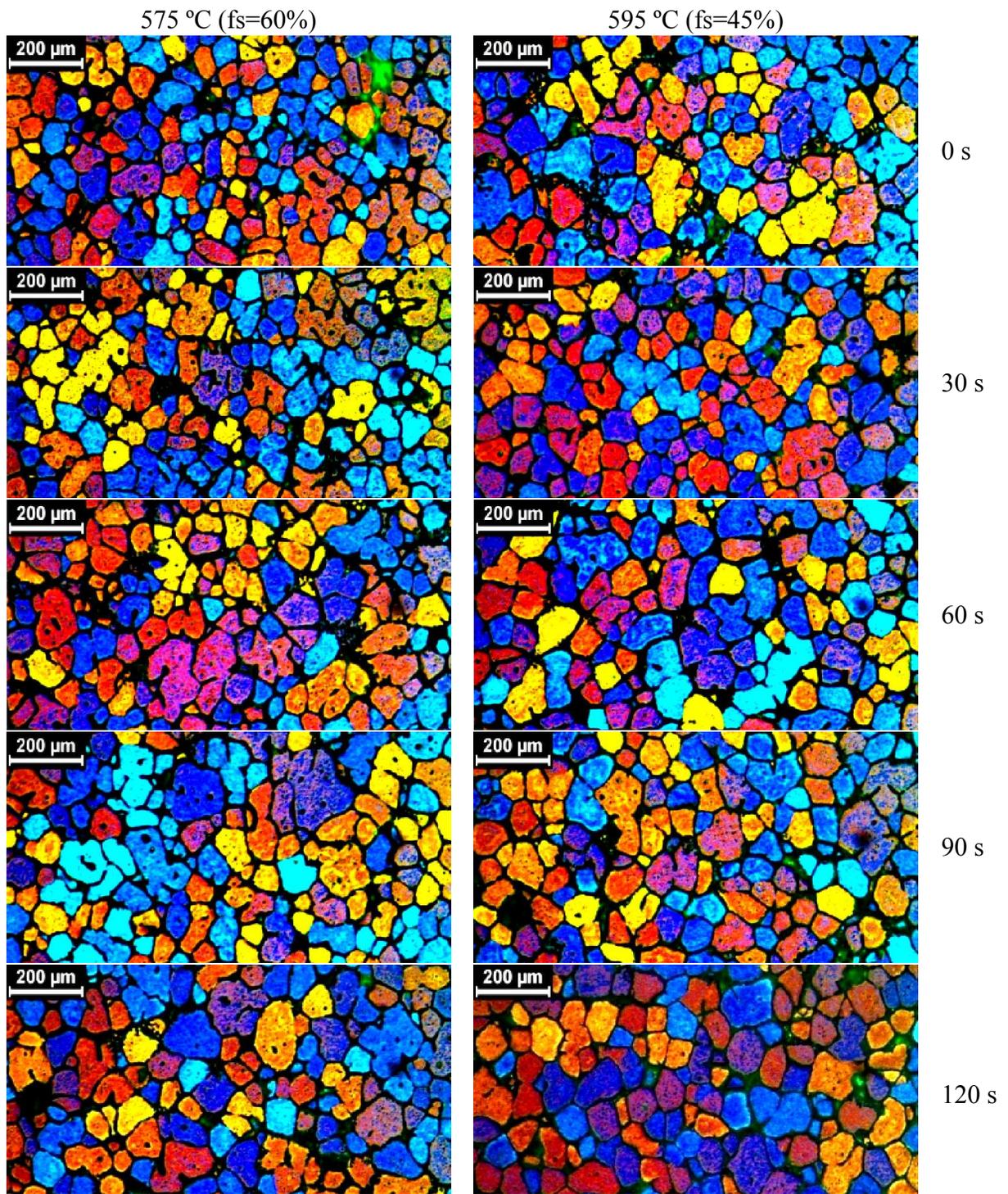


Figura 4.9: Macrografia da liga A355.0 reaquecida nos tempos de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s e 120 s com fs=60% e fs=45% (100 °C/min.).

