

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR Cecília Tereza
Weishaupt Proni E APROVADA
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 01/07/2010

.....
ORIENTADOR

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

Cecília Tereza Weishaupt Proni

**Avaliação da Tixoconformabilidade
das Ligas AA 2011 e AA 2014**

Campinas, 2010

Cecília Tereza Weishaupt Proni

Avaliação da Tixoconformabilidade das Ligas AA 2011 e AA 2014

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação
Orientador: Eugênio José Zoqui

Campinas
2010

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

P94a Proni, Cecilia Tereza Weishaupt
Avaliação da thixoconformabilidade das ligas AA
2011 e AA 2014 / Cecilia Tereza Weishaupt Proni. --
Campinas, SP: [s.n.], 2010.

Orientador: Eugênio José Zoqui.
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Ligas de alumínio-cobre. 2. Viscosidade. 3.
Tratamento térmico. 4. Fundição. 5. Metalografia. I.
Zoqui, Eugênio José. II. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III.
Título.

Título em Inglês: Avaliation of the thixoconformability of AA 2011 and AA
2014 alloys

Palavras-chave em Inglês: Aluminium-copper alloys, Viscosity, Heat treatment,
Casting, Metallography

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: João Batista Fogagnolo, Hélio Goldenstein

Data da defesa: 01/07/2010

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 FABRICAÇÃO**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

**Avaliação da Tixoconformabilidade
das Ligas AA 2011 e AA 2014**

Autor: Cecília Tereza Weishaupt Proni
Orientador: Eugênio José Zoqui

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



Prof. Dr. Eugênio José Zoqui, Presidente
UNICAMP / FEM



Prof. Dr. João Batista Fogagnolo
UNICAMP / FEM



Prof. Dr. Hélio Goldenstein
USP / POLI

Campinas, 01 de julho de 2010.

Às minhas filhas queridas.

Agradecimentos

Agradeço imensamente o alicerce e a manutenção em diversos âmbitos de Thiago, à oportunidade ofertada e a orientação do professor Zoqui e aos auxílios imprescindíveis dos técnicos Eduardo (metalografia), Miro (fabricação) e Claudenete (MEV/EDS).

Um resultado só é ruim, se você não sabe o que fazer com ele.

Resumo

A tixoconformação é uma técnica de processamento de materiais no estado semi-sólido que permite a produção de peças com geometrias *near net shape* com melhores propriedades mecânicas e com razoável redução no custo final de produção, se comparados aos métodos de fundição e conformação plástica tradicionais. Dentro das várias possibilidades de materiais passíveis de trabalho por esta via, as ligas de alumínio são as mais utilizadas, servindo a diversos segmentos industriais. Contudo, o fornecimento de matéria prima próprias ao tixo-processamento está restrito a alguns produtores, justificando a necessidade de aprofundamento e ampliação de conhecimento com respeito às ligas já produzidas por fundição convencional. Este trabalho apresenta um exame da viabilidade de tixoconformação de duas ligas comerciais: AA 2011 e AA 2014. Esta avaliação foi executada em três etapas distintas: 1) análise dos seus constituintes, das temperaturas de fusão e de solidificação, dos microprecipitados existentes e dos tipos de porosidade; 2) reaquecimento de amostras para observar a resposta à globularização em duas temperaturas distintas (duas frações sólidas) e em quatro tempos de espera diferentes, com a posterior análise quantitativa por meio da metalografia; 3) ensaios de viscosidade nas mesmas condições, com posterior análise microestrutural via MEV e EDS das amostras que apresentaram valores de viscosidade muito altos. Os resultados destas avaliações mostraram que estas duas ligas são tixoconformáveis até a temperatura de 610°C, pois apresentaram valores de viscosidade abaixo de 1×10^6 Pa.s e tensão máxima abaixo de conformação de 1,0 MPa, conforme escolhas adequadas entre tempos de espera e taxa de aquecimento. Porém, também foi constatada a formação de alumina nos poros de algumas amostras após o reaquecimento necessário à tixoconformação, fornecendo um valor mais alto de viscosidade para estas amostras, se em comparação aos valores encontrados em outros ensaios com pouca ou nenhuma formação de alumina. A eliminação de porosidade na matéria prima com a conseqüente minimização do surgimento de alumina viabilizará a tixoconformação de ambas as ligas.

Palavras chave: Tixoconformabilidade, Materiais Semi-Sólidos, Ligas AA 2011 e AA 2014, Viscosidade.

Abstract

Thixoforming is a technique for processing materials in the semi-solid state which allows the production of parts near-net-shape geometries, with better mechanical properties and reasonable reduction in the final production cost, compared to traditional casting and plastic forming. Among the various possibilities of materials that can work in this way, aluminium alloys are the most used. However, the world provision of raw material for thixoforming is restricted to few producers, justifying the need for deepening and widening of knowledge with respect to alloys already produced by the conventional casting industries. This dissertation presents an examination of the feasibility of thixoforming of two commercial alloys: AA 2011 and AA 2014. This evaluation was performed in three steps: 1) analysis of their constituents, analysis of melting and solidification temperatures, analysis of the existing micro precipitates and quantity and types of porosity, 2) reheating samples to observe the globularization response to two different temperatures (two solid fractions) and four holding times, with the subsequent quantitative analysis by metallography, 3) tests of the viscosity under the same conditions, with subsequent microstructural analysis by SEM and EDS of the samples that showed very high viscosity values. The results of these evaluations showed that these two alloys are thixoformable up to temperatures of 610°C, since their viscosity values were achieved below than 10^6 Pa.s, and consequently maximum conformation stress of 1.0 MPa, as appropriate choices between waiting times and heating rate were achieved. However, the formation of alumina in the pores of some samples after the necessary reheating to previous to thixoforming, provide a higher value of viscosity, when compared to values found in other trials with little or no alumina. The elimination of porosity in the raw material, with the consequent minimizing the appearance of alumina will make possible the thixoforming of both alloys.

Key-words: Tixoconformability, Semi-Solid Materials, AA 2011 and AA 2014 alloys, Viscosity.

Lista de Ilustrações

2.1: a) Estrutura de bicicleta; b) Braço do suporte da suspensão, Alfa Romeo.....	4
2.2: Diferentes rotas para tixoconformação de SSM (Atkinsons, 2005).....	5
2.3: Esquematisação do crescimento dendrítico na forma de “árvore”.....	11
2.4: Desenhos representativos de uma: a) zona coquilhada; b) zona colunar.....	12
2.5 a/b/c/d: esquema de uma multiplicação dendrítica.....	12
2.6: a) Ostwald Ripening; b) Coalescência.....	13
2.7: Esquematisação de rotas para a esferiodização dendrítica (Flemings, 2002).....	14
2.8 a/b: Fotografias de uma amostra da liga AA 7075, Torres (2009).....	18
2.9: a) Esquema de um equipamento de microtomografia de Raio-X (Ludwig et al., 2004); b) Representação 3D da fase sólida de uma liga Al-Cu obtida por meio deste método (a lateral do cubo é de 0.6mm).....	19
2.10: a) Esquema de uma interconexão globular de uma liga Al-Si (Ito et al., 1992); b) Esquema tridimensional de uma célula inteira de uma liga Al-Cu (Niroumand, 2000).....	19
2.11: Curvas típicas genéricas de deformação para sólidos e SSM (Kang et al., 1999).....	21
2.12: Esquematisação genérica da diferença entre um processo convencional de solidificação de uma liga para um processamento diferenciado de uma SSM (Chai et al., 1992).....	21
2.13: Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento (Ito et al., 1991).....	23
2.14: Diferentes “tempos de descanso” entre etapas de processamento (Brabazon, 2003).....	23

2.15: Esquema de um aparelho DSC e um gráfico genérico de medidas obtidas.....	26
2.16: Exemplo de cálculo de fração sólida via área do gráfico DSC para o Alumínio puro.....	29
2.17: Exemplo de método de contagem do número de glóbulos e grãos de uma amostra.....	30
2.18: Diagrama de fases para a liga binária Al-Cu (Mondolfo, 1976).....	35
3.1: Fluxograma básico da seqüência dos procedimentos experimentais e análises, com os temas das três etapas principais em destaque.....	41
4.1: Exemplos de três regiões do lingote fornecido da liga AA 2011: a) borda, até 2 cm; b) coroa mediana (entre 3 e 6 cm); c) coroa central (entre 6 e 8 cm).....	43
4.2 a/b/c/d: Amostra da região radial mediana do lingote da liga AA 2011, com ataque de HF 1% em diversas ampliações.....	44
4.3: Gráfico da fração de líquido <i>versus</i> temperatura para a liga AA 2011 nas várias rampas de aquecimento do DSC e para a simulação Termo-Calc.....	47
4.4: a) Amostra da liga AA 2011 como fornecida com ataque eletrolítico via HBF ₄ a 2%; b) a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada.....	48
4.5: Amostras da liga AA 2011 com reaquecimento à 630°C, com ataque HF 1%. Tempos de espera de: a) 0s, b) 30s, c) 90s, d) 210s.....	49
4.6: Amostra da liga AA 2011 reaquecida à 630°C com ataque HF 1%. Ampliações em seqüência. Ênfase ao detalhe dos cristais de chumbo dentro do grão e porosidade entre os grãos.....	50
4.7: Amostras da liga AA 2011 reaquecida à 630°C com ataque HF 1%. Ênfase aos cristais de alumina dispersos dentro dos grãos.....	51
4.8: Amostras da liga AA 2011 com reaquecimento à 630°C e com ataque HF 1%.....	51
4.9: Micrografias coloridas (via ataque eletrolítico por HBF ₄ a 2%) e em preto e branco (a mesma	

posição da amostra sem a lente para a luz polarizada) da liga AA 2011 com reaquecimento à 630°C e tempos de espera de: a/b) 0 s; c/d) 30 s; e/f) 90 s; g/h) 210 s.....	52
4.10: Amostras da liga AA 2011 reaquecimento à 621°C, com ataque HF 1%. Tempos de espera de: a) 0 s, b) 30 s, c) 90 s, d) 210 s.....	54
4.11: Amostras da liga AA 2011 com reaquecimento à 621°C e com ataque HF 1%.....	55
4.12: Micrografias coloridas (via ataque eletrolítico por HBF ₄ a 2%) e em preto e branco (a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada) da liga AA 2011 com reaquecimento à 621°C, com tempos de espera de: a/b) 0s; c/d) 30s; e/f) 90s; g/h) 210s.....	55
4.13: Detalhe de uma amostra da liga AA 2011 após ataque eletrolítico, com ênfase num mesmo grão com duas direções cristalográficas diferentes.....	57
4.14: Curvas de viscosidade <i>versus</i> taxa de cisalhamento e de tensão <i>versus</i> deformação para a liga AA 2011 para as temperaturas de 630°C (fs 45%) e de 621°C (fs 60%) nos tempos de espera de 0/30/90/210 s.....	61
4.15: Fotografias via MEV de poros de amostra da liga AA 2011: a) amostra apenas reaquecida; b) amostra reaquecida e após permanecer no ultra-som por mais de 1 minuto; c/d) após ensaio de compressão à quente (621°C) na forma de “plaquetas” e de “bastonetes”, respectivamente.....	64
4.16: Fotografias via MEV de poros de amostra da liga AA 2011: a/b) Seção transversal de uma metade de amostra após a compressão à quente, de maneira a ilustrar o arraste das aluminas em direção à borda livre. Por estas duas fotografias, também se pode observar a porcentagem de poros vazios (poros negros) em comparação aos que possuem alguma alumina em seu interior (poros claros); c) borda de amostra reaquecida (621°C) e após <i>quench</i> ; d) região mais central de amostra apenas reaquecida (621°C), com poros vazios, semi-cheios e cheios.....	65
4.17: Fotografias via MEV de poros de amostras reaquecidas à temperatura da ordem de 620°C num forno resistivo com atmosfera controlada de argônio: a) formações de alumina agregada às paredes do poro; b) detalhe aproximado da região direita da foto anterior; c) outro poro com formações de alumina mais dispersas; d) detalhe da região esquerda superior foto anterior.....	66

4.18: Gráfico da viscosidade x resultados obtidos nas temperaturas de 630°C (fs 45%) e 621°C (fs 60%) para a liga AA 2011.....	67
4.19: Amostras da liga AA 2011 após o ensaio de compressão à quente (621°C, tempo de espera de 0 s), relativas ao ponto 5 do gráfico da Figura 4.18: a) viscosidade de $2,73 \times 10^5$ Pa.s, tempo para reaquecimento de 8:51 min., ou seja, taxa de aquecimento da ordem de 70°C/min; b) viscosidade de $7,1 \times 10^5$ Pa.s, reaquecimento de 20 min, taxa de aquecimento de 31°C/min.....	68
4.20: Dois ensaios de compressão à quente com amostras da liga AA (621°C, tempo de espera de 0s), relativas ao ponto 5 do gráfico da Figura 4.18, com tempos de reaquecimento diferentes.....	68
4.21: Amostras da liga AA 2011 após o ensaio de compressão à quente (621°C, tempo de espera de 90 s), tempo de reaquecimento de 8:41 min., relativas ao ponto 7 do gráfico da Figura 4.17: a) viscosidade de $1,12 \times 10^5$ Pa.s; b) viscosidade de $3,02 \times 10^5$ Pa.s.....	69
4.22: Amostras da liga AA 2011 após o ensaio de compressão à quente, com um valor muito semelhante de viscosidade medida: a) 630°C (fs 45%), tempo de espera de 0 s, viscosidade aparente média de $0,83 \times 10^5$ Pa.s; b) 621°C (fs 60%), tempo de espera de 30s, viscosidade aparente média de $0,73 \times 10^5$ Pa.s.....	70
4.23: Curvas de viscosidade <i>versus</i> taxa de cisalhamento para a liga AA 2011 para várias temperaturas de reaquecimento e tempo de espera de 0 s.....	71
4.24: Viscosidade <i>versus</i> temperatura para a liga AA 2011. Médias dos valores encontrados para três ensaios de compressão à quente feitos no tempo de espera de 0 s para cada temperatura.....	72
4.25: Exemplos de três regiões do lingote fornecido da liga AA 2014: a) borda (até 2 cm); b) coroa radial mediana (5 a 10 cm); c) coroa radial central (10 a 15 cm).....	73
4.26: Amostra da região radial mediana do lingote da liga AA 2014, com ataque ácido de HF 1% em diversas ampliações.....	74
4.27: Gráfico da fração de líquido (%) <i>versus</i> temperatura (°C) para as várias rampas de aquecimento do DSC e para a simulação Termo-Calc para a liga AA 2014.....	78

4.28: a) Amostra da liga AA 2014 como fornecida com ataque eletrolítico via HBF_4 a 2%; b) a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada.....	79
4.29: Amostras da liga AA 2014 reaquecimento à 625°C com ataque HF 1%. Tempos de espera de: a) 0 s, b) 30 s, c) 90 s, d) 210 s.....	80
4.30: Amostras da liga AA 2014 com reaquecimento à 625°C com ataque HF 1%: a/b) ênfase nos microprecipitados; c/d) ênfase nas “regiões dendríticas”.....	81
4.31: Micrografias coloridas via ataque eletrolítico por HBF_4 a 2% e em preto e branco (a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada) da liga AA 2014 com reaquecimento à 625°C e tempo de espera de: a/b) 0 s; c/d) 30 s; e/f) 90 s; g/h) 210 s.....	82
4.32: Amostras da liga AA 2014 com reaquecimento à 614°C com ataque HF 1% com tempo de espera de: a) 0 s; b) 30 s; c) 90 s; d) 210 s.....	84
4.33: Amostras da liga AA 2014 com reaquecimento à 614°C : a) com tempo de espera de 210 s com ataque HF 1%; b) com tempo de espera de 90 s, depois do ataque eletrolítico com HBF_4	85
4.34: Amostra da liga AA 2014 com reaquecimento à 614°C com tempo de espera de 210 s, depois do ataque eletrolítico com HBF_4	85
4.35: Micrografias coloridas via ataque eletrolítico por HBF_4 a 2% e em preto e branco (a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada) da liga AA 2014 com reaquecimento à 614°C e tempo de espera de: a/b) 0 s; c/d) 30 s; e/f) 90 s; g/h) 210 s.....	86
4.36: Curvas de viscosidade <i>versus</i> taxa de cisalhamento e de tensão <i>versus</i> deformação para a liga AA 2014 para as temperaturas de 625°C (fs 45%) e de 614°C (fs 60%) nos tempos de espera de 0/30/90/210 s.....	91
4.37: Fotografias via MEV de poros de amostra da liga AA 2014 reaquecidas à 614°C com ênfase nos grãos de alumina em seu interior: a/b) poros de amostras apenas reaquecidas; c/d) poros de amostras após ensaios de compressão à quente.....	93

4.38 a/b: Amostras da liga AA 2014 após ensaios de compressão à quente e ataque ácido com HF 1%, fs 60% (614°C), com tempo de espera de 0 s, com taxas de aquecimento de 98°C/min e 113°C/min, com valores na viscosidade aparente já com alguma diferença relevante de $6,5 \times 10^5$ Pa.s e $7,5 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente.....	95
4.39: Amostras da liga AA 2014 após ensaios de compressão à quente e ataque HF 1%: a/b) fs 60% (614°C), com tempo de espera de 210 s, taxas de aquecimento de 51°C/min e 94°C/min, valores de viscosidade aparente de $15,8 \times 10^5$ Pa.s e $3,7 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente; c/d) Ampliações de regiões da Figura 4.38a, com ênfase nos precipitados espremidos em alguns locais, impedindo que a “cola lado a lado” dos grãos pudesse ocorrer.....	96
4.40: Amostras da liga AA 2014 após ensaios de compressão à quente e ataque ácido com HF 1%: a/b) fs 60% (614°C), com tempo de espera de 90 s, com taxas iguais de aquecimento de 111°C/min, com valores na viscosidade aparente de $7,85 \times 10^5$ Pa.s e $5,92 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente.....	97
4.41: Curvas de viscosidade <i>versus</i> taxa de cisalhamento para a liga AA 2014 para várias temperaturas de reaquecimento e tempo de espera de 0 s.....	98
4.42: Viscosidade <i>versus</i> temperatura para a liga AA 2014. Médias dos valores encontrados para três ensaios de compressão à quente feitos no tempo de espera de 0 s para cada temperatura.....	98

Lista de Tabelas

2.1: Limites mínimo e máximo da porcentagem dos constituintes existentes para as várias ligas de alumínio (<i>ASM Handbook</i> , 2004).....	33
4.1: Análise composicional (wt %) da liga AA 2011 processada por três diferentes laboratórios: Laboratório de R-X do DEMa/Unicamp, CBA e Alcoa.....	45
4.2: Temperaturas <i>liquidus</i> e <i>solidus</i> da liga AA 2011 e a diferença entre elas, obtidas no site da Alcoa, pelo gráfico do diagrama binário Al-Cu, pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Termo-Calc, e ainda por meio do forno de indução (taxa de aquecimento de 80°C/min).....	46
4.3: Temperaturas para 45% e 60% de fração sólida para a liga AA 2011, segundo a Equação de Scheil, DSC e Termo-Calc.....	47
4.4: Valores obtidos de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, RQI e porcentagem de porosidades para a liga AA 2011 como fornecida e nas temperaturas de 621°C (fs 60%) e de 630°C (fs 45%).....	58
4.5: Valores obtidos de relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, RQI, tensão de escoamento, tensão máxima e viscosidade aparente para a liga AA 2011 nas temperaturas de 630°C (fs 45%) e de 621°C (fs 60%).....	62
4.6: Análise composicional (wt %) da liga AA 2014 processada por três diferentes laboratórios: Laboratório de R-X do DEMa/Unicamp, CBA e Alcoa.....	75
4.7: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga AA 2014, e a diferença entre elas, obtidas no site da Alcoa, pelo gráfico do diagrama binário Al-Cu, pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Termo-Calc, e ainda por meio do forno de indução (taxa de aquecimento da ordem de 100°C/min).....	76

4.8: Temperaturas para 45% e 60% de fração sólida para a liga AA 2014, segundo a Equação de Scheil, DSC e Termo-Calc.....	77
4.9: Valores obtidos de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, RQI e porcentagem de porosidade para a liga AA 2014 como fornecida nas temperaturas de 614°C (fs 60%) e de 625°C (fs 45%).....	88
4.10: Valores obtidos de relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, RQI, tensão de escoamento, tensão máxima e viscosidade aparente para a liga AA 2014 nas frações sólidas de 45% e 60%.....	92

Lista de Abreviaturas e Siglas

Letras Latinas

F	Força	[N]
V	Volume	[mm ³]
C _s	Composição de soluto no sólido	
C _l	Composição de soluto no líquido	
k	Coefficiente de distribuição do soluto no equilíbrio	
T	temperatura	[°C]
t	tempo	[s]
H	Altura no tempo t	[mm]
H ₀	Altura inicial	[mm]
T 451	Tratamento térmico de solubilização, resfriamento rápido e envelhecimento natural	
T 651	Tratamento térmico de solubilização, resfriamento rápido e envelhecimento artificial	

Letras Gregas

μ	viscosidade	[Pa.s]
σ	tensão	[MPa]
σ_e	Tensão de escoamento	[MPa]
$\sigma_{m\acute{a}x}$	Tensão máxima	[MPa]
γ	Taxa de cisalhamento	[s ⁻¹]
γ_{av}	Taxa média de cisalhamento	[s ⁻¹]

Abreviações

wt%	<i>weight percent</i> (porcentagem em massa)
SSM	<i>Semi-Solid Material</i> (Material Semi-Sólido)
DCP	(Ponto de coerência dendrítica)
CBA	Companhia Brasileira de Alumínio
fs	Fração sólida
DSC	(Calorimetria exploratória diferencial)
MEV	Microscopia por Eletro-Varredura
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>
SF	<i>Shape Factor</i> (fator de forma)
RQI	<i>Rheocast Quality Index</i>

SUMÁRIO

1 APRESENTAÇÃO

1.1 INTRODUÇÃO.....	1
1.2 OBJETIVOS.....	1

2 CONCEITUAÇÃO BÁSICA

2.1 TIXOCONFORMAÇÃO.....	2
2.1.1 Histórico.....	2
2.1.2 Tipos de processamento.....	4
2.1.3 Métodos de obtenção do SSM.....	6
2.1.4 Vantagens e desvantagens de processo.....	8
2.2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	10
2.2.1 Conceituação microestrutural.....	10
2.2.2 Compreensão da estrutura tridimensional.....	17
2.2.3 Viscosidade em SSM.....	20
2.2.4 Métodos de Caracterização de SSM.....	25
2.2.4.1 Caracterização Térmica.....	25
2.2.4.2 Caracterização Macro/Microestrutural.....	27

2.3 AS LIGAS DE ALUMÍNIO – COBRE.....	32
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	
3.1 CARACTERIZAÇÃO COMPOSICIONAL E TÉRMICA.....	38
3.2 CARACTERIZAÇÃO MACRO/MICROESTRUTURAL.....	39
3.3 TESTES DE COMPRESSÃO À QUENTE.....	41
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	
4.1 LIGA AA 2011.....	43
4.1.1 Caracterização composicional e térmica.....	44
4.1.2 Determinação das temperaturas para as frações sólidas escolhidas.....	46
4.1.3 Caracterização Macro/Microestrutural.....	47
4.1.3.1 Análise metalográfica da liga AA 2011 como fornecida.....	48
4.1.3.2 Evolução morfológica no estado semi-sólido.....	48
4.1.3.3 Análise quantitativa.....	57
4.1.3.4 Comportamento viscoso no estado semi-sólido.....	60
4.2 LIGA AA 2014.....	73
4.2.1 Caracterização composicional e térmica.....	75
4.2.2 Determinação das temperaturas para as frações sólidas escolhidas.....	77
4.2.3 Caracterização Macro/Microestrutural.....	78

4.2.3.1	Análise metalográfica da liga AA 2014 como fornecida.....	78
4.2.3.2	Evolução morfológica no estado semi-sólido.....	79
4.2.3.3	Análise quantitativa.....	87
4.2.3.4	Comportamento viscoso no estado semi-sólido.....	90
5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....		99
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....		102
ANEXO A – GRÁFICOS DE TEMPERATURAS.....		106
ANEXO B – DADOS TÉCNICOS ALCOA.....		109
ANEXO C – ANÁLISES EDS.....		110

1 APRESENTAÇÃO

1.1 INTRODUÇÃO

A tixoconformação é uma técnica de processamento de materiais no estado semi-sólido que permite a produção de peças com geometrias *near net shape* com melhores propriedades mecânicas e com razoável redução no custo final de produção, se comparados aos métodos de fundição e conformação plástica tradicionais.

Dentro das várias possibilidades de materiais passíveis de trabalho por esta via, as ligas de alumínio são as mais utilizadas, servindo a diversos segmentos industriais. Dentro dessas possibilidades, encontram-se as ligas leves de alumínio-cobre com características de alta dureza e resistência mecânica equivalentes às de diversos tipos de aço. Contudo, o fornecimento de matéria prima própria ao tixo-processamento está restrito a alguns produtores, justificando a necessidade de aprofundamento e ampliação de conhecimento com respeito às outras ligas já produzidas por fundição convencional.

1.2 OBJETIVOS

Este trabalho visa analisar a tixoconformabilidade das ligas AA2011 e AA 2014 fornecidas pela empresa Alcoa, cumprindo as seguintes etapas de estudo:

- 1) Caracterização geral do material dos lingotes (composição, temperaturas de fusão, microestrutura, precipitados e porosidades);
- 2) Avaliação metalográfica das ligas como fornecidas e após reaquecimentos (nas temperaturas escolhidas e nos tempos de espera determinados);
- 3) Ensaio de compressão à quente, para avaliar o comportamento viscoso das ligas.

2 CONCEITUAÇÃO BÁSICA

2.1 TIXOCONFORMAÇÃO

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

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

2.1.1 Histórico

A descoberta da possibilidade de processamento de metais no estado semi-sólido (SSM) se iniciou em 1971 com Spencer e Flemings no M.I.T. em estudos sobre trincas de contração,

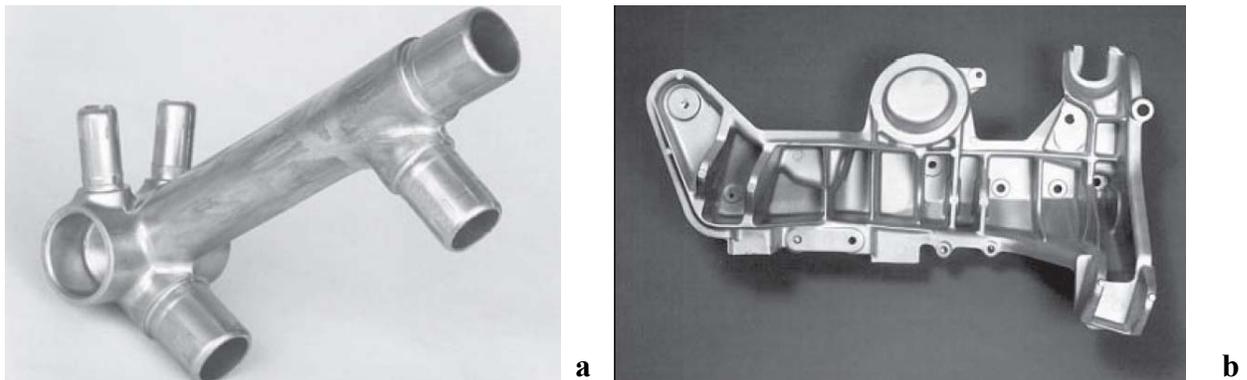
utilizando a liga Sn15wt%Pb. Em meio às pesquisas, se depararam com o fato de que, ao aplicar uma tensão de cisalhamento no material durante o processo de solidificação, a estrutura dendrítica da superfície cisalhada era quebrada e a pasta passava a apresentar comportamento tixotrópico. A partir desta descoberta, investigaram outras composições de ligas (como as de chumbo-estanho, alumínio-cobre e alumínio-silício), analisando sempre a relação entre a taxa de cisalhamento e a viscosidade obtida. Observaram então uma alta fluidez até frações sólidas próximas a 60%, algo que seria impensável no sistema de conformação tradicional, devido à formação de estrutura dendrítica inerente à solidificação padrão. Com estes resultados iniciais promissores, Flemings formou o primeiro grupo de estudos de materiais semi-sólidos, procurando compreender não só os fenômenos da formação estrutural, mas também projetar, construir e aperfeiçoar equipamentos para a produção destas pastas (Spencer e Flemings, 1972). Assim, o potencial dessa nova tecnologia de conformação de materiais semi-sólidos foi rapidamente reconhecido e muitas pesquisas neste sentido foram feitas por outros centros de pesquisa desde então, não só nos EUA, como também em diversos países da Europa.

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

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

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

Alguns exemplos são mostrados nas Figuras 2.1 para ilustrar o grau de complexidade e de funções que podem ser alcançados na fabricação de peças por tixoconformação:



Figuras 2.1: a) Estrutura de bicicleta; b) Braço do suporte da suspensão, Alfa Romeo.

2.1.2 Tipos de processamento

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

Basicamente, a reofundição se refere a “processos verticalizados” nos quais a matéria prima no estado líquido é produzida e diretamente levada à peça final, sem sair do maquinário, ou seja, numa “única” etapa. A tixoconformação se refere a processamentos em duas etapas distintas: na primeira, a matéria prima é produzida, esfriada/estocada por um fabricante; na segunda, é

adquirida por indústrias diversas, reaquecida/tratada a uma dada temperatura que determinará a fração sólida desejada e, depois, transformada em peça final (matriz fechada: *tixocasting*; matriz aberta: tixoforjamento). A Figura 2.2 ilustra as duas rotas e as duas possibilidades de tixoconformação (Atkinsons, 2005):

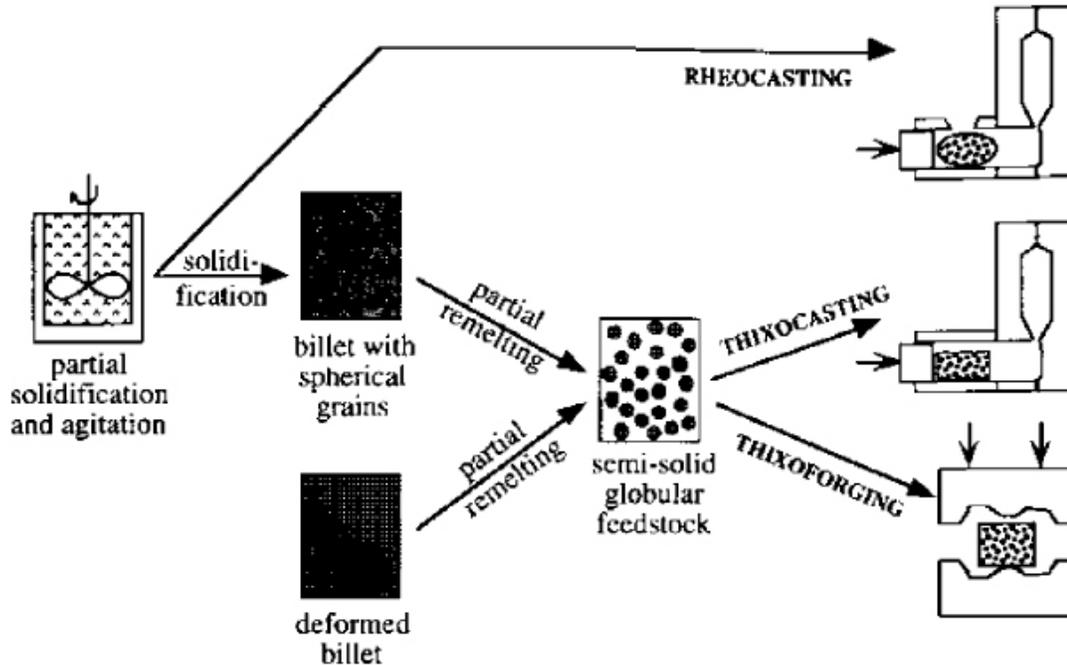


Figura 2.2: Diferentes rotas para tixoconformação de SSM (Atkinsons, 2005).

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

Ainda existem duas outras maneiras de se processar SSM pertencentes à rota de tixoconformação: a *tixo-injeção* e a *tixo-extrusão*.

Na tixo-injeção, reaquece-se a matéria prima até altas porcentagens de fração líquida e este SSM é diretamente injetado para dentro de uma matriz fechada e resfriada sob pressão. Na tixo-extrusão, a matéria prima é reaquecida apenas o suficiente para se obter ainda altas porcentagens

de fração sólida para, em seguida, o tarugo semi-sólido ser introduzido no maquinário e extrudado; ao final, o material solidifica completamente dentro da matriz, utilizando-se ou não de um *spray* resfriador aplicado diretamente sobre a peça produzida.