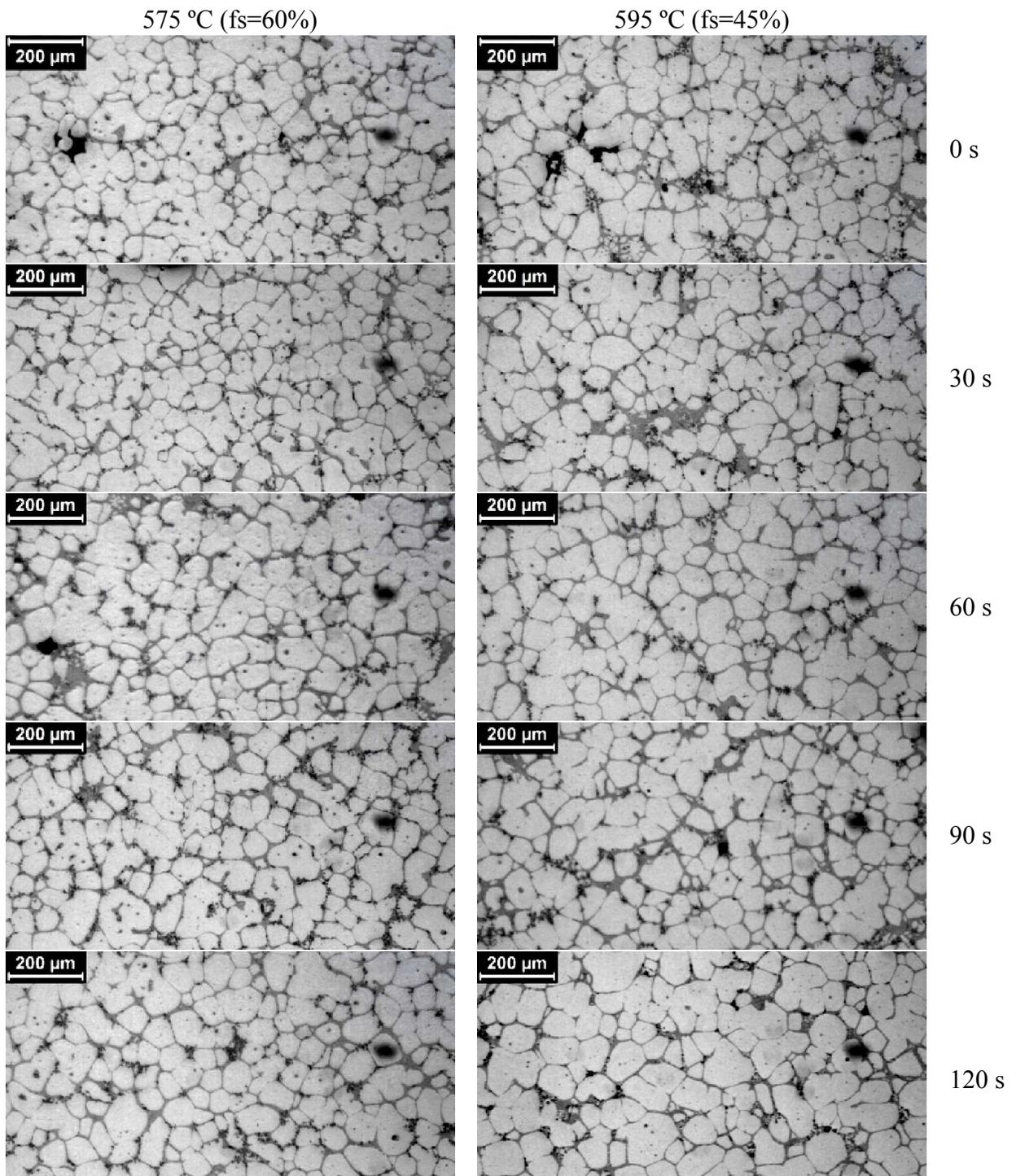


Figura 4.10: Micrografia da liga A355.0 reauecida nos tempos de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s e 120 s com fs=60% e fs=45% (100 °C/min.).

Na Tabela 4.5 verifica-se a existência de valores de desvio padrão estável para o tamanho médio de grão, tamanho médio de glóbulo primário e circularidade média, comprovando a homogeneidade da liga A355.0 e do processo de caracterização.

Em relação ao tamanho médio de glóbulo primário, a fração sólida de 60% (575 °C) possui valores menores se comparados com a fração sólida de 45%, contrariando os resultados de alguns estudos já realizados pelo grupo de tixoconformação. Porém, essa pequena variação entre as frações sólidas (não ultrapassa 11  $\mu\text{m}$  entre o menor e o maior valor) não é significativa devido ao desvio padrão, bem como é considerada pequena para o trabalho em conformação para materiais semissólidos.

Conforme o gráfico da Figura 4.11, se avaliar individualmente cada temperatura de reaquecimento, ou cada fração sólida, verifica-se que o tamanho médio de glóbulo primário tende a permanecer estável, deixando evidente a não dependência do tempo de permanência no reaquecimento.

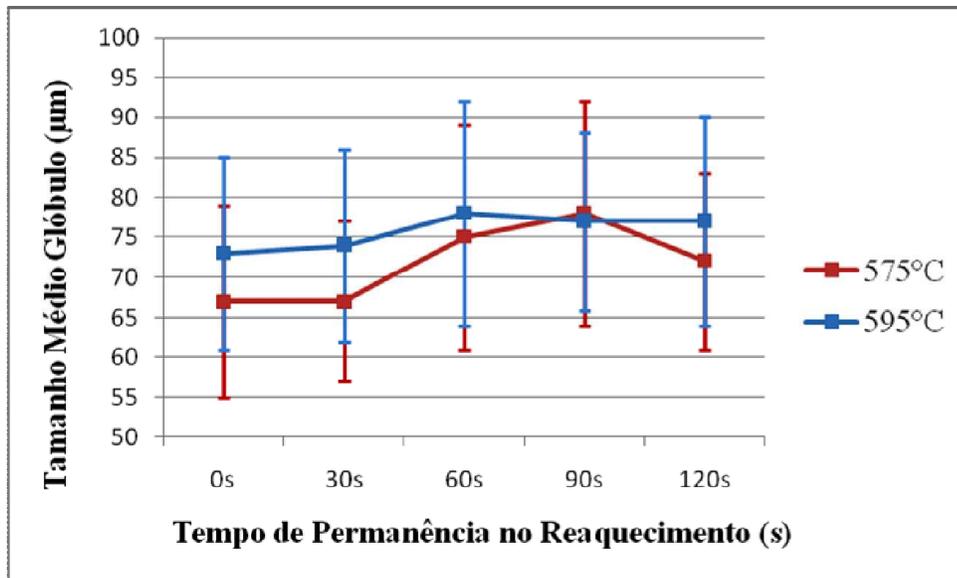


Figura 4.11: Comparativo do Tamanho Médio de Glóbulo *versus* Tempo de Permanência para cada Temperatura de Reaquecimento.

Em relação ao gráfico da Figura 4.12, o tamanho médio de grãos da liga A355.0 comportou-se de maneira semelhante ao tamanho médio dos glóbulos primários, ou seja, são estáveis e com tamanhos médios de grãos aproximados entre  $f_s=60\%$  ( $575\text{ }^\circ\text{C}$ ) e  $f_s=45\%$  ( $595\text{ }^\circ\text{C}$ ). Portanto, o tamanho médio de grãos independe do tempo de permanência no reaquecimento, mas com uma leve evidência do efeito de coalescência e *Ostwald Ripening*, embora sejam dependentes do tempo de permanência da liga à temperatura de tratamento térmico.

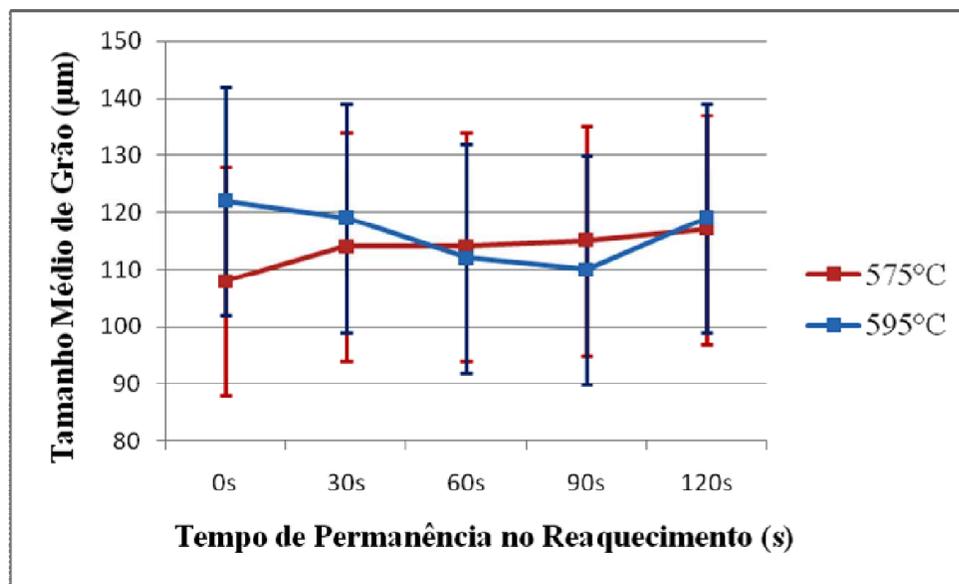


Figura 4.12: Comparativo do Tamanho Médio de Grão *versus* Tempo de Permanência para cada Temperatura de Reaquecimento.