2.1.3 Métodos de obtenção do SSM

Para que uma matéria prima seja considerada própria para tixoconformação, são necessárias determinadas qualificações microestruturais na liga utilizada. Basicamente, uma estrutura não dendrítica e com tamanho de grãos reduzido, para que a viscosidade da pasta reauecida seja a melhor para o tixo-processamento escolhido. Para que tais características sejam conseguidas, alguns procedimentos básicos são utilizados, tanto na produção em si da matéria prima para a primeira etapa, como controlando todas as variáveis de processo (temperatura de reauecimento, velocidade de preenchimento do molde, modos de resfriamento metal/molde e pressão durante a solidificação) durante a segunda etapa da tixoconformação. Podem ser chamados de *agentes químicos e físicos* (Atkinsons, 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 ultra-refino de grão: uso de nucleantes uniformemente distribuídos (por exemplo: Ti e B) e em quantidades pequenas para não modificar significativamente a composição da liga, para:
 - i. propiciar a iniciação de cristalizações de núcleos da fase primária;
 - ii. para que se associem quimicamente (por ex., nas ligas de alumínio com os nucleantes: titânio, como $TiAl_3$, e boro como TiB_2), de forma a também permitir o apoio inicial à formação de núcleos primários;
- 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. por ultra-som (vibração direta pela via da inserção de um piezoeletrodo dentro do molde);
 - iv. por MHD (magneto hidrodinâmica);
 - v. por processos diversos de conformações plásticas (rolos compressores, prensas, pistões, extrusoras);
 - vi. por 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.

Estes agentes químicos e físicos podem atuar de diferentes formas, interferindo na nucleação e/ou no crescimento dos grãos. A *interferência na nucleação* consiste em dinamizar a formação de núcleos extensivamente por todo o volume da pasta. A *interferência no crescimento*

consiste em incentivar a modificação da estrutura dendrítica primariamente formada para uma estrutura globular.

2.1.4 Vantagens e desvantagens de processo

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

As vantagens e desvantagens do tixo-processamento podem ser resumidas como (Atkinsons, 2005):

Vantagens

- Eficiência energética: o material não requer temperaturas altas para ser reaquecido e processado e também não é mantido no estado líquido por muito tempo;
- A produção acontece sob pressões menores (pelo fato do SSM estar parcialmente liquefeito, portanto, mais maleável, se em comparação à conformação plástica tradicional), tendo como consequência menores esforços sobre a matriz e menor desgaste de ferramental, portanto, menor empenho de capital, menor consumo de energia e maior operacionalidade;
- Devido à maior viscosidade, pelo material se encontrar no estado semi-sólido (se comparado ao sistema de fundição tradicional no qual o material se encontra totalmente liquefeito), o fluxo se mantém quase laminar, ou seja, minimizando a turbulência, tendo como efeito direto pouca introdução e retenção de ar, gerando menos porosidades, bolhas e óxidos, e acarretando também em menores índices de erosão da matriz;

- Pelo fluxo do material se dar de uma forma praticamente laminar, há também um melhor preenchimento da cavidade do molde porque minimiza-se o “efeito spray”, melhorando a qualidade das peças produzidas;
- Devido à temperatura de trabalho ser inferior, traz também como consequência menos efeitos de contração durante a solidificação, diminuindo as possibilidades de trincas e quebras da peça, como também de macro e micro porosidades, em relação ao processo de fundição tradicional;
- Sendo a temperatura de trabalho mais baixa imposta à matriz, aumenta-se sua vida útil por menor exposição a grandes choques térmicos;
- Outra vantagem é a diminuição do tempo total de ciclo de produção ser por volta de 20 a 25% inferior, devido ao fato de que o material já se encontra parcialmente solidificado e necessita de menos tempo para chegar à solidificação completa;
- Pode-se fazer peças já próximas do formato final pelo fato do material já estar num estado semi-sólido, portanto, com menor utilização de matéria prima, reduzindo também custos adicionais de usinagem e com maior taxa de produtividade (tempo menor para esfriar);
- Devido a peculiaridades características das propriedades reológicas do SSM, o processo pode ser utilizado para produzir componentes de formas complicadas e com pequenas tolerâncias dimensionais;
- O material produzido na forma de lingotes e tarugos pode ser armazenado e/ou conduzido a diferentes produtores de peças, não se fazendo necessária uma produção “verticalizada” (o que restringiria a aplicabilidade comercial e variabilidade industrial).

Desvantagens

- Custo do material ser mais alto, devido ao reduzido número de fabricantes;
- Pouco conhecimento do comportamento reológico complexo de cada material que se pretende utilizar, resultando num custo adicional inicial com estudos específicos da liga escolhida e isso envolve certamente mão de obra especializada e centros de pesquisa devidamente equipados;
- Não são todas as ligas que se prestam a este tipo de manejo, uma vez que precisam ter uma faixa suficientemente larga de variação da temperatura entre a *liquidus* e a *solidus* no seu

diagrama de fase para facilitar o controle do maquinário industrial;

- Complicações de maquinário inerentes a um controle preciso da temperatura do processo e por toda a extensão da peça almejada, deixando incerta a morfologia da estrutura do material produzido e, conseqüentemente, estabelecer certezas sobre as propriedades mecânicas da peça construída com uma comprovada estabilidade de processo para que seja possível uma implementação em larga escala com reprodutividade de qualidade do produto obtido.

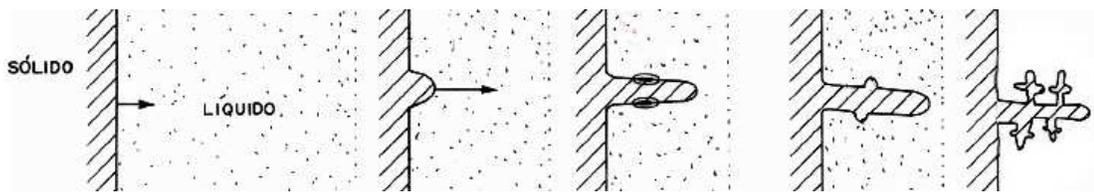
2.2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

A característica mais importante do processamento do SSM é a grande variação na morfologia dos cristais que ocorre durante a solidificação da liga, uma vez que o material esperado para trabalho deva ser constituído basicamente por uma suspensão de sólidos globulares da fase primária, envoltos pelo soluto e/ou eutético liquefeito (fase secundária), e distribuídos de uma forma homogênea. A quantidade relativa entre as fases sólida e líquida é definida pela temperatura de trabalho, podendo ser estimada pelo auxílio do diagrama de fases da liga em questão. Compreender como esta morfologia específica é encontrada, portanto, se torna imprescindível e uma explanação básica de como esse processo se dá será vista a seguir, posto não ser o objetivo central dessa dissertação.

2.2.1 Conceituação microestrutural

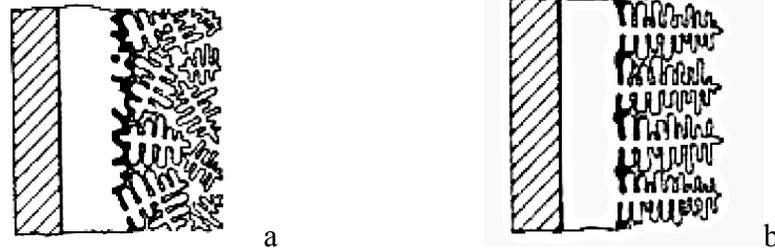
Logo que o SSM, numa determinada temperatura chamada de “temperatura de vazamento”, é despejado no molde, já se inicia a formação dos primeiros núcleos (fase primária) junto às paredes (uma vez que a temperatura destas é inferior a da pasta introduzida, favorecendo uma extração rápida de calor), avançando posteriormente para a região mais interior. Devido à estrutura cristalina dos metais, estes apresentam um crescimento prioritário em certas direções definidas da rede (as estruturas cúbica de faces centradas e cúbica de corpo centrado, por

exemplo, apresentam crescimento nas direções da família $\langle 100 \rangle$). Assim, a direção cristalográfica preferencial do componente principal da liga começa a exercer um efeito mandatório e o desenvolvimento da fase primária passa a ocorrer de forma regular e, principalmente, na direção perpendicular à parede, porque na direção da extração de calor. Contudo, conforme a estrutura se alonga, a seção transversal dela também se desenvolve simultaneamente nas outras direções cristalográficas, criando ramificações laterais, apresentando assim uma forma de cruz: as dendritas. À medida que a velocidade de crescimento é aumentada ainda mais (devido à taxa de resfriamento imposta pela diferença de temperatura entre a pasta e o molde), as ramificações secundárias e terciárias encorpam, dando à estrutura uma aparência de “árvore”. A ponta da dendrita primária está na temperatura *liquidus* e a base dela na temperatura *solidus*. (Figuras 2.3). A partir deste ponto, a dinâmica do processo irá impor a segregação do soluto (quantidade que dependerá da composição da liga no seu diagrama de fase), determinando a preponderância do crescimento dos grãos, portanto, determinando a morfologia do material em solidificação.



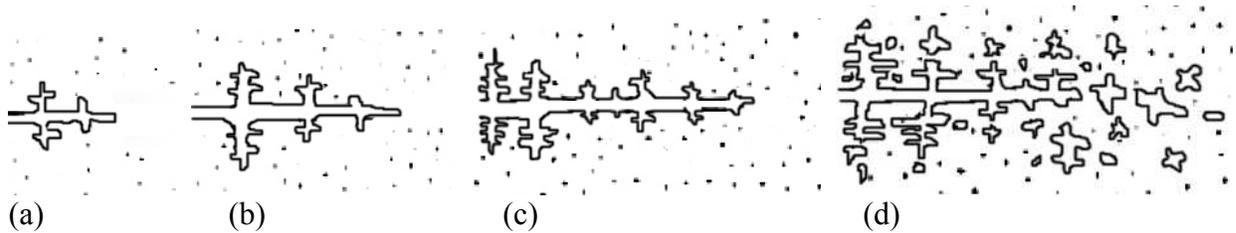
Figuras 2.3: Esquemática do crescimento dendrítico na forma de “árvore”.

Se houver um resfriamento rápido da pasta nas paredes do molde (molde muito frio ou refrigerado), e/ou na superfície livre liquefeita, acontecerá a nucleação de pequenos grãos com direções aleatórias (Figura 2.4a). O tamanho dessa “zona coquilhada” dependerá das propriedades termofísicas do molde, do coeficiente de transferência de calor metal/molde e da temperatura de vazamento (temperatura na qual a pasta foi inserida). Mas, se houver um pré-aquecimento do molde, esta zona coquilhada pode ser insignificante, ou com uma temperatura de vazamento muito alta, poderá ocorrer a refusão de grande parte desses cristais aleatórios nucleados. Conforme se dá ou não a formação coquilhada, os grãos que não tiverem sua direção favoravelmente à retirada de calor (ou seja, perpendicularmente à parede do molde), terão seu crescimento bloqueado, dando origem a cristais “paralelos”, compondo a chamada “zona colunar” (Figura 2.4b). Esta região é tão maior quanto menor for o gradiente de temperatura entre o SSM e o molde.



Figuras 2.4: Desenhos representativos de uma: a) zona coquilhada; b) zona colunar.

A partir de um certo ponto, por razões várias, como forças exercidas pelas correntes convectivas e/ou movimentos na pasta impostos por meios externos (agitação mecânica ou eletromagnética, por exemplo), inicia-se a quebra mecânica das pontas das dendritas da região colunar e o desprendimento das ramificações secundárias e terciárias (Figuras 2.5):



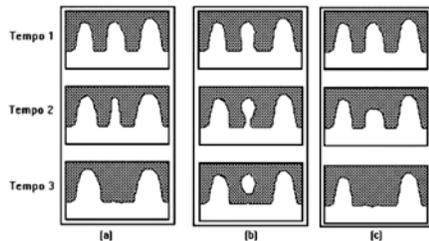
Figuras 2.5 a/b/c/d: esquema de uma multiplicação dendrítica.

Estas pequenas construções cristalinas são carregadas pelo fluxo do metal e se tornam novos núcleos, junto aos outros núcleos que foram gerados na superfície da pasta e precipitaram (dependendo da relação de densidade entre os componentes), passando a se desenvolver nas regiões adjacentes como “dendritas equiaxiais”. Por terem provavelmente orientações cristalinas diferentes, acabam por bloquear a formação anterior colunar e, se esta outra região já estiver numa temperatura suficientemente baixa, estes novos núcleos terão uma chance maior de sobrevivência sem se refundirem.

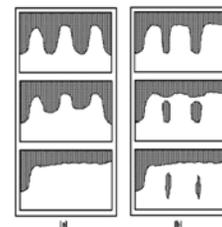
Esta quebra mecânica dos braços dendríticos da região colunar, pelo intenso fluxo do líquido, acontece também devido à: segregação do soluto e seu acúmulo na base da dendrita “corroendo-a” (fenômeno de “empescoçamento”, facilitado se o soluto tiver baixa difusibilidade); ou pela força do fluxo “dobrar” a dendrita, criando tensão na base, facilitando o posterior destacamento; ou porque a força do fluxo “dobra” a dendrita, retirando-a da direção preferencial de crescimento (direção da perda de calor), facilitando a sua fragilização e quebra. Estas quebras são conseqüências da chamada microsegregação intercelular e interdendrítica, ou segregação de

curto alcance, referindo-se à modificação de composição em função da rejeição de soluto entre as ramificações ou, no máximo, entre os contornos de grão. Os valores de concentração de soluto partem de um mínimo no centro da ramificação primária, atingindo seu ponto máximo no centro da região interdendrítica.

Outra maneira da morfologia da dendrita principal e seus braços serem alteradas ocorre pelos denominados “fenômenos de engrossamento”. Estes fenômenos envolvem a transferência de massa preferencialmente de superfícies com pequeno raio de curvatura para outras de elevado raio, portanto, tendendo a tornar as superfícies internas mais planas ou com maior raio de curvatura. O primeiro desses fenômenos, chamado de Ostwald Ripening, se dá pela difusão do soluto: os átomos do soluto segregado migram ou são carregados pelas correntes convectivas para longe dos braços dendríticos originais, reduzindo o número de ramos e aumentando a distância entre eles. Algumas possibilidades foram propostas por Kattamis e Flemings (1967) (Figuras 2.6a a-b) e por Kahlweit (Figuras 2.6a-c).



Figuras 2.6a: Ostwald Ripening



Figuras 2.6b: Coalescência

O segundo fenômeno de engrossamento, conhecido por “coalescência”, acontece pelo “crescimento lateral” das dendritas, se houver baixos níveis de turbulência de fluxo, permitindo o “encorpamento” natural dos braços dendríticos. Existem os modelos propostos por Kirkwood e Young (1992) (Figura 2.6b-a) e Genda (1987) (Figura 2.6b-b) que envolvem a aglomeração ou aproximação de ramos secundários. Este fenômeno não é desejável, porque o engrossamento dos braços dendríticos poderá envolver partes do soluto que não foi carregado (como ilustrado na Figura 2.6b-b), prendendo-o, ou retendo também uma porção de eutético (em poças retidas). Segundo os trabalhos de Robert (1989) e (1993), é mostrado que, para altas frações sólidas, os mecanismos de coalescência são preponderantes e que, para baixas frações sólidas, os mecanismos de Ostwald Ripening que preponderarão como modificações na estrutura dendrítica para globular.

Caso haja o encontro de pequenas dendritas de mesma orientação cristalina em alguma região da pasta, haverá o fenômeno do engrossamento por coalescência pela “cola lado a lado” entre elas, formando um grão de tamanho grande. Lembrar que cada estrutura dendrítica de cada componente da liga poderá crescer com velocidades diferentes à direção da extração de calor e perpendicularmente à interface sólido/líquido, dependendo das suas propriedades termofísicas.

Entretanto, a microestrutura desejada para o SSM é aquela livre de dendritas, com os grãos pequenos na forma mais esférica possível e com o mínimo de poças retidas (*entrapped liquid*) no interior deles (ter líquido retido no interior dos grãos diminui a quantidade de líquido ao redor que possibilitaria uma melhor “lubrificação” entre eles sob tensão aplicada, tornando-se mais um fator de aumento do valor da viscosidade da pasta). Para que tal morfologia se dê, uma vez que os núcleos foram formados e espalhados por todo o molde, as dendritas equiaxiais são deformadas (por meio de estímulos físicos e/ou químicos e, depois, pelo fenômeno de Ostwald Ripening e coalescência), deixando-as de uma forma mais ou menos esférica. Esta separação dos braços dendríticos da “dendrita mãe” e alteração na sua geometria pode ocorrer de duas maneiras diferentes:

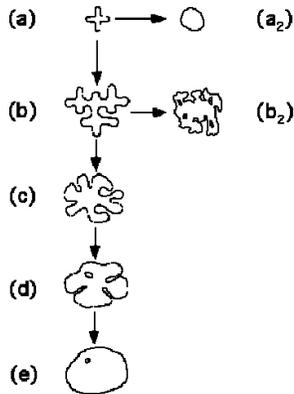


Figura 2.7: Esquemática de rotas para a esferiodização dendrítica (Flemings, 2002).