No gráfico da Figura 4.13 mostra o comportamento da relação tamanho médio de grão/tamanho médio de glóbulo, no qual as frações entre si e individualmente são estáveis em relação ao tempo de permanência no reaquecimento, consequência dos valores obtidos para o tamanho médio de grãos e glóbulos primários, comentados com base nos gráficos das Figuras 4.11 e 4.12.

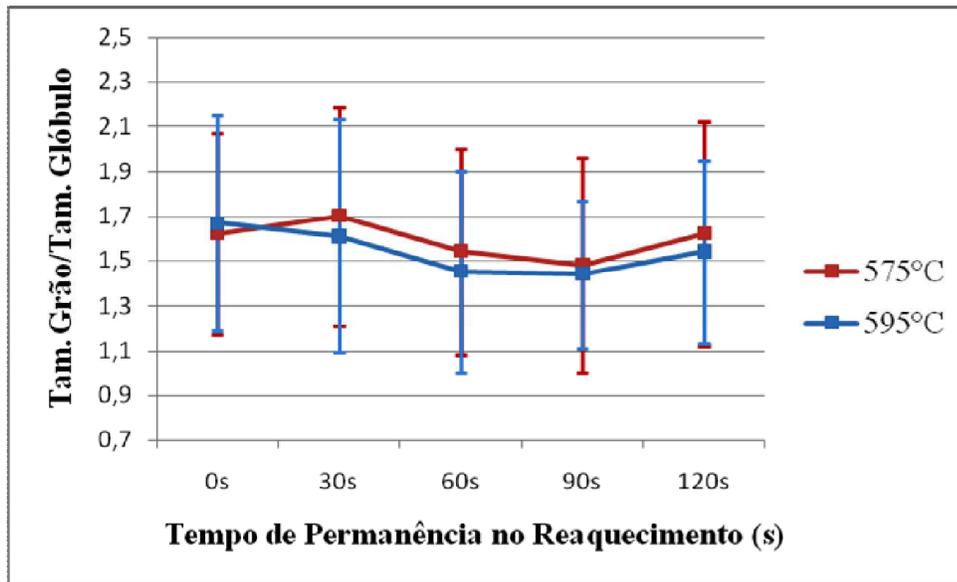


Figura 4.13: Comparativo da relação Tam. Médio de Grão/Tam. Médio de Glóbulo *versus* Tempo de Permanência para cada Temperatura de Reaquecimento.

E por fim, o gráfico da Figura 4.14 apresenta os valores da circularidade média para as frações sólidas de 60% e 45% também muito próximos entre si e com tendência a permanecerem estáveis sem influência do tempo no reaquecimento.

No geral, todos esses valores provavelmente explicam o comportamento que a liga A355.0 apresentou, tanto para as diferentes temperaturas ou frações sólidas, quanto para os tempos de permanência. Esses valores ou resultados demonstraram que se o material for apenas reaquecido poderá apresentar características ideais para o emprego em processo de tixoconformação.

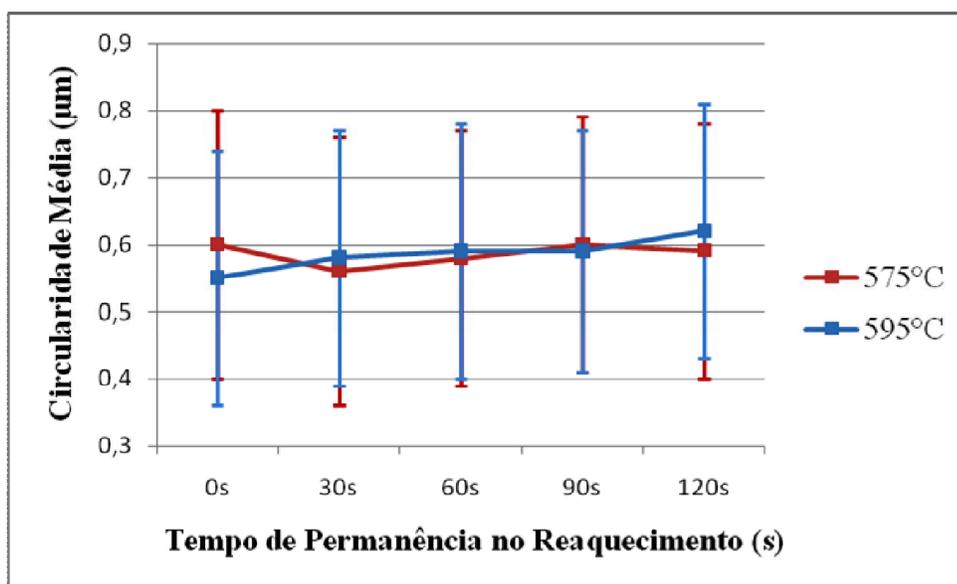


Figura 4.14: Comparativo da Circularidade Média *versus* Tempo de Permanência para cada Temperatura de Reaquecimento.

Como já explicado no item 3.6, a adoção do valor de 100 °C/min. como taxa de aquecimento nos testes de reaquecimento e compressão a quente, motiva-se pela prática utilizada nas indústrias metalúrgicas. Para os ensaios de DSC e DTA as taxas de aquecimento foram de 5 °C/min. até 25 °C/min., devido à faixa característica na qual o equipamento atua. Porém, pelo comportamento das curvas de DSC e DTA das Figuras 4.2 (a) e (b), o aumento da taxa de aquecimento faz com que as curvas se desloquem da esquerda para a direita, com intervalos de solidificação satisfatórios, hipótese esta que justificou a desnecessidade de utilização de outra taxa de aquecimento para os testes realizados.

#### 4.6 Caracterização do Comportamento Reológico

O comportamento reológico da liga A355.0 será analisado na determinação da viscosidade aparente no seu estado semissólido. Para isso foram utilizados os mesmos parâmetros do teste de

reaquecimento, ou seja, por meio de testes de compressão a quente nas temperaturas de 575 °C (fs=60%) e 595 °C (fs=45%), nos tempos de permanência de 0 s, 30 s, 60 s, 90 s, e 120 s e na taxa de aquecimento de 100 °C/min.

Em relação ao comportamento viscoso da liga A355.0 em função da taxa de cisalhamento será discutido com base nas curvas das Figuras 4.15 (a) para fs=45% e (b) com fs=60%.

Materiais que se encontram com viscosidade na faixa de  $10^5$  a  $10^6$  apresentam comportamento similar ao do vidro fundido e demonstram alta conformabilidade (FLEMINGS, 1991).

Nos estudos feitos por Proni (2014) com várias taxas de aquecimento, observou-se que, em taxas altas (acima de 90°C/min.), o fenômeno de *Ostwald Ripening* atua de maneira acentuada nas extremidades dos braços interdendríticos, diminuindo o tamanho do grão, contudo ainda mantendo uma circularidade baixa. Como consequência, a viscosidade aparente máxima medida para a liga A356 entre as taxas de 90 a 110 °C/min. apresentou também valores praticamente iguais, ao redor de 1 MPa.s para a fração sólida da ordem de 40%.

O comportamento das curvas de viscosidade aparente máxima da liga A355.0 apresentou valores estáveis com a variação da fração sólida, bem como valores de grandeza condizentes com as referências citadas. Em relação à influência do tempo de tratamento térmico, a influência foi considerada mínima para as curvas de fração sólida de 45%, com exceção do tempo de 0 s, que sofreu apenas reaquecimento.

Para as curvas de fração sólida de 60%, aparentemente existe uma tendência ao aumento da viscosidade em função do crescimento do tamanho médio de grão. A possível hipótese que explica tal característica são os efeitos do coalescimento dos grãos devido aos tempos de permanência a altas temperaturas, e a obtenção de grãos de tamanho maiores que acabam contribuindo para o aumento da viscosidade aparente. Para a liga A355.0 a faixa de viscosidade encontrada enquadrou-se com resultados semelhantes aos das referências.

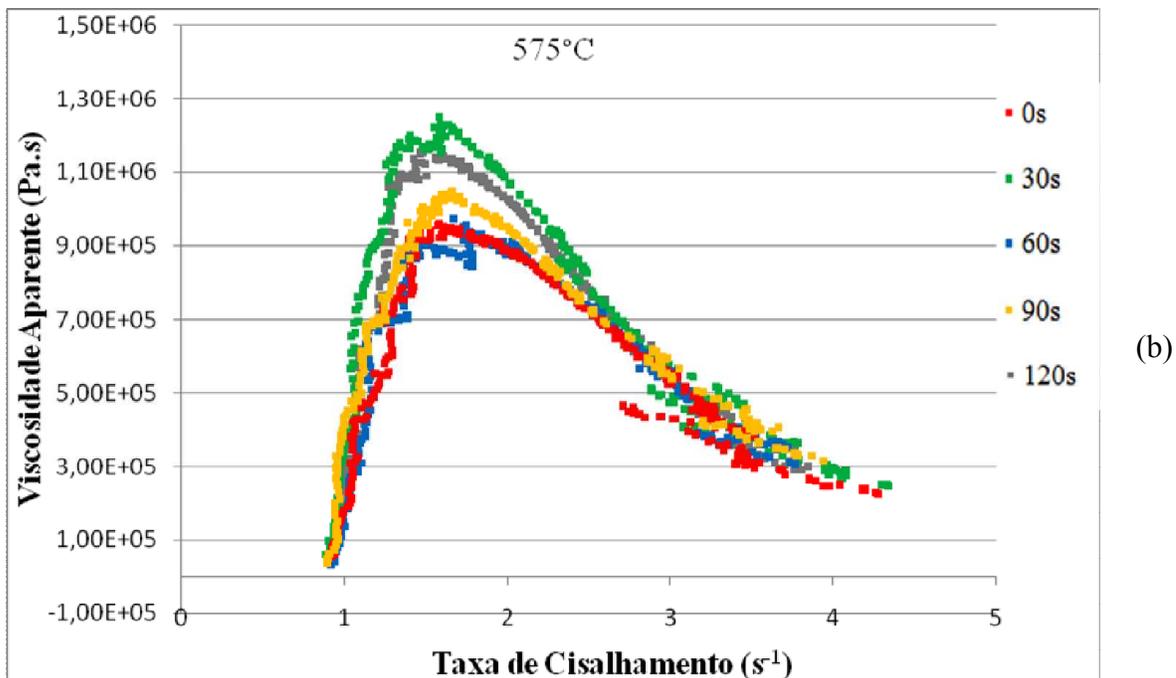
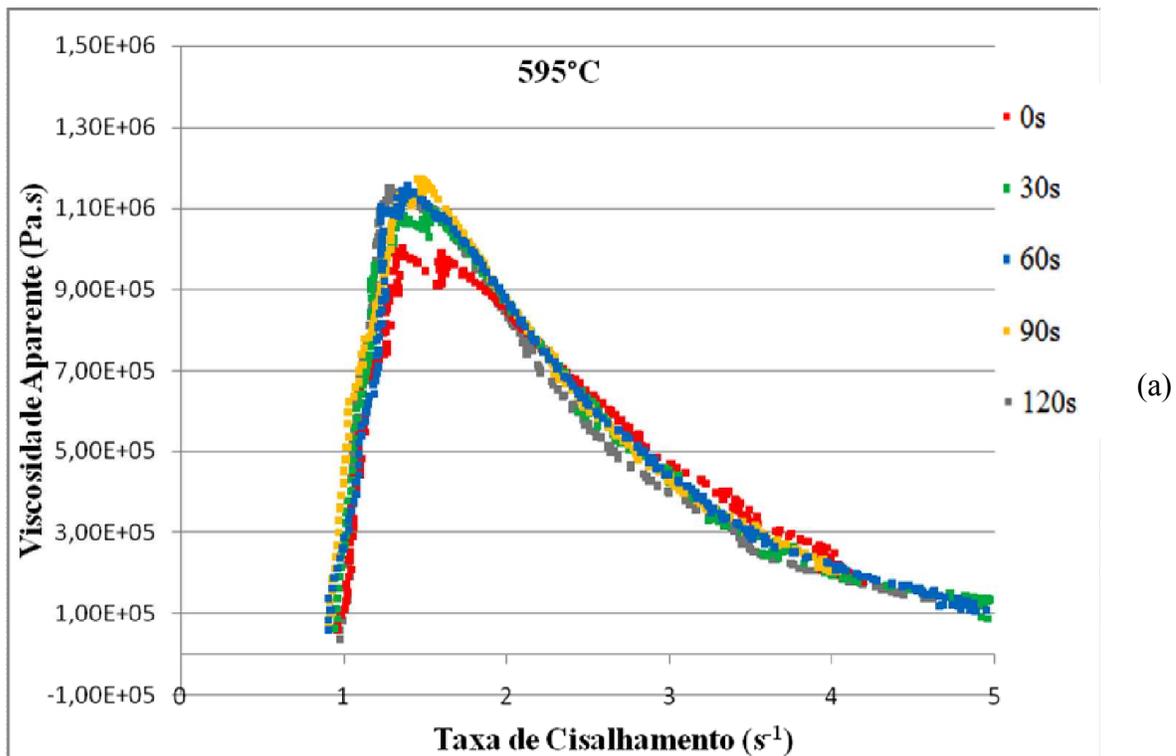