Ou rapidamente esferiodizar e crescer, conforme o processamento escolhido, (como mostrado esquematicamente pela rota “a- a2” na Figura 2.7), ou crescerem separadas da dendrita inicial por engrossamento e coalescência (Figura 2.7 b-e). Se o tamanho inicial das dendritas formadas é muito grande, a coalescência acontece ao longo das fases “b” e “b2” e a estrutura final se mostra como dendritas deformadas, retendo muito soluto e/ou eutético entre seus braços. As estruturas intermediárias “c” e “d” são as chamadas “rosetas”, que não são desejadas, uma vez que produzem maior segregação de soluto do que as de formação globular, resultando também

num aprisionamento de líquido no seu interior, como mostrado na Figura 2.7d. A formação da fase primária por crescimento esferoidal, como mostrado esquematicamente na Figura 2.7 a/a2, é a ideal para tixoconformação, porque elimina a possibilidade de engrossamento e possui mais glóbulos esferoidizados sem poças retidas.

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

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

Um SSM com microestrutura globular de grãos pequenos está pronto para ser trabalhado por qualquer das rotas de tixotropização. Com o objetivo de se controlar cada uma das etapas citadas durante a sua manufatura (nucleação, crescimento dendrítico inicial nas zonas coquilhada, colunar e equiaxial, quebra das estruturas formadas com a distribuição homogênea delas pela pasta, e globularização final dos grãos), se faz necessário escolher corretamente determinados parâmetros físicos e químicos, alguns já citados. São eles:

- Conhecer previamente a composição química da liga (este parâmetro define a faixa de temperatura *solidus/liquidus*, portanto, restringe a faixa de temperaturas possíveis para a obtenção da relação desejada da fração sólida/líquida na pasta);
- A temperatura de vazamento da matéria prima (que determinará a porcentagem de fração sólida inicial presente na pasta, além de definir as correntes convectivas que influenciarão em todos os parâmetros das variações morfológicas);
- A diferença de temperatura metal/molde e a taxa de resfriamento do mesmo (para controlar o tamanho das zonas coquilhada e colunar, e não provocar o resfriamento rápido da pasta, o que provocaria uma queda da fração líquida presente com o conseqüente aumento da tensão para a conformação, alterando a morfologia pretendida);
- Conhecer as propriedades termofísicas dos metais envolvidos (comandam a segregação soluto/solvente e a difusibilidade dele, portanto, controlando a “corrosão” e quebra da base das dendritas, além do movimento relativo das substâncias e a variação da temperatura no interior do molde);
- Inserir ou não nucleantes (para agilizar a nucleação inicial);
- Escolher algum processo industrial conhecido que promova a agitação mecânica da pasta e/ou resfriamento pré-molde para se conseguir alguns núcleos iniciais (por exemplo: coquilhamento em canais);
- Determinar corretamente o tempo de aquecimento (se a obtenção do SSM iniciar pela matéria prima no estado sólido, ou seja, abaixo da temperatura *solidus*) ou o tempo de resfriamento (se a obtenção do SSM iniciar com a matéria prima totalmente liquefeita, ou seja, numa temperatura superior à *liquidus*) de acordo com a liga a ser trabalhada para controle da

morfologia dos grãos;

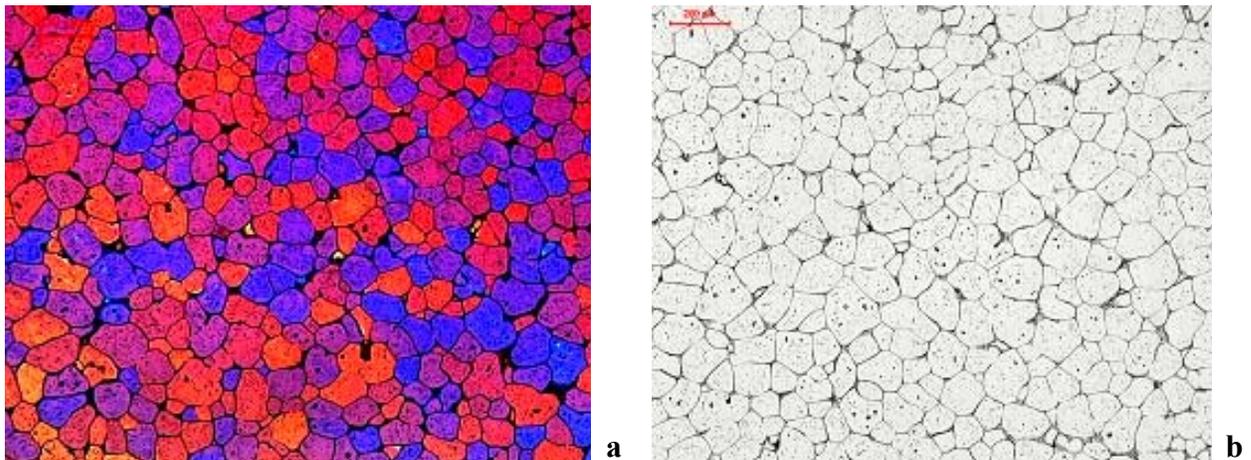
- Fazer a melhor escolha de matéria prima existente no mercado com o objetivo de já iniciar o tixo-processamento partindo de uma microestrutura parcialmente refinada.

Dessa forma, pretende-se obter grãos primários equiaxiais na forma de glóbulos de tamanho reduzido – cerca de 70 a 100 microns – rodeados por um “filme líquido” eutético de baixa temperatura de fusão (se comparada às temperaturas utilizadas nos processos de fundição tradicionais), conseguindo-se assim uma pasta com baixa viscosidade (indispensável para que a cavidade do molde seja bem preenchida), mesmo com uma alta fração sólida e com pouca (ou nenhuma) poça retida. Como resultado de inúmeros efeitos que estas condições diferenciadas propõem, as propriedades mecânicas das peças produzidas serão superiores às do processo de fundição tradicional.

2.2.2 Compreensão da estrutura tridimensional

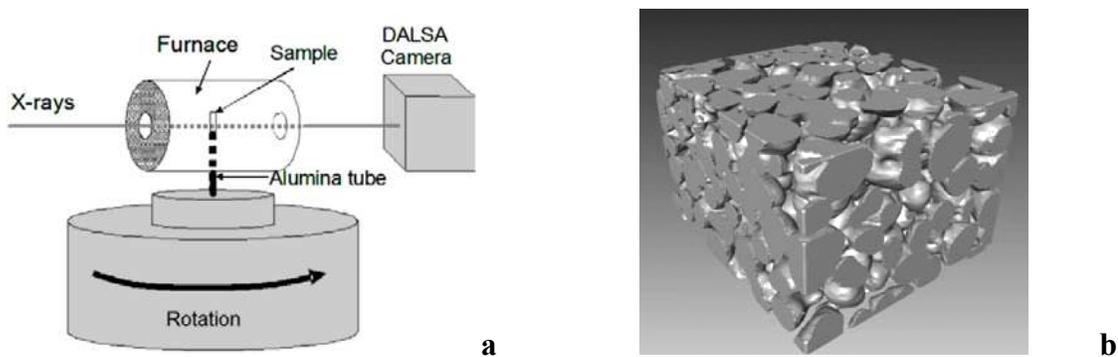
Na grande maioria das vezes, a caracterização dos materiais é feita tirando-se fotografias de uma amostra por meio de um microscópio ótico e analisando-as, de maneira a se obter, por meio de diversas técnicas, informações sobre a microestrutura do material. Porém, uma microestrutura não deve ser entendida apenas ao se observar uma foto bidimensional, pois se pode incorrer em dois erros básicos: o primeiro deles se refere ao fato de que um grão (representado por aquela seção transversal mostrada pela foto), se visto separado de outro adjacente neste tipo de micrografia, ambos poderão estar interconectados em outros níveis; o segundo equívoco se refere à observação verdadeira da existência ou não de porosidades, já que o polimento prévio (para ser possível a fotografia) poderá “arrancar” partículas mais duras, ou mesmo preencher lacunas, se o material for muito mole. Em ambos os casos, tanto se pode ter maiores dificuldades para o tixo-processamento (uma vez que uma rede de grãos conectados e/ou grãos não exatamente pequenos e esferoidizados, exigirá uma força de tixoconformação superior à que se esperava), como as propriedades mecânicas do material poderão ser inferiores (devido a erros na caracterização das falhas microestruturais).

Para se contornar parte destes problemas, pode-se fazer fotografias em microscópios óticos que possuam luz polarizada e se observar a superfície de uma amostra bem polida (até 1 μm) que teve sua superfície tratada por oxidação anódica (ataque eletrolítico, a amostra é um anodo), no qual os contornos de grão são atacados e a superfície dos grãos é recoberta por uma camada de óxido. Quando a amostra é observada sob a luz polarizada, revela-se a estrutura dos grãos e sua orientação cristalográfica por meio de diferentes cores, pois oriundas de diferentes difrações da luz (Figura 2.8a). Numa análise deste tipo de fotografia, assume-se que grãos adjacentes de mesma tonalidade pertençam à mesma estrutura e os de mesma tonalidade, porém mais distantes entre si, não estejam interconectados. Observa-se que, na fotografia em branco e preto, supõem-se que sejam grãos separados (Figura 2.8b).



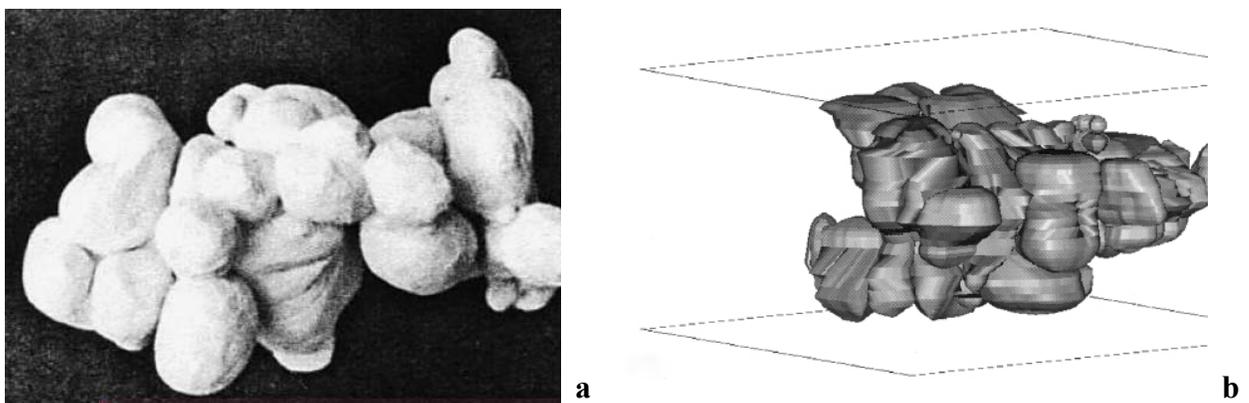
Figuras 2.8 a/b: Fotografias de uma amostra da liga AA 7075, Torres (2009).

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



Figuras 2.9: a) Esquema de um equipamento de microtomografia de Raio-X (Ludwig et al., 2004); b) Representação 3D da fase sólida de uma liga Al-Cu obtida por meio deste método (a lateral do cubo é de 0,6 mm).

Anteriormente ao uso dos raios-X, a compreensão “macroestrutural” (como se convencionou nomear a concepção 3D) era feita polindo-se várias camadas seqüenciais de uma amostra, fotografando-as, e construindo uma imagem em volume. Como exemplos deste procedimento, tem-se o trabalho feito inicialmente com a liga de Al-Si (Ito e Flemings, 1992) com as fotografias tiradas a cada 40 microns (Figura 2.10a), e o experimento com uma liga de Al-Cu (Niroumand, 2000), com fotos a cada 20 microns entre cada seção. A Figura 2.10b (esquema gerado pelo programa de computador AutoCAD) ilustra a complexidade de uma estrutura com aglomerações e interconexões entre as “pseudo-partículas” como um único grão.



Figuras 2.10: a) Esquema de uma interconexão globular de uma liga Al-Si (Ito et al., 1992); b) Esquema tridimensional de uma célula inteira de uma liga Al-Cu (Niroumand, 2000).

2.2.3 Viscosidade em SSM

Metais no estado semi-sólido são classificados como fluidos não newtonianos que apresentam comportamento tixotrópico e visco-inelástico (o escoamento é dependente do tempo e da tensão aplicada com deformações irreversíveis). Ou seja, para altas taxas de cisalhamento, sua estrutura interna coesa pode se tornar desorganizada e deslizar, apresentando como consequência uma baixa viscosidade aparente. No caso, o tipo de coesão estrutural existente é a interação entre os “esqueletos dendríticos” (extensão completa e complexa de uma única formação cristalina) ou pelas partículas sólidas globulares que apresentam alta tendência à aglomeração. Assim sendo, a viscosidade para um SSM é função das propriedades físicas da liga e das condições nas quais é processado, uma vez que ambas influenciam tanto no tamanho e distribuição das partículas e na alteração microestrutural durante o processo, como na temperatura, tensão e taxa de cisalhamento escolhidas. Portanto, as características metalúrgicas mais importantes de um SSM que influenciam diretamente sobre os valores apresentados da viscosidade aparente são: porcentagem de fração sólida da fase primária, taxa de cisalhamento aplicada, características morfológicas, variações da temperatura e de tempos de processamento.

Como uma primeira análise de diferenciação entre a viscosidade dos materiais sólidos com relação aos SSM, temos os estudos de Kang et al. (1999) com ensaios de compressão à quente em ligas A356 reofundidas. Um gráfico da tensão de engenharia aplicada x deformação verdadeira (Figura 2.11) mostra a curva obtida para um material sólido (linha pontilhada) e a curva variável do SSM (linha contínua). Vê-se claramente que na região (A) se iniciam os esforços para quebrar a estrutura firme da fase sólida primária, chegando-se ao máximo em (B), onde se inicia o escoamento desses grãos pelo líquido eutético; com a continuidade da força aplicada, tem-se o escoamento pleno dessa massa, exigindo menor tensão para se obter a deformação, como reflexo direto da diminuição da viscosidade da pasta como um todo (característica de um material tixotrópico); chega-se à região (D), quando se inicia a expulsão da fase líquida para os limites da superfície da amostra, voltando-se a se necessitar de mais tensão até (E), na qual se tem praticamente uma deformação sólido-sólido.

Para se compreender esta diferença tão grande de comportamento sob pressão de um material sólido e de um no estado semi-sólido, pode-se analisar alguns experimentos executados

por vários pesquisadores.

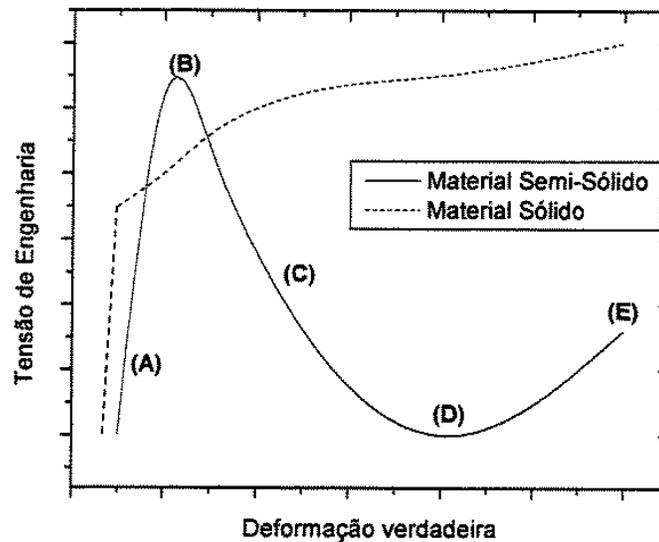


Figura 2.11: Curvas típicas genéricas de deformação para sólidos e SSM (Kang et al., 1999).