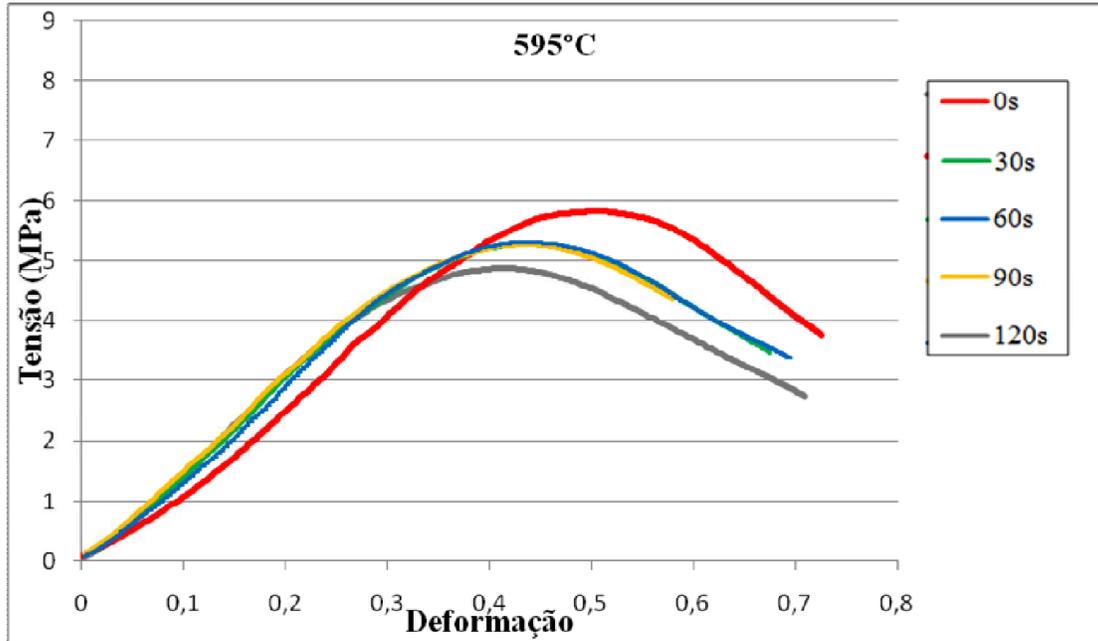
Figura 4.15: Curvas de Viscosidade Aparente *versus* Taxa de Cisalhamento da liga A355.0: (a) temperatura de reaquecimento de 595 °C; (b) e 575 °C.

Analisar as tensões de trabalho das ligas é motivado pela importância no dimensionamento do ferramental para conformação, bem como dados de entrada para simulação numérica (TORRES, 2013). Nas Figuras 4.16 (a) e (b) apresentam as curvas de tensão *versus* deformação para as temperaturas de 575 °C (fs=60%) e 595 °C (fs=45%), respectivamente.

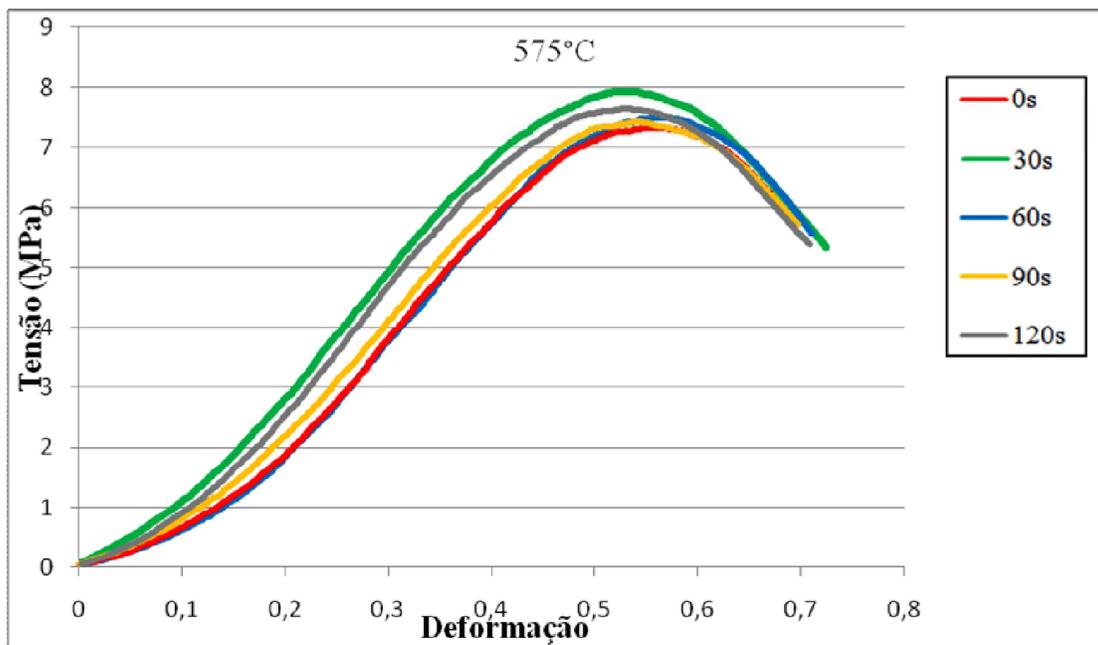
Na Figura 4.16 (a) evidencia que os tempos de tratamentos térmicos influenciaram no valor da tensão máxima quanto ao seu comportamento na compressão, a qual apresentou uma queda nos valores da tensão com o aumento dos tempos de tratamento térmico. Uma provável hipótese a este comportamento é a estrutura com maiores circularidades e tamanhos de glóbulos primários, provenientes de maiores tempos nos tratamentos térmicos.