Estudos feitos por Chai et al. (1992) mostraram que a viscosidade aumenta razoavelmente com o aumento da fração sólida até o “ponto de coerência dendrítica” (DCP), depois do qual aumenta abruptamente, como esquematizado na Figura 2.12:

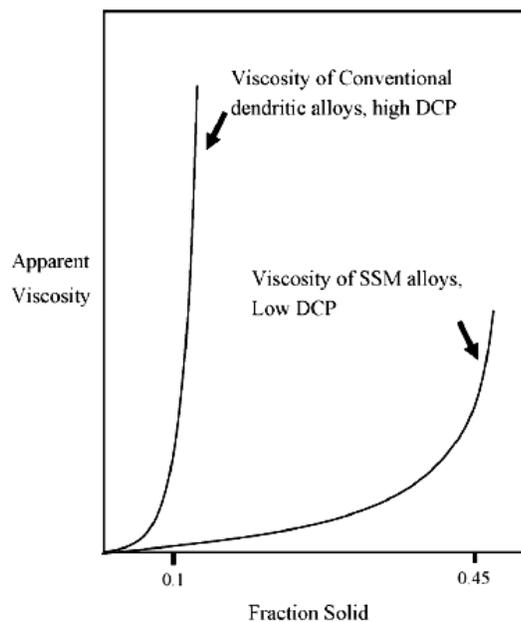


Figura 2.12: Esquematização genérica da diferença entre um processo convencional de solidificação de uma liga para um processamento diferenciado de um SSM (Chai et al., 1992).

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

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

Um exemplo que relaciona a microestrutura do material com a viscosidade aparente é mostrado pela Figura 2.13. Ito et al. (1991) fizeram vários experimentos que correlacionavam a viscosidade com a taxa de cisalhamento numa liga de Al-Si com 40% de fração sólida, variando alguns parâmetros em termos de resfriamento contínuo, estado estacionário e variações repentinas na taxa de cisalhamento. Observou-se que os valores de viscosidade mais elevados foram encontrados quando a liga era continuamente resfriada, devido à formação de dendritas e rosetas no material (estruturas que criam resistências à movimentação das partículas entre si), diminuindo posteriormente devido à quebra dos aglomerados, conforme o cisalhamento aumentava. Para o experimento no estado estacionário, no qual a taxa de deformação foi mantida constante por um período longo, a viscosidade se mostrou inferior à obtida durante o resfriamento contínuo, porque os núcleos sólidos formados cresceram mais esferoidizados (mas, deve-se observar que poderia surgir a formação de aglomerados, o que aumentaria o valor da viscosidade). Porém, para o experimento no qual a taxa de cisalhamento era bruscamente mudada, a estrutura não tinha tempo para se reorganizar, pois demoraria a se ajustar à nova taxa imposta (característica de pastas tixotrópicas), e as viscosidades medidas caíram para um valor inferior às obtidas no estado estacionário. Observa-se também que, para todos os experimentos feitos, com o aumento da taxa de cisalhamento, a viscosidade diminuiu, como conseqüência da diminuição do tamanho dos grãos e sua parcial ou total esferoidização, conforme mostra esquematicamente o desenho. Portanto, de acordo com a morfologia presente na estrutura do material, observa-se que a viscosidade é menor quanto mais esferoidizados forem os grãos e menos organizados e/ou aglomerados estiverem.

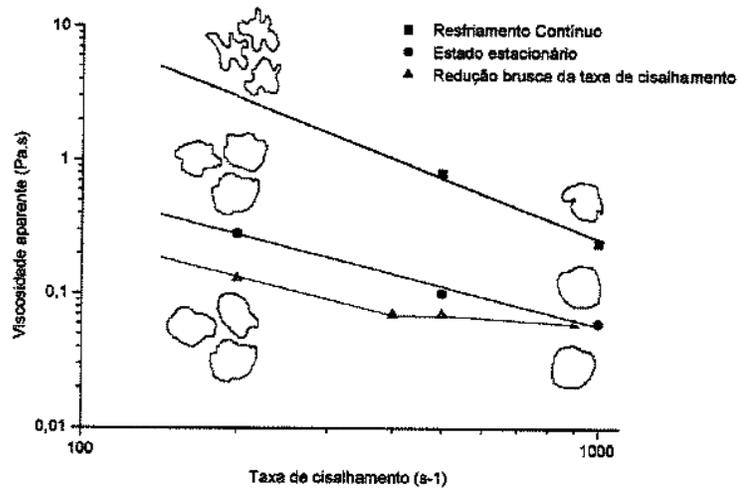


Figura 2.13: Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento (Ito et al., 1991).

Brabazon et al. (2003), realizando experimentos para analisar variações na viscosidade de SSM, observaram ser necessário controlar o tempo de descanso entre as etapas de processamento da pasta, uma vez que há a tendência à reorganização/aglomeração da nova estrutura obtida durante este período, elevando sobremaneira o valor da viscosidade aparente (o que poderia interferir nas condições de preenchimento do molde de uma peça). Vários testes foram realizados com uma liga de Al-Si com 36% de fração sólida, com diferentes intervalos “de descanso”. Um dos resultados obtidos está expresso na Figura 2.14.

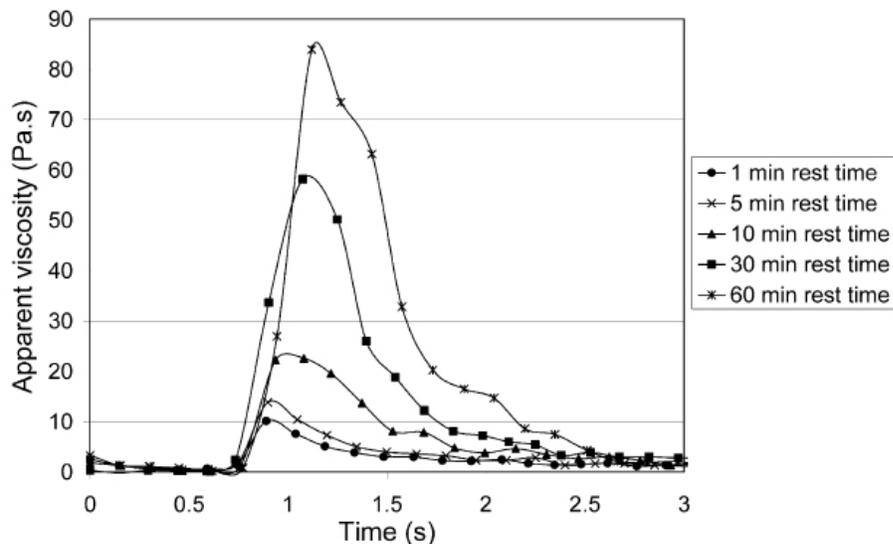


Figura 2.14: Diferentes “tempos de descanso” entre etapas de processamento (Brabazon, 2003).

Como pôde ser analisado e observado pelos diversos experimentos citados, o tamanho dos

grãos e a distribuição deles pelo SSM influenciam de forma decisiva nos valores da viscosidade aparente medidos. Assim, deve-se salientar que a escolha da composição química da liga (que determina a quantidade de soluto e eutético presentes e a dinâmica entre eles) e/ou a introdução de nucleantes como refinadores de grão, terá como resposta efeitos de diminuição da viscosidade. Porém, deve-se tomar o cuidado de se controlar a quantidade das partículas intermetálicas que surgem pela reação química dos nucleantes com os componentes da liga, uma vez que estas poderiam prejudicar o comportamento viscoso do SSM, porque seriam como “partículas de areia” presentes na pasta.

De acordo com todas estas experiências, pode-se concluir que a viscosidade num 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 das dendritas em rosetas ou em glóbulos) efetuada de diversas maneiras, inclusive por ultra-refino 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).

Segundo Laxmanan e Flemings (1980), que analisaram equações matemáticas e realizaram simulações computacionais, comparando modelos newtonianos e não-newtonianos, concluíram

que se pode utilizar a equação abaixo como uma boa aproximação para cálculos da viscosidade aparente de um SSM em ensaios simples de compressão, por considerá-lo como um fluido newtoniano nestas condições. Temos μ (viscosidade aparente em $Pa.s$), F (força instantânea em N), V (volume do corpo de prova em m^3), H (altura instantânea do corpo de prova em m), H_0 (altura inicial em m), t (tempo decorrido em s):

$$\mu = \left(\frac{8\pi F}{3V^2} \right) \left(\frac{1}{H^4} - \frac{1}{H_0^4} \right)^{-1} t$$

Equação 2.1

Além dos cálculos para a obtenção da viscosidade, Laxmanan propôs uma maneira simplificada para se obter a taxa média de cisalhamento (γ_{av}), onde dh/dt é a taxa de compressão (mm/s) e h é a altura (m):

$$\dot{\gamma}_{av} = - \left(\sqrt{\frac{v}{\pi}} \right) \left(\frac{dh/dt}{2h^{2.5}} \right)$$

Equação 2.2

2.2.4 Métodos de Caracterização de SSM

Existem alguns métodos de caracterização dos diferentes parâmetros térmicos e estruturais de um material, ou seja, que apontam as temperaturas de transição de fases e de estado. A seguir, serão abordados alguns dos métodos mais utilizados.

2.2.4.1 Caracterização Térmica

Para a caracterização térmica, os mais conhecidos são: MTDATA, Análise Térmica Diferencial (ATD), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Simulação Thermo-Calc. Este último é o que apresenta resultados mais confiáveis, porque melhor se aproxima dos resultados reais das temperaturas de transição de uma liga *versus* fração líquida, uma vez que utiliza o método CALPHAD para cálculo de materiais que possuam multicomponentes. Este método

utiliza de um modelo matemático que considera diversos parâmetros simultaneamente: a existência dos vários constituintes existentes numa liga (suas propriedades termodinâmicas e diagramas de fase, conforme o banco de dados pertencente a este programa), juntamente à Equação de Scheil (condições fora do equilíbrio termodinâmico).

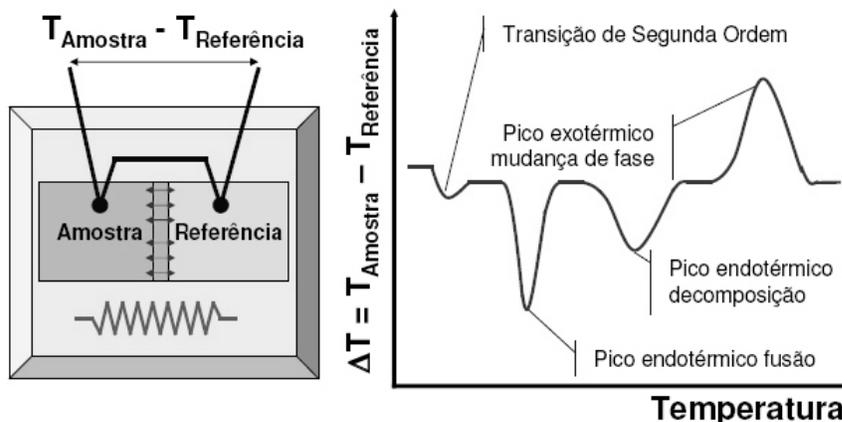


Figura 2.15: Esquema de um aparelho DSC e um gráfico genérico de medidas obtidas.

Os esquemas apresentados na Figura 2.15 visam oferecer uma explicação simplificada de como é obtido um gráfico de DSC. O princípio é simples: pela via da inserção de um termopar na amostra/material de referência sob aquecimento (ou resfriamento) constante, obtêm-se uma curva do tipo ilustrado. Por este gráfico (diferença de temperatura entre a amostra e o material de referência x variação da temperatura durante o aquecimento), podemos observar uma primeira depressão referente a alguma transição de segunda ordem, outra referente a um processo endotérmico de fusão, mais uma depressão como sendo algum processo endotérmico de decomposição estrutural (estas depressões denotam algum tipo de variação na estrutura cristalina e/ou variação em alguma propriedade física do material, como também pela dissolução de precipitados) e, finalmente, um pico exotérmico de mudança de fase. As depressões na curva são relativas às “quedas de temperatura” captadas pelo termopar, significando que a amostra absorveu muito calor para fazer uma transformação e o pico se refere à “liberação de calor” pela amostra.

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

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

2.2.4.2 Caracterização Macro/Microestrutural

Como visto no item 2.2.2 (compreensão da estrutura tridimensional), foi dito que, na grande maioria das vezes, a caracterização dos materiais é feita analisando a microestrutura ao se observar as fotos de uma seção transversal da amostra. Porém, ao interpretar a composição desta amostra dessa forma, incorre-se no erro de que os glóbulos (mostrados na foto), se vistos separados entre si, serão interpretados como estruturas independentes. Contudo, eles poderão estar interconectados em outros níveis como um único grão complexo (um “esqueleto dendrítico”, como mostrado esquematicamente nas Figuras 2.10), o que altera sobremaneira a viscosidade e outras propriedades físicas esperadas para este material.

Baseando-se nessa suposição, para melhor caracterizar um material (se ele será adequado ou não à tixotomização), se faz necessário saber sobre:

- 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 esferoidização 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, utilizam-se de algumas ferramentas:

- Simulação Termo-Calc: para cálculo da fração sólida, comparando resultados via simplificações de modelo termodinâmico pela equação de Scheil e pelo cálculo de área da curva DSC;
- 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;
- Cálculo da porosidade (% vol.) por picnometria.

1) Cálculo da fração sólida:

Para ser possível o cálculo da fração sólida num SSM, é necessário determinar algumas condições de contorno, uma vez que não há a possibilidade de se obter uma solidificação no equilíbrio (avanço da solidificação extremamente lento, com todo o soluto uniformemente distribuído). Estas são condições que complicam a formulação matemática necessária, uma vez que as concentrações de soluto não atingirão os valores correspondentes ao diagrama de fase para cada temperatura, se fosse utilizado como base os cálculos da Regra da Alavanca. Contudo, podemos fazer uma primeira estimativa considerando-se um sistema *fora do equilíbrio* (avanços mais rápidos com movimentação de líquido na frente de solidificação, desprezando a difusão de soluto no sólido e no líquido, como também a contração do metal durante a solidificação – como pode ser considerado o caso das ligas Al-Cu, uma vez que o átomo de cobre é maior que o átomo de alumínio), utilizando como base conceitual a equação de Scheil – Flemings (1974). Assim, na Equação de Scheil para o cálculo da fração sólida, tem-se f_S , T_F , T_L , T , k como sendo a fração

sólida, temperatura de fusão do solvente, temperatura *liquidus* da liga, temperatura T na dada composição da liga e coeficiente de partição (neste presente trabalho, considera-se o seu valor médio $k=0,17$, uma vez que a linha *liquidus* e *solidus* são praticamente retas para o diagrama de fase Al-Cu na região hipoeutética, vide Figura 2.18), respectivamente.

$$f_s = 1 - \left(\frac{T_F - T}{T_F - T_L} \right)^{\frac{1}{k-1}}$$

Equação 2.3

O software *Proteus Analysis* faz o cálculo integral da área da curva traçada via DSC. Uma ilustração de como os valores são encontrados pode ser visto no gráfico da Figura 2.16.

Os valores calculados pela Equação 2.3 ou pela área da curva DSC, como explicado, serão apenas referências básicas para comparações aos valores obtidos via a Simulação Termo-Calc.

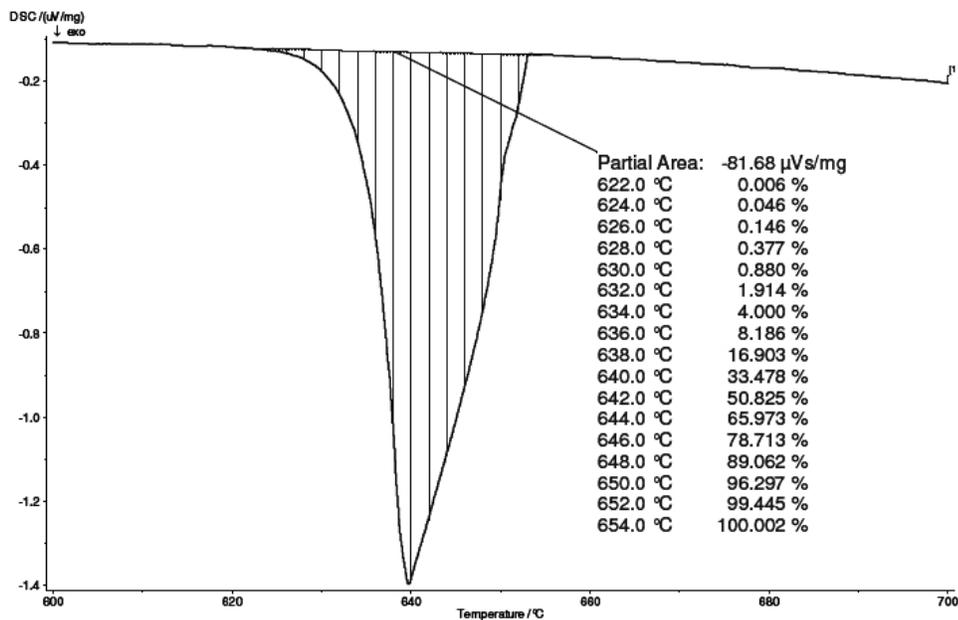


Figura 2.16: Exemplo de cálculo de fração sólida via área do gráfico DSC para o Alumínio puro.

2) Método dos interceptos:

Traça-se várias linhas numa fotografia (nos ângulos 0°, 45° e 90° e com comprimento determinado); conta-se a quantidade de glóbulos ou de grãos (de acordo com o método sugerido pela Figura 2.17); e faz-se uma média correspondente ao tamanho da “barra” utilizada (relativa ao aumento explicitado na micrografia). Dessa forma, obtêm-se o tamanho médio dos glóbulos na

foto preto e branco e dos grãos nas fotos coloridas. De acordo com o exemplo desenhado na Figura 2.17, teremos: se olharmos para o corte BB', a amostra “i” correspondente à parte de “f” possuirá 5,5 glóbulos; a amostra “j” apresentará 4 e a amostra “k” apenas 1. Para a contagem de grãos, lembrar que entidades de mesma tonalidade representam “um grão”, mesmo se separada por uma linha. Dessa maneira, a contagem seria de 1,5 , 2, 1.

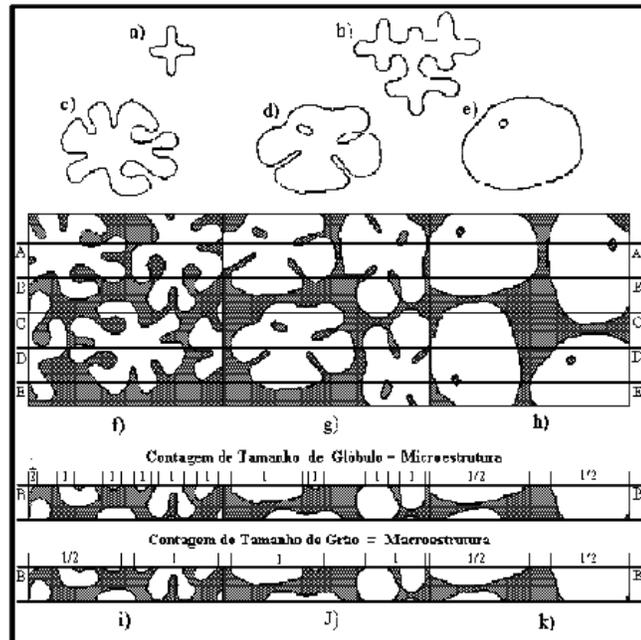


Figura 2.17: Exemplo de método de contagem do número de glóbulos e grãos de uma amostra.

3) Estimativa do Fator de Forma:

Liu (2002) avaliou ligas de alumínio em testes de compressão, utilizando do fator de forma adotando a equação de Witulshi (1998):

$$SF = \frac{4\pi A_{\alpha}}{P_{\alpha}^2}$$

Equação 2.4

Por meio do *software* ImageJ, o qual calcula os valores médios para os parâmetros A_{α} e P_{α} (área dos glóbulos da fase alfa e perímetro dos glóbulos da fase alfa, respectivamente), obtêm-se também uma estimativa da circularidade dos glóbulos.

4) Avaliação do RQI:

O índice RQI (*Rheocast Quality Index*) fornece a relação glóbulo/grão, junto ao fator de

forma, com o objetivo de melhor caracterizar um material. Segundo Zoqui (2003), para que uma estrutura seja globular, o tamanho de grão e de glóbulo deverá ser idêntico. Nesse caso, o grão na “macroestrutura” tende a ter o mesmo tamanho e forma do glóbulo visto na “microestrutura”; isto é, 1glóbulo = 1 grão. Mas, na maior parte das vezes, o formato do glóbulo é quase esférico ou de roseta; portanto, não se tem a relação 1/1, dando uma interpretação falsa da morfologia do SSM. E, somando-se a esta questão, ainda existe o fato de que a matéria prima poderá conter uma formação dendrítica inicial com inúmeros braços. Ao ser reaquescida, para ser preparada para a tixoconformação, haverá a microsegregação do soluto junto com o fenômeno de crescimento de grão com ou sem coalescência (dependendo do tipo de processamento escolhido). Este soluto e parte do eutético liquefeito poderão ficar retidos dentro da fase alfa, diminuindo o “efeito de lubrificação”, o que prejudicaria o processo de mudanças estruturais esperadas, resultando em tamanho de grãos maiores. Para contornar este problema, pode-se fazer uma correção no RQI ao multiplicá-lo por uma relação da real quantidade de fração líquida existente ao redor e no interior dos grãos (RQI p&s), sendo f_L e f_{EL} fração líquida e fração de poça retida (*entrapped liquid*):

$$\text{RQI} = \text{Tamanho de glóbulo} / \text{Tamanho de grão} \times \text{SF} \quad \text{Equação 2.5}$$

$$\text{RQI} = (\text{Tamanho de glóbulo} / \text{Tamanho de grão} \times \text{SF}) \times (f_L - f_{EL}) / f_L \quad \text{Equação 2.6}$$

Ou ainda, calculando-se uma circularidade em valores entre 0 – 1,0, a equação do RQI toma a forma de:

$$\text{RQI} = \text{Tamanho de glóbulo} \times \text{Circularidade} / \text{Tamanho de grão} \quad \text{Equação 2.7}$$

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

- 1) Averiguar se a faixa de temperatura de transição é suficientemente larga;
- 2) Encontrar a fração sólida mais adequada à tixoconformação para cada tipo de liga;
- 3) Os grãos, após reaquescimento, devem ser da ordem de 70 - 100 μ m;
- 4) Os glóbulos devem ser o mais esféricos possível;

- 5) Existir o mínimo de poças retidas após o reaquecimento;
- 6) Possuir o mais possível de eutético ao redor dos grãos (efeito de “lubrificação”);
- 7) Possuir uma relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo a mais próxima a 1,0 (menor “esqueleto dendrítico”);
- 8) Observar a quantidade de precipitados (que possam auxiliar no efeito de “lubrificação” ou prejudicar pelo “efeito areia” quanto a melhorar ou não os valores de viscosidade);
- 9) Encontrar o melhor tempo de espera no reaquecimento (para controle da melhor transformação das rosetas em glóbulos, mas sem permitir demasiada coalescência) pela via do mais adequado resultado de viscosidade;
- 10) Observar a quantidade de trincas de contração, poros e bolhas presentes na matéria prima ou geradas após o reaquecimento/resfriamento (prejudiciais às propriedades mecânicas).

2.3 AS LIGAS DE ALUMÍNIO - COBRE

O alumínio ocupa lugar de destaque entre todos os principais segmentos industriais como embalagens, transportes (componentes automotivos, navais e aeronáuticos), fios e cabos, além de outros componentes na indústria eletro-eletrônica, de utensílios domésticos, de equipamentos nas indústrias químicas e construção civil. É também a matéria prima das indústrias que fabricam produtos extrudados, fundidos, forjados, impactados, laminados, químicos, metalúrgicos, abrasivos, entre outros, chegando ao mercado na forma de ligas especiais (fundamentalmente, as ligas leves de alumínio-silício, alumínio-cobre e alumínio-magnésio), alumínio primário de diversos graus de pureza, alumínio em pó e até mesmo na forma líquida em contêineres especiais. Entretanto, mesmo com o baixo custo para a sua reciclagem (alumínio com impurezas), a elevada quantidade de energia necessária para a sua obtenção do estado bruto (alumínio quase puro) ainda restringe sobremaneira a amplitude das possibilidades existentes da sua aplicação, além das implicações ecológicas negativas no rejeito dos subprodutos do processo de reciclagem, ou mesmo da produção do alumínio primário. Sua ampla utilização nos diversos segmentos industriais se deve à sua abundância na natureza (é o terceiro mais abundante na forma bruta da bauxita) e às suas propriedades, como alta resistência à corrosão e durabilidade (devido à estabilidade da camada de seu óxido), alta condutibilidade térmica e elétrica, baixa densidade

(leveza), alta refletividade à luz e ao calor, além de não ser tóxico, não magnético, e não produzir faíscas quando exposto a atritos.

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

Alloy group	Nominal chemical composition ^(a) , wt%										
	Mg	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Zr	Other
Wrought alloys											
1xxx (Al)	0.006–	0.006–	0.002–	0.01–	0.002–	0.006–	...	0.006–	0.006–
>	0.25	0.7	0.06	0.03	0.05	0.6		0.35	0.05		
99.00%											
2xxx (Cu)	0.02–	0.10–	0.02–	0.05–	0.05–	0.12–	0.05–	0.8–	0.10–	0.05–	...
	0.8	1.3	0.3	0.2	1.3	1.3	2.3	6.8	0.80	0.5	
3xxx (Mn)	0.05–	0.3–	0.05–	0.05–	0.05–	0.1–	0.05	0.05–	0.05–	0.1–	...
	1.3	1.8	0.10	0.40	1.8	1.0		0.50	1.0	0.5	
4xxx (Si)	0.05–	0.8–	0.04–	0.05–	0.03–	0.20–	0.15–	0.05–	0.05–
	2.0	13.5	0.30	0.25	1.5	1.0	1.3	1.5	0.25		
5xxx (Mg)	0.2–	0.08–	0.05–	0.05–	0.03–	0.10–	0.03–	0.03–	0.05–
	5.6	0.7	0.20	0.35	1.4	0.7	0.05	0.35	2.8		
6xxx (Mg + Si)	0.05–	0.20–	0.08–	0.03–	0.03–	0.08–	0.2	0.10–	0.05–	0.05–	...
	1.5	1.8	0.20	0.035	1.0	1.0		1.2	2.4	0.20	
7xxx (Zn)	0.10–	0.10–	0.03–	0.04–	0.02–	0.10–	0.10	0.05–	0.8–	0.05–	...
	3.7	0.50	0.15	0.35	1.5	0.70		2.6	8.7	0.18	
8xxx (other element)	0.02–	0.10–	0.08–	0.01–	0.02–	0.10–	0.2–	0.03–	0.03–	0.04–	Li, B, Sn, Ga
	1.4	1.0	0.2	0.2	1.0	2.0	1.3	2.2	1.8	0.16	
Cast alloys											
1xxx (Al)	...	0.10–	0.15–	0.25–	...	0.05–	0.05
>		0.15	0.35			0.8		0.10			
99.00%											
2xxx (Cu)	0.03–	0.05–	0.06–	0.15–	0.05–	0.04–	0.03–	3.5–	0.05–
	2.3	3.5	0.35	0.40	0.7	1.5	2.3	10.7	2.5		
3xxx (Si + Cu/Mg)	0.03–	4.5–	0.04–	0.05–	0.03–	0.06–	0.10–	0.03–	0.03–
	1.5	23.0	0.25	0.35	0.8	1.5	3.0	5.0	4.5		
4xxx (Si)	0.05–	3.3–13	0.20–	0.25	0.05–	0.12–	0.05–	0.05–	0.05–
	0.10		0.25		0.5	1.3	0.5	1.0	0.5		
5xxx (Mg)	1.4–	0.10–	0.10–	0.25	0.05–	0.10–	0.05–	0.05–	0.05–
	10.6	2.2	0.25		0.6	1.3	0.4	0.30	0.20		

Contudo, por apresentar baixa resistência mecânica (é o segundo material mais maleável e o sexto mais dúctil), se faz necessário compor ligas com pequenas porcentagens de outros materiais, resultando numa ótima correlação resistência/peso, juntamente a uma alta tenacidade à fratura. Em geral, podemos dividir os elementos adicionados como: elementos que conferem à liga a sua característica principal (resistência mecânica, resistência à corrosão, fluidez no preenchimento de molde, etc.); e elementos que têm função acessória, como o controle da microestrutura e das impurezas que prejudicam a fabricação ou a aplicação do produto. A Tabela 2.1 mostra os limites mínimo e máximo da porcentagem dos constituintes existentes para as várias ligas de alumínio (*ASM Handbook*, 2004).

O cobre é um dos mais importantes elementos de liga com o alumínio, conferindo uma razoável resistência mecânica ao material não somente em solução sólida, como também pela

formação de precipitados (com apropriado tratamento térmico). A máxima solubilidade do cobre no alumínio ocorre com 5,7% Cu (em peso) à temperatura eutética de 548°C, diminuindo rapidamente para 0,1% Cu (em peso) à temperatura ambiente. A adição do cobre atua como endurecedor, como também diminui a contração do material ao ser resfriado. Por ser um dos elementos mais comumente utilizados na confecção das ligas de alumínio, já foi desenvolvida uma ampla variedade de ligas contendo estes dois elementos como básicos. Um primeiro trabalho foi feito em 1926 sobre a liga AA2025 (4,4%Cu, 0,8%Mn, 0,8%Si) para materiais forjados e, posteriormente, sobre a liga AA2219 (6,3%Cu, 0,3%Mn, 0,25%Zr, 0,1V, 0,06%Ti), esta última apresentando maior resistência, boa soldabilidade, resistência superior à corrosão e melhores propriedades a elevadas temperaturas. A liga AA2011 (5,5%Cu, 0,4%Bi, 0,4%Pb) é usada como referência padrão para produtos que requeiram fácil e rápida usinabilidade, e a liga AA2014 (4,4%Cu, 0,5%Mg, 0,8%Mn, 0,8%Si) foi desenvolvida mais tarde com o objetivo de ser mais sensível ao envelhecimento artificial que a liga AA2017 e é utilizada principalmente na carenagem de caminhões e estruturas aeronáuticas. As ligas AA2011 e AA2014 produzidas pela Alcoa são ligas de alumínio-cobre com algumas adições de outros elementos para servir a determinadas qualificações e exigências mecânicas. A liga AA2011 é uma liga alumínio-cobre com adição de chumbo e bismuto e pode ser preparada por três tratamentos térmicos diferentes, segundo necessidades de esforços que serão exigidos das peças posteriormente produzidas; a liga AA2014 é preparada pelo tratamento térmico T651, oferecendo altos níveis de resistência e boa dureza. Pode ser oferecida também sem tratamento térmico (condição 0), a qual proporciona boa conformabilidade (ver maiores especificações no Anexo B sobre as duas ligas).

Os constituintes adicionados em ligas de alumínio-cobre podem ser divididos em dois grandes grupos: os *solubilizáveis*, contendo Mg, Si ou Zn, e os *não solubilizáveis*, como os que ocorrem em ligas contendo Fe, Mn e Ni:

- Magnésio: aumenta a resistência mecânica e à corrosão, melhora a conformabilidade e facilita a soldagem por resistência;
- Silício: aumenta a fluidez, reduz a contração e melhora a usinabilidade (em baixos teores);
- Zinco: em combinação com o magnésio, produz alta resistência ao impacto, alta resistência à tração e excelente ductibilidade; pequenos teores de zinco nas ligas de Al-

Cu melhora a usinabilidade;

- Ferro: reduz a contração, atua como refinador de grão (exceto nas ligas de silício), diminui a adesão à matriz em fundição sob pressão;
- Manganês: reduz a contração, atua como refinador de grão, nas ligas de Al-Cu e Al-Si, melhora a resistência à tração a altas temperaturas (na presença de ferro, pode ter efeito contrário);
- Níquel: melhora a estabilidade dimensional, melhora a resistência em temperaturas elevadas.

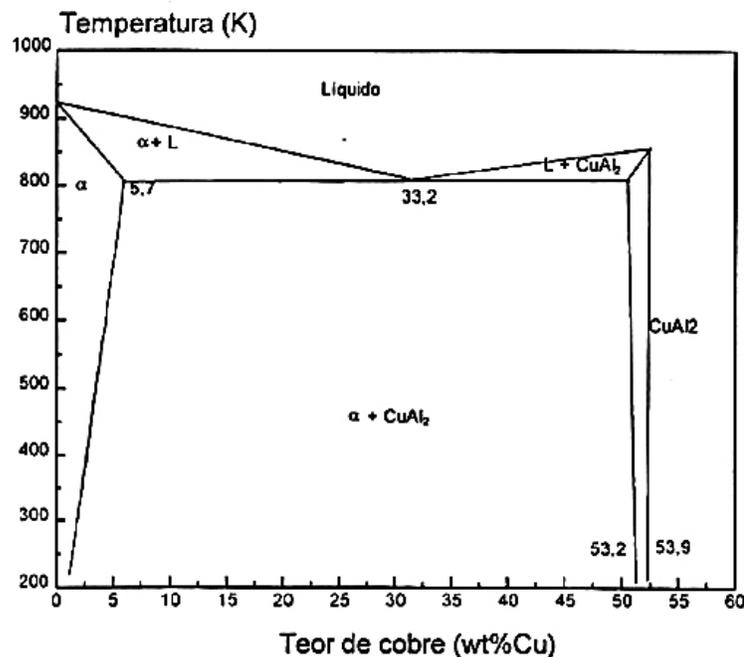


Figura 2.18: Diagrama de fases para a liga binária Al-Cu (Mondolfo, 1976).