As curvas da Figura 4.16 (b) não apresentaram o mesmo efeito das curvas da Figura 4.16 (a), porém os valores de tensão máxima praticamente ficaram estáveis na mesma faixa. Tal característica é motivada pelo efeito do coalescimento nos grãos, no qual longos tempos de permanência ocasionaram tamanho de grãos maiores e conseqüentemente o aumento das tensões das ligas no momento da compressão.

Outro comportamento da liga A355.0 são as curvas da fração sólida de 60% (575 °C) que apresentaram valores superiores de tensão máxima se comparadas com os valores das curvas de 45% (595 °C) de fração sólida, motivado pela maior presença de fase sólida na estrutura da liga, portanto maior resistência ao escoamento.



(a)



(b)

Figura 4.16: Curvas de Tensão *versus* Deformação da liga A355.0: (a) temperatura de reaquecimento de 595 °C; (b) e 575 °C.

Na Tabela 4.6 estão os valores obtidos para a tensão máxima e viscosidade aparente máxima, que serão discutidas a seguir.

Tabela 4.6: Valores de Viscosidade Aparente Máxima e Tensão Máxima.

Condição		Relação Grão / Glóbulo	Circul. Média	Viscosidade Aparente (Pa.s)	Tensão Máxima (MPa)
575 °C (fs=60%)	0 s	1,62 ± 0,45	0,60 ± 0,20	9,59E+05	7,34
	30 s	1,70 ± 0,49	0,56 ± 0,20	1,25E+06	7,93
	60 s	1,54 ± 0,46	0,58 ± 0,19	9,73E+05	7,51
	90 s	1,48 ± 0,48	0,60 ± 0,19	1,05E+06	7,45
	120 s	1,62 ± 0,50	0,59 ± 0,19	1,17E+06	7,65
595 °C (fs=45%)	0 s	1,67 ± 0,48	0,55 ± 0,19	1,00E+06	5,83
	30 s	1,61 ± 0,52	0,58 ± 0,19	1,10E+06	5,27
	60 s	1,45 ± 0,45	0,59 ± 0,19	1,16E+06	5,3
	90 s	1,44 ± 0,33	0,59 ± 0,18	1,17E+06	5,27
	120 s	1,54 ± 0,41	0,62 ± 0,19	1,15E+06	4,88

Os testes de compressão a quente realizados com a liga A356, fabricada com agitação eletromagnética, apresentaram comportamento de compressão mais linear como também uma aparência mais uniforme, diminuindo as quebras e trincas nas bordas (KANG, 1999). Com base nos resultados dos estudos referenciados anteriormente, a liga A355.0 apresentou semelhanças quanto ao comportamento, como pode ser observado nas imagens da Figura 4.17, com frações sólidas de 45% e de 60%, respectivamente. Como pode ser observado nas imagens das amostras da Figura 4.17 (b), as bordas possuem trincas e quebras e nas amostras da Figura 4.17 (a) apresentaram aparência mais uniforme.

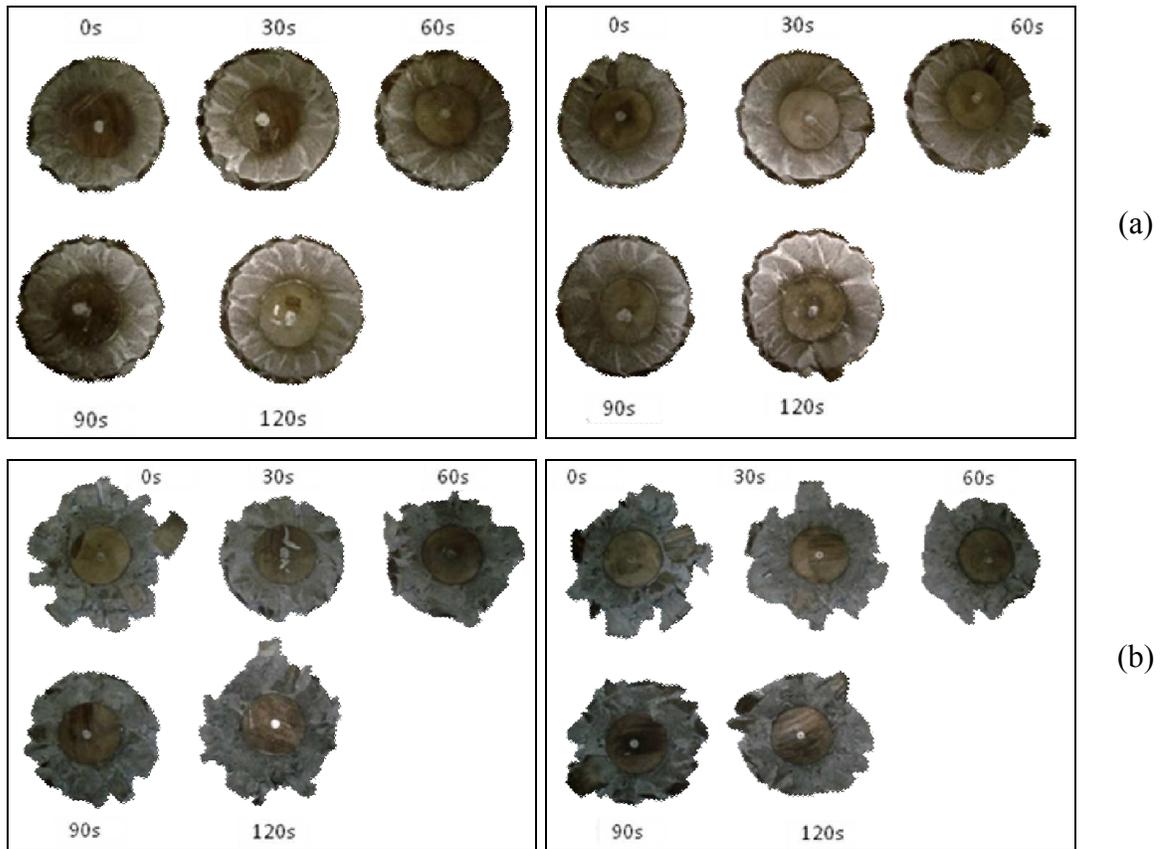


Figura 4.17: Amostras após testes de viscosidade (compressão a quente) na taxa de aquecimento de 100 °C/min.: (a) temperatura de 595 °C; (b) e 575 °C.