As ligas comerciais de Al-Cu apresentam dendritas com o alumínio como constituinte primário com um certo teor de cobre em solução sólida e uma variedade de precipitados nos contornos de grão ou espaços interdendríticos, formando uma rede mais ou menos contínua. Baixos teores de cobre aliados a altas taxas de resfriamento diminuem a possibilidade de formação do principal eutético (Al- α e CuAl_2). Para ligas com baixos teores de cobre, tratamentos térmicos podem promover a dissolução ou esferiodização de determinados precipitados, aumentando a ductilidade da liga, assim como a deformação plástica pode quebrar estes microconstituintes, promovendo a sua redistribuição. Contudo, para uma análise geral da morfologia da liga, podemos observar que, para teores de até 5,7wt%Cu, a microestrutura

esperada à temperatura ambiente e em condições de equilíbrio são dendritas contínuas da fase alfa, envoltas por uma rede descontínua de CuAl_2 (também conhecido pela designação “fase θ ”). Possui estrutura tetragonal, alta dureza Vickers (de 4000 a 6000 MN/m), sendo extremamente dura acima de 477°C , não apresentando plasticidade abaixo de 527°C (Ohno, 1970). Para teores acima de 5,7wt%Cu, eutético se apresenta de maneira contínua ao redor da fase primária. A Figura 2.18 apresenta o diagrama binário da liga Al-Cu. Lembrar que qualquer adição de novos elementos mudará em alguma medida as linhas de transformação deste diagrama.

Um dos problemas mais comuns, no tocante ao controle de qualidade das peças feitas por ligas de alumínio, se relaciona à presença de porosidades, proveniente da absorção de gases durante o processamento (como o ar, por exemplo), ou pela dissolução de hidrogênio no alumínio líquido como mostrado na Equação 2.8. Junto a esta formação indesejável de gás hidrogênio, está o surgimento do precipitado de alumina:



Esta reação é extremamente favorável, devido à alta estabilidade do componente Al_2O_3 . O hidrogênio pode surgir pela via dos vapores de água contidos na atmosfera, ou por outras fontes de hidrogênio como cargas sujas, combustíveis utilizados nas fundições e outros meios contaminantes. Quando o hidrogênio se dissolve no metal líquido, tende a formar bolhas e sair. Contudo, esta dinâmica é lenta, não tendo tempo para que ocorra, resultando em produtos porosos. Assim, operações de desgaseificação são necessárias para a obtenção de ligas com qualidade (como pelo uso de pastilhas de hexafluoreto de enxofre, lanças de gás, desgaseificadores de rotor, desgaseificação por tratamento à vácuo). Quanto ao precipitado, ele permanece alojado nos contornos de grão, comprometendo em alguma medida a viscosidade do SSM, além de algumas propriedades mecânicas do material (Zoqui, 1995).

Dependendo da pureza do alumínio primário utilizado e dos outros constituintes da liga, poderão ser encontrados os precipitados FeAl_3 e FeAl_6 (com a aparência de agulhas ou rosetas), Fe_2SiAl_8 (possui a aparência de placas), $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (com a aparência de agulhas finas negras), e $\text{FeMg}_3\text{SiAl}_8$ (com o aspecto de “escrita chinesa”), até mesmo a formação da fase intermetálica Mg_2Si (com a aparência de “escrita chinesa” fina e partículas dispersas), uma vez que a bauxita – minério do qual o alumínio é extraído – possui quantidades razoáveis de ferro e silício na sua

composição; ou, em determinadas ligas, ferro pode ser introduzido para se obter propriedades mecânicas específicas. Se existir quantidade suficiente de cobre, ainda poderá ser formado $\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Al}_6$. Contudo, alguns fabricantes tentam manter o conteúdo destas impurezas abaixo de 0,3% e 0,2 (ferro e silício, respectivamente), uma vez que os compostos intermetálicos (Fe_2SiAl_8 e FeAl_3) podem reduzir a resistência à fratura e ductilidade da liga. Outros compostos intermetálicos que podem ser encontrados, no caso das ligas AA2014, seriam o $(\text{CuFeMn})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$, o $\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{SiAl}_5$ (no aspecto de “escrita chinesa” e poliedros), e também o $\alpha\text{-Al(FeMn)Si}$ (sua aparência se faz como uma “escrita chinesa em teia”) (*ASM Handbook*, 2004).

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para melhor avaliar a tixoconformabilidade das ligas AA 2011 e AA 2014, foram feitas análises basicamente em três abordagens específicas:

- Caracterização composicional e térmica: definir se a faixa de temperatura entre a *liquidus* e a *solidus* é possível à tixoconformação e as temperaturas para os reaquecimentos;
- Caracterização macro/microestrutural: analisar a progressão morfológica do material das ligas, de acordo com as temperaturas dos reaquecimentos e tempos de espera determinados;
- Testes de compressão à quente: determinação da viscosidade aparente, taxa de cisalhamento, tensão de escoamento e tensão máxima nas temperaturas escolhidas para os reaquecimentos e nos tempos de espera determinados.

3.1 CARACTERIZAÇÃO COMPOSICIONAL E TÉRMICA

A análise dos componentes das ligas foi efetuada por três laboratórios: Laboratório de R-X do DEMa (FEM/UNICAMP), CBA e Alcoa. O primeiro utilizou Espectrômetro de Fluorescência de Raio-X (Rigaku – RIX 3100) com diâmetro do feixe de 10mm; o segundo e o terceiro utilizaram Espectrômetro de Emissão Ótica, com diâmetro de queima de 10mm e de 30mm, respectivamente. O diagnóstico da Alcoa foi realizado num espectrômetro de emissão ótica e comparado com os dados apresentados na norma ABNT/NBR 6834:2000 (esta norma abrange sistemas de classificação das ligas trabalháveis, das ligas para fundição, peças, lingotes e de alumínio primário, além de densidade nominal das ligas trabalháveis de alumínio).

A caracterização térmica DSC foi executada no laboratório de caracterização de materiais do DEMa (FEM/UNICAMP) pelo equipamento de análise térmica NETZSCH STA 409C, utilizando-se de três taxas de aquecimento (5, 10 e 15°C/min) até 700°C em amostras com massa da ordem de 50 mg e, em seguida, resfriando-as até a temperatura ambiente numa taxa análoga.

Como havia sido explicitado no item 2.4.1 do Capítulo 2, a determinação das temperaturas

para as frações sólidas foi feita pela Simulação Termo-Calc, pelo cálculo da área da curva de aquecimento do gráfico DSC (*software Proteus Analysis*), e pelo cálculo da Equação de Scheil. Os reaquecimentos, até as temperaturas determinadas de acordo com o método mais adequado, foram executados via forno de indução (NORAX – Canadá Inc.), bobina com diâmetro interno de 12 cm, com tempos de espera de 0 s, 30 s, 90 s, 210 s em amostras com massa entre 15 e 25 g.

3.2 CARACTERIZAÇÃO MACRO/MICROESTRUTURAL

Com o intuito de se trabalhar com tamanhos de grão semelhantes nas análises feitas nessa etapa, todas as amostras foram retiradas das coroas radiais medianas dos lingotes cilíndricos (para a liga AA 2011, entre 3 cm e 6 cm; para a liga AA 2014, entre 5 cm e 10 cm) e cortadas nas dimensões da ordem de 2x2x2,5 cm. Este cuidado foi necessário devido a possibilidade de existir variação na porcentagem de cobre ao longo da seção transversal, o tamanho dos grãos pode variar consideravelmente, como também evitar boa parte dos defeitos de solidificação inerentes ao rápido resfriamento da superfície externa dos lingotes imposto pelo processo industrial.

Para o processo de reaquecimento, as amostras foram colocadas bem ao centro da bobina de indução com taxa de aquecimento entre 80 e 100°C/min. Ao ser atingida a temperatura determinada (e de acordo com os tempos de espera), logo em seguida as amostras foram resfriadas por imersão em água à temperatura ambiente (da ordem de 25°C), secas e rotuladas.

O preparo das amostras para as análises metalográficas, após elas terem sido cortadas ao meio e embutidas em baquelite, se deu da seguinte forma: primeiramente, passaram pelo processo de lixamento gradual (lixa d'água de 100 mesh – para a retirada das marcas de serra – depois pelas de 400, 800, 1200 e 1500 mesh); depois, polidas com solução de alumina de 1 µm (pano umedecido com água e detergente neutro).

Para a análise microestrutural, após o processo de polimento, as amostras passaram pelo ataque do ácido HF a 1% durante 10 s. Este procedimento inicial visou deixar evidenciada a existência dos precipitados sem danificá-los e se observar melhor a distribuição das trincas de contração e das porosidades. Contudo, para uma melhor comparação da contagem do número de glóbulos e para o cálculo da circularidade via o *software* ImageJ, utilizou-se as mesmas

fotografias das análises macroestruturais, só que na versão branco e preto, uma vez que os contornos se tornam mais enegrecidos, devido ao segundo ataque ácido necessário.

Para a análise macroestrutural, utilizou-se o ataque eletrolítico logo após o ataque pelo HF. Dessa forma, os contornos de grão são mais atacados e melhor delineados, e a superfície dos mesmos é recoberta por uma fina camada de óxido que, quando observada sob a luz polarizada, revela a estrutura dos grãos e suas diferentes orientações cristalográficas por meio de diferentes cores, pois oriundas de diferentes difrações da luz. O eletrólito escolhido para este ataque foi o Barker (diluição do ácido HBF_4 50% em água). De acordo com o texto encontrado no *ASM Handbook* (2004), a diluição proposta para as ligas de Al-Cu estaria em torno de 1 a 2,5% deste reagente (catodo de alumínio, 20 V, 40 s - 150 s), enquanto que pelo artigo de Liu et. al. (2003) seria de 7% (catodo de aço inox, 20V, 90 s) para uma liga AA 2014 de composição padrão. Portanto, foram necessários vários testes para se determinar a melhor resposta de cada liga às diluições de 1%, 2%, 4%, 6% e 7% e também para as voltagens (20 V, 30 V e 40 V, catodo de alumínio) e tempos de ataque. Como resultado, a liga AA 2014 só apresentou resultados razoáveis na 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%. A liga AA 2011 respondeu a todas as diluições, mas escolheu-se a de 2% (devido à limitação da liga anterior) nas voltagens de 20V e 30 V e tempos de ataque variando entre 80 s e 140 s.

Das melhores fotografias tiradas dos melhores locais de cada amostra (longe das bordas e do centro, não só para se evitar diferenciações no tempo de solidificação, como também os poros e trincas de contração), foram utilizadas 10 para o cálculo dos tamanhos médios de glóbulos e de grãos pelo método dos interceptos (cinco campos em cada uma das dez fotos selecionadas, totalizando 50 medidas triplas – os eixos de 0°, 45° e 90° – ou seja, 150 medidas aleatórias por amostra) e para as outras análises metalográficas necessárias.

Para se averiguar a possibilidade de formação de alumina durante o processo de reaquecimento, utilizou-se um forno resistivo cilíndrico (INTI – Fornos e Equipamentos Termoelétricos) com um tubo de quartzo vedado no seu centro. Dentro dele, foram colocadas amostras na região mais central, fazendo-se quatro purgas seqüenciais do ar existente até o vácuo de 10^{-2} bar, sendo repreenchido com argônio após cada purga. Ao final, o forno foi calibrado para chegar à temperatura de 620°C numa taxa de aquecimento da ordem de 20°C/min, sempre com

atmosfera controlada de argônio no interior do tubo de quartzo. Foi mantida esta atmosfera controlada durante o gradual resfriamento posterior até a temperatura da ordem de 540°C, ou seja, até que todo o material estivesse novamente solidificado. As amostras que atingiram temperatura suficiente para adentrar na região semi-sólida (limitação das dimensões do forno com relação às perdas de calor longitudinais) foram cortadas em três partes, gerando 9 amostras para análise EDS, sob mesmo preparo prévio até a lixa de 1500 mesh.

3.3 TESTES DE COMPRESSÃO À QUENTE

Os testes de compressão à quente foram realizados num equipamento servo-hidráulico para ensaios mecânicos (mod. 810 TestStar II – MTS), com capacidade de aplicação de carga de até 10.000 kgf com placas paralelas de Inconel 718, que possuem área superficial superior à área máxima ocupada pelas amostras deformadas. A esta máquina, foi acoplado um forno resistivo com capacidade de atingir temperaturas de até 1200°C. Amostras com dimensões da ordem de 15 mm de altura e 20 mm de diâmetro foram utilizadas e o sistema ajustado para aplicar uma taxa de compressão constante até o valor final de 5mm em 1 s, ou seja, de 10 mm/s. Para se evitar adesão nas placas de compressão, as amostras foram pré-isoladas com cimento tipo QF 180 (*Carbolane*). As temperaturas de aquecimento e de tempo de espera foram controladas por intermédio de um termopar do tipo K *Cromel Alumel* inserido bem no centro das amostras. Foram feitos três ensaios no mínimo para cada temperatura e tempo de espera determinados, com taxas de aquecimento próximas às utilizadas nos reaquecimentos para as análises metalográficas.

Como resultado destes testes, 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 deformação de engenharia, tensão, viscosidade e taxa de cisalhamento para ser possível traçar os gráficos relativos (viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento e tensão *versus* deformação).

A seqüência básica dos procedimentos experimentais e das análises relativas estão ilustrados pelo fluxograma da Figura 3.1.