As imagens das amostras, após o teste de compressão a quente, evidenciaram a explicação anterior, sendo que quanto maior a fração sólida, maior também a dificuldade de deformação e, portanto, maior a energia necessária na conformação. Essa também é uma provável hipótese quanto à diferença na espessura final das amostras, que causou espessura maior nas amostras de maior fração sólida, obtendo valores na espessura de aproximadamente 8,3 mm ( $fs=60\%$  - 575 °C/min.) e 6,5 mm ( $fs=45\%$  - 595 °C/min.).

Além disso, com base nas curvas de DSC e DTA (Figuras 4.4 (a) e (b)) na temperatura de 575 °C, observa-se que o eutético não se encontra completamente fundido, fato este justificado pelo formato das bordas com trincas e quebras das amostras aquecidas a 575 °C (Figura 4.17 (b)).

## 5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

Este estudo teve como objetivo analisar se a liga A355.0 poderia compor a gama de matérias-primas a serem utilizadas em processos de tixoconformação. Essa análise foi realizada verificando fatores como a caracterização composicional e termodinâmica, bem como a evolução morfológica e o comportamento viscoso no seu estado semissólido.

O primeiro passo a ser adotado antes do início de qualquer estudo foi a verificação da composição química e a caracterização termodinâmica. A liga A355.0 apresentou composição química dentro dos valores especificados obtidos através das análises dos espectrômetros.

A análise térmica realizada pelos três métodos muito utilizados no meio acadêmico e industrial permitiu compará-los quanto a sua eficácia; sendo eles o *software* Thermo-Calc®, e os ensaios de DSC e DTA. Nessa comparação, os intervalos de solidificação foram aproximados (116 °C para a simulação via *software* Thermo-Calc®, 93 °C via DSC e 120 °C para DTA) permitindo concluir que os ensaios de DSC e DTA são mais precisos para o trabalho de tixoconformação do que a simulação via Thermo-Calc®, pois evidenciou que a 575 °C o eutético não estava completamente fundido, comprovado pela borda das amostras após o teste de compressão a quente.

A escolha da simulação para a determinação da fusão da fase eutética, 565 °C com fração líquida de 0,35, bem como a determinação das temperaturas para análise da evolução morfológica de 575 °C ( $f_l=0,4$ ) e 595 °C ( $f_l=0,55$ ), não deixou de ser confiável.

A sensibilidade apresentou-se baixa com o aumento da temperatura, algo em torno de  $0,00969\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  a 595 °C e  $0,02125\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  a 575 °C (máximo valor encontrado em cada condição), e portanto satisfatoriamente abaixo do recomendado pela literatura, possibilitando controle ideal no processamento da pasta metálica.

A técnica utilizada para a produção dos lingotes da liga A355.0, com refinador de grãos e agitação eletromagnética, comprovaram a sua eficácia com a caracterização micro e macroestrutural da liga como fornecida, dos lingotes e após o teste de reaquecimento. Os valores obtidos partindo da matéria-prima, com tamanho de grãos de aproximadamente  $1,13\pm 0,43\text{ mm}$ , constatando o excelente resultado do tamanho de grãos reduzido de  $136\pm 28\text{ }\mu\text{m}$  com a liga

A355.0 (com refinador de grãos e agitação eletromagnética) e finalmente nas faixas de tamanho de grão de  $108\pm 23 \mu\text{m} \Leftrightarrow 117\pm 31 \mu\text{m}$  (575 °C) e  $110\pm 20 \mu\text{m} \Leftrightarrow 122\pm 28 \mu\text{m}$  (595 °C) após o tratamento térmico. Ou seja, a microestrutura passou de dendrítica de grãos grandes (matéria-prima como fornecida) para rosetas grosseiras (lingotes), chegando a microestruturas globularizadas (com reaquecimento e tempos de tratamento térmico).

Os tamanhos médios de grãos, de glóbulos primários e de circularidade apresentaram comportamentos estáveis, embora tenham sofrido uma pequena variação com o aumento do tempo de tratamento térmico, mas demonstrou não ser significativo devido o desvio padrão.

A liga A355.0 para ambas as frações sólidas apresentou bom comportamento nos processos de reaquecimento e tempos de espera, pois as rosetas foram globularizadas, observando uma melhora estrutural tanto no tamanho médio de grãos e glóbulos primários, quanto na circularidade média.

Os testes de compressão a quente mostraram que a liga A355.0 apresentou maiores valores de tensão máxima para as fração sólidas de 60% (575 °C), provavelmente ocasionado pela maior presença de fase sólida na estrutura da liga, que tende a ocasionar maior resistência ao escoamento. As frações sólidas de 45% sofreram influência dos tempos de tratamento térmico sobre o valor da tensão máxima, os quais valores baixos de tensão eram notados com o aumento do tempo de tratamento térmico. Ainda que esta influência seja considerada pequena, pode justificar-se devido à estrutura com maiores circularidades e tamanhos de glóbulos primários, provenientes de maiores tempos de tratamentos térmicos.

Quanto à viscosidade aparente máxima, os testes de compressão a quente mostraram que a liga A355.0 apresentou o mesmo patamar de valores tanto para fração sólida de 45% quanto para 60%, à segunda sofrendo influência do tempo sobre o valor da viscosidade aparente, assim como ocorreu com os valores de tensão máxima.

As diferenças existentes entre os valores de tamanho médio de grãos, de glóbulos primários, de circularidade, bem como tensão máxima e viscosidade aparente máxima, são consideradas muito pequenas para a conformação de semissólidos. Portanto, a liga A355.0 apresentou comportamento satisfatório permitindo a sua aplicação como matéria-prima nos processos de tixoconformação.

### **Sugestão para trabalhos futuros:**

Como sugestão para trabalhos futuros, a proposta é comparar o atual processo de fabricação da liga A355.0 (refinador de grãos e agitação eletromagnética) em relação a outro processo de fabricação, por exemplo o lingotamento direto seguido de ECAE (*Equal Channel Angular Extrusion*), processo este que poderá resultar em microestrutura com granulação fina e sem a necessidade da aplicação de refinador de grãos.

## Referências

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

**Associação Brasileira do Alumínio (ABAL)**. Disponível em <[www.abal.org.br](http://www.abal.org.br)>. Acesso em: 11 Abril de 2014.

ASTM – AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E112-10**: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshohocken, 2010. 27p.

ATKINSON, H.V. Modelling the Semi-solid Processing of Metallic Alloys. **Progress in Materials Science**, v.50, p.341-412, 2005.

ATKINSON, H. V.; KAPRANOS, P.; KIRKWOOD, D. H. Alloy Development For Thixoforming. **6th INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES**, 2000, Turin, Italy, pp. 443-450.

BENATI, D.M. **Avaliação da Tixoconformabilidade de Ligas Al-Xwt%Si-2,5wt%Cu-0,5wt%Mg**. 2008. 121p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

CAMACHO, A. MACIEL; ATKINSON, H.V.; KAPRANOS, P.; ARGENT, B.B. Thermodynamic Predictions of Wrought Alloy Compositions Amenable to Semi-solid Processing. **Acta Materialia**, v.51, p.2319-2330, 2003.

CHIARMETTA, G. Why Thixo? In: **Proceedings of the 6th International Conference on the Semi-Solid Processing of Alloys and Composites**. Turin, Italy, 2000, p.15-21.

CRISTOFOLINI, R. **Estudo da Potencialidade da Aplicação do Ferro Fundido Nodular ASTM A536 60-40-18 como Matéria Prima para Processos de Tixoconformação**. 2009. 181p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

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

FLEMINGS, M.C. Behavior of Metal Alloys in the Semi-solid State. **Metallurgical Transactions A**, v.22A, p.957-981, 1991.

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

GENDA, G.; YUYON, C.; GEING, A. Mechanism of Coarsening of Dendrite During Solidification. In: **Proceedings of the Solidification Processing Conference**. Sheffield, England, 1987, p.416-419.

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

JOLY, P.A.; MEHRANBIAN, R. The Rheology of a Partially Solid Alloy. **Journal of Materials Science**, v.11, p.1393-1418, 1976.

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 of Coarsening on Dendritic Arm Spacing of Al-Cu Alloys. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v.239, p.1504-1511, 1967.

KAUFMAN, J. GILBERT; ROOY, ELWIN L. **Aluminum Alloy Castings Properties, Processes, and Applications**. Schaumburg: ASM International, 2004. 340p.

KIRKWOOD, M.C. Semi-Solid Metal Processing. **International Materials Reviews**, v.39, p.173-189, 1994.

KLEINER, S.; BEFFORT, O.; WAHLEN, A.; UGGOWITZER, P.J. Microstructure and Mechanical Properties of Squeeze Cast and Semi-solid Cast Mg-Al Alloys. **Journal of Light Metals**, v.2, p.277-280, 2002.

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

LIU, D., ATKINSON, H.V. and JONES, H. Thermodynamic Prediction Thixoformability in Alloys Based on the Al-Si-Cu and Al-Si-Cu-Mg Systems. **Acta Materialia**. v. 53, pp. 3807-3819, 2005.

LOURENÇATO, L.A. **Tixoformabilidade e Tixoforjamento de Ligas Al-Xwt%Si-0,5wt%Mg em Prensa Excêntrica com Matriz Aberta**. 2008. 177p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

MARSH, S.P.; GLICKSMAN, M.E. *Ostwald Ripening* in Non-Spherical Morphologies. **Materials Science and Engineering A**, v.A238, p.140-147, 1997.

**MATWEB. Material Property Data**. Disponível em <[www.matweb.com](http://www.matweb.com)>. Acesso em: 28 de novembro de 2013.

MOHANTY, P.S.; GRUZLESKI, J.E. Mechanism of Grain Refinement in Aluminum. **Acta Metallurgica**, v.43, p.2001-2012, 1995.

NAPPI, C. The Global Aluminium Industry – 40 years from 1972. **World Aluminium**, p. 1-27, 2013.

NIROUMAND B.; XIA, K. 3D Study of the Structure of Primary Crystals in a Rheocast Al-Cu Alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. A283, p.70-75, 2000.

PAES, M. **Obtenção e Caracterização de Novas Ligas Al-Si-Mg para Tixoconformação**. 2004, 154p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

PAHLEVANI, F.; SALARFAR, S.; NILI-AHMADABADI, M. Dendritic-globular Structure Transition of Ductile Iron in Semi-solid Casting Using Cooling Slope Plate. **PROCEEDINGS OF THE 8TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES**, 2004, Limassol, Cyprus.

PRONI, C.T.W. **Avaliação da Tixoconformabilidade das Ligas AA2011 e AA2014**. 2010. 130p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

PRONI, C. T. W. **Efeito da Taxa de Aquecimento no Desmantelamento e na Globularização da Microestrutura para Propiciar a Tixoconformação**. 2014. 210p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

Relatório de Sustentabilidade 2012. **ABAL**, p. 1-67, 2012.

ROBERT, M.H.; KIRKWOOD, D.H. Alloy Slurry Formation by Partial Melting. In: **Proceedings of Solidification Processing Conference**. Sheffield, England, 1987, p.373-376.

SHIBATA, R. SSM Activities in Japan. In: **Proceedings of the 5th International Conference on the Semi-solid Processing of Alloys and Composites**. Denver, USA, 1998, p.LI-LVI.

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.

TORRES, L.V. **Avaliação da Tixoconformabilidade das Ligas AA7075 e AA7004**. 2009. 102p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

TORRES, L.V. **Tixoconformação De Novas Ligas Al-Si-Cu**. 2013. 201p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

YOUNG, K. Semi-solid Metal Forming Alloy and Composites. In: **Proceedings of The Minerals, Metals and Materials Society Symposium on Nature and Properties of Semi-Solid Materials**. San Diego, USA, p.245-266, 1992.

ZOQUI, E. J. **Alloys for Semi-solid Processing**. Joseph McGeough & Helen Atkinson, 2014. cap.5, 90 p.

ZOQUI, E.J. **Obtenção e Caracterização de Ligas Al-Si Refundidas**. 2001, 192p. Tese (Livre Docência) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

ZOQUI, E.J. **Obtenção e Caracterização Mecânico Metalúrgica da Liga Al-4,5wt%Cu no Estado Refundido**. 1995, 248p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

ZOQUI, E. J.; LOURENÇATO, L.A; GRACCIOLLI, J.I. Thixo-Formability of the AA6063 Alloy: Conventional Production Processes *versus* Electromagnetic Stirring. **Journal of Materials Processing Technology**, v.198, N. 1-3, p.155-161, 2008.