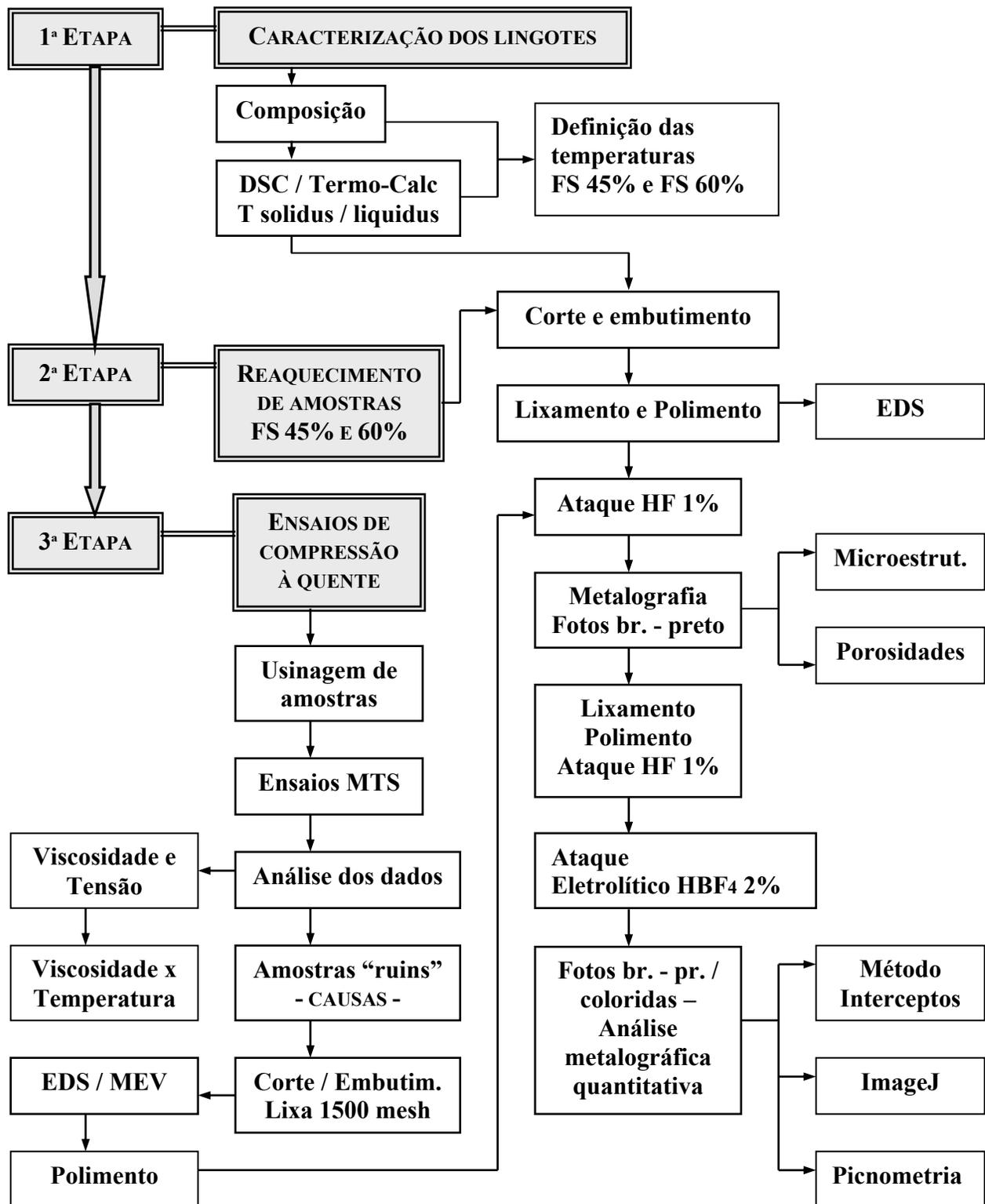
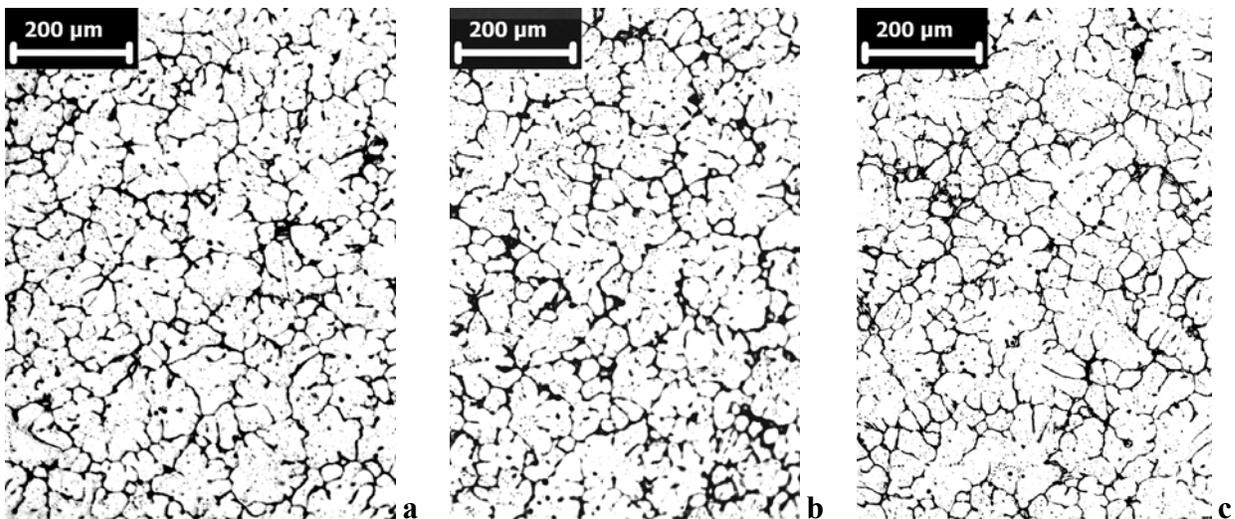


Figura 3.1: Fluxograma básico da seqüência dos procedimentos experimentais e análises, com os temas das três etapas principais em destaque.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 LIGA AA 2011

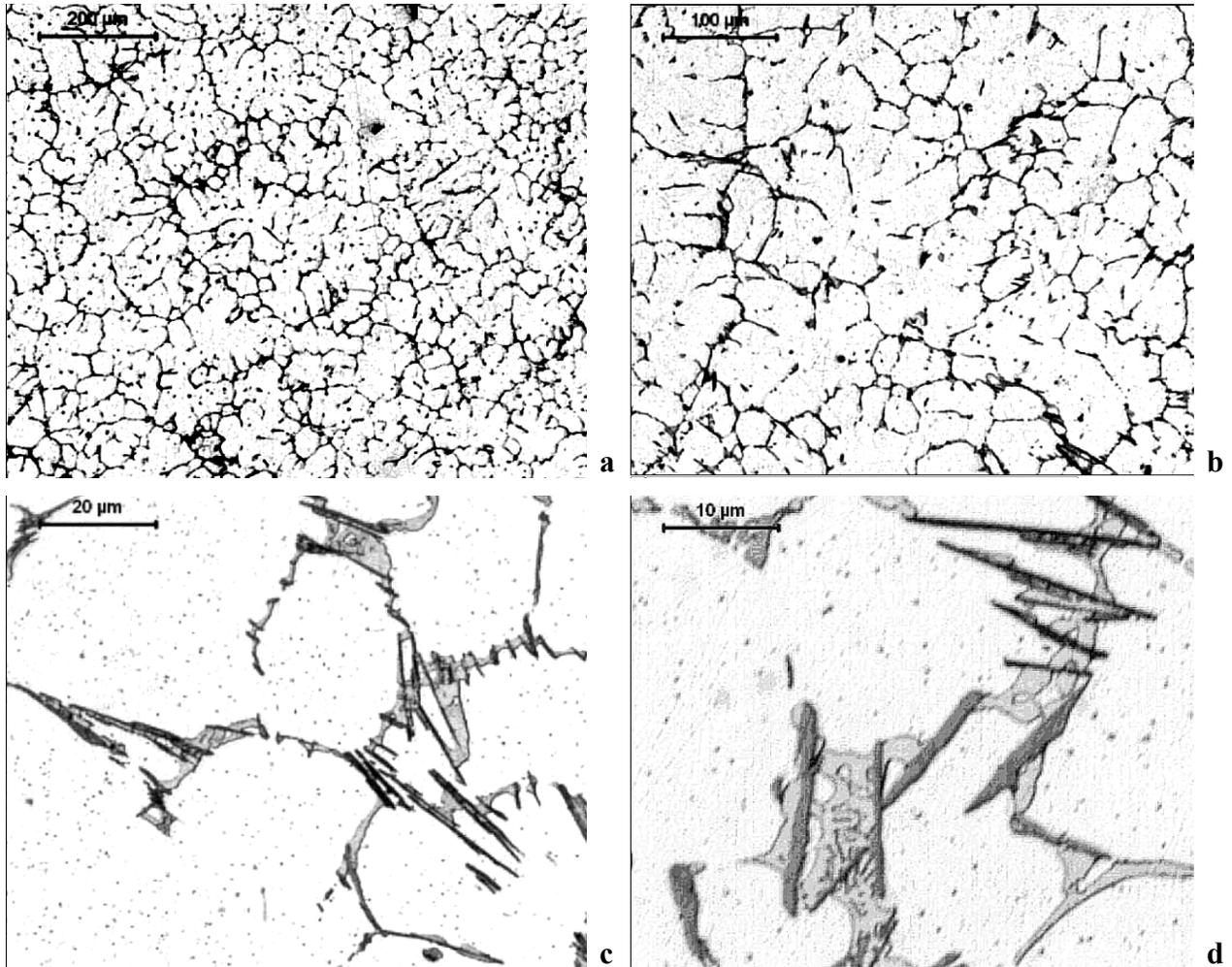
A liga AA 2011, fornecida pela empresa Alcoa, veio como um pedaço de lingote que foi produzido por lingotamento contínuo com posterior tratamento térmico T 451, nas dimensões de 30 cm de comprimento por 18 cm de diâmetro. A região escolhida para a retirada de amostras para a execução de todos os testes pretendidos foi a da coroa radial mediana (entre 3 e 6 cm). O intuito desse cuidado foi o de se obter uma homogeneidade nos estudos metalográficos, apesar deste lingote não apresentar variação relevante nos tamanhos de grão ao longo de sua seção transversal (como se pode observar pelos exemplos mostrados nas Figuras 4.1, fotos relativas à borda, coroa mediana e coroa central), mas poderiam existir pequenas variações na porcentagem dos constituintes.



Figuras 4.1: Exemplos de três regiões do lingote fornecido da liga AA 2011: a) borda, até 2 cm; b) coroa mediana (entre 3 e 6 cm); c) coroa central (entre 6 e 8 cm).

Para uma caracterização geral desta liga como fornecida, observa-se pelas Figuras 4.2 a/b grãos na forma de rosetas de muitos braços e até pequenos glóbulos. Pode-se notar também a existência de algumas porosidades circulares. Nas Figuras 4.2 c/d, observa-se uma fina dispersão de CuAl_2 no interior dos grãos e como poças nos contornos de grão (composto cinza claro) e os

vários precipitados, também na região entre os grãos. As formas que se assemelham a agulhas negras são $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, as placas alongadas cinza médio são δAlFeSi , e as pequenas esferas enegrecidas nos contornos de grão são cristais de bismuto ou chumbo, segundo análises processadas via EDS (vide Anexo C), comparadas às descrições encontradas no *ASM Handbook* (2004).



Figuras 4.2 a/b/c/d: Amostra da região radial mediana do lingote da liga AA 2011, com ataque de HF 1% em diversas ampliações.

4.1.1 CARACTERIZAÇÃO COMPOSICIONAL E TÉRMICA

A análise composicional foi efetuada por três laboratórios: Laboratório de R-X do

DEMa/FEM/Unicamp, CBA e Alcoa, como já citado no item 3.1 do Capítulo 3. As médias dos valores encontrados (porcentagem em massa) por cada laboratório estão mostradas na Tabela 4.1. Como base para os estudos (devido à grande diferença encontrada nos resultados), foi escolhida a análise processada pela Alcoa, uma vez que abrangeu o exame de uma área maior (se em comparação às dimensões das regiões avaliadas pelos dois outros laboratórios), fornecendo um valor melhor da média das concentrações do lingote.

Tabela 4.1: Análise composicional (wt %) da liga AA 2011 processada por três diferentes laboratórios: Laboratório de R-X do DEMa/Unicamp, CBA e Alcoa.

AA 2011	DEMa	CBA	Alcoa
Al	92,45	94,3	92,93
Cu	6,01	4,67	5,29
Fe	0,57	0,44	0,50
Si	0,19	0,12	0,14
Mn	0,06	0,04	0,05
Mg	-	0,03	0,01
Bi	0,36	-	0,61
Pb	0,30	0,35	0,41
Ti	0,02	0,02	0,02
Cr	0,01	0,003	0,007
Ni	0,01	0,004	0,001
Zn	-	0,007	0,014

Para a determinação das temperaturas *liquidus* e *solidus*, foram obtidos resultados via a caracterização térmica DSC (em três rampas de aquecimento, vide gráficos no Anexo A), pelo *software* Termo-Calc (de acordo com os principais constituintes da liga, vide gráfico no Anexo A), pelos valores encontrados no diagrama de fase do Al-Cu, pelos dados existentes no *site* da Alcoa, e por meio de testes de fusão de amostras no forno de indução com taxa de aquecimento da ordem de 80°C/min. Os valores encontrados constam da Tabela 4.2.

De acordo com os resultados via DSC, observa-se uma variação considerável nos valores das temperaturas *liquidus*, se comparadas à que foi encontrada pela rampa de 5°C/min: para 10°C/min = 635°C; para 15°C/min = 632°C, sugerindo uma resposta muito diferente do material quando a taxa de aquecimento varia, ou como decorrência de diferenças de composição das amostras utilizadas (uma vez que as amostras para este teste são da ordem de 50 mg), ou ainda retardos no registro de informações pelo equipamento. Pode-se observar pelo resultado médio dos três testes feitos no forno de indução que a temperatura *liquidus* possui o valor aproximado de

634°C para uma taxa de aquecimento maior, valor este bem inferior ao encontrado na rampa do DSC de 5°C/min e pelo Termo-Calc.

De acordo com os resultados obtidos para a temperatura *solidus*, observa-se uma grande diferença nos valores encontrados, não só devido às variações nas taxas de aquecimento/resfriamento utilizadas como já discutido, como também devido à demarcação do início da fusão do material como sendo relativo à fusão de alguns precipitados (dados via Termo-Calc e Alcoa). Como consequência, os valores encontrados como intervalo entre as temperaturas *solidus/liquidus* apresentaram uma grande variação. Contudo, é possível concluir que o primeiro critério necessário para se saber se uma liga poderá ser tixoconformável (uma diferença grande de temperatura entre a *solidus* e a *liquidus*), como citado no item 2.4.1, já foi cumprido: para a liga AA 2011 é de, no mínimo, 60°C.

Tabela 4.2: Temperaturas *liquidus* e *solidus* da liga AA 2011 e a diferença entre elas, obtidas no site da Alcoa, pelo gráfico do diagrama binário Al-Cu, pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Termo-Calc, e ainda por meio do forno de indução (taxa de aquecimento de 80°C/min).

<i>AA 2011</i>	Alcoa	Diagrama Al-Cu	DSC (5°C/min)	DSC (10°C/min)	DSC (15°C/min)	Termo-Calc	Forno de indução (80°C/min)
T <i>liquidus</i> (°C)	638	642	647	635	632	647	634
T <i>solidus</i> (°C)	540	555	579	578	575	522	--
ΔT (°C)	98	87	68	57	57	125	--

4.1.2 DETERMINAÇÃO DAS TEMPERATURAS PARA AS FRAÇÕES SÓLIDAS ESCOLHIDAS

Na Tabela 4.3, estão definidas as temperaturas para uma defasagem de 15% na fração sólida por vários métodos: via a Equação de Scheil (Equação 2.2, apresentada no Capítulo 2, com $k_{\text{médio}}=0,17$), via cálculo das áreas das curvas de aquecimento DSC (já plotadas num gráfico fração de líquido *versus* temperatura, Figura 4.3) e as temperaturas obtidas via simulação Termo-Calc (também plotadas na Figura 4.3). Pode-se observar que os valores pelo DSC forneceram números muito próximos ou mesmo acima da temperatura de fusão encontrada nos testes no forno de indução e as temperaturas calculadas via a Equação de Scheil foram muito baixas.

Portanto, adotou-se como estimativa para as frações sólidas de 45% e 60% as temperaturas calculadas via a simulação Termo-Calc.

Tabela 4.3: Temperaturas para 45% e 60% de fração sólida para a liga AA 2011, segundo a Equação de Scheil, DSC e Termo-Calc.

AA 2011	Eq. Scheil	DSC	Termo-Calc
Fs 45%	618°C	637 - 642°C	630°C
Fs 60%	605°C	630 - 633°C	621°C

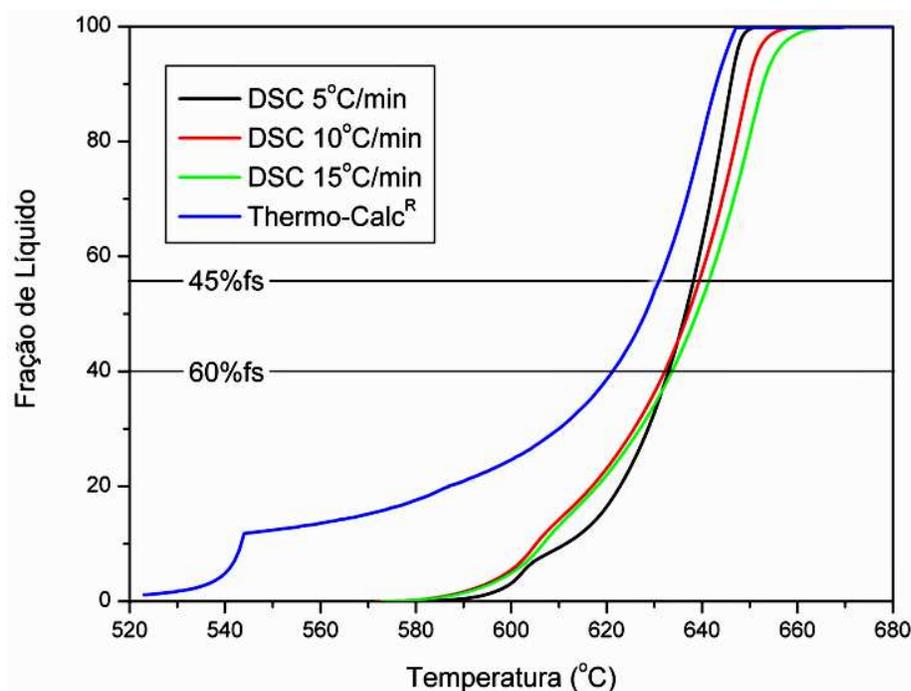


Figura 4.3: Gráfico da fração de líquido *versus* temperatura para a liga AA 2011 nas várias rampas de aquecimento do DSC e para a simulação Termo-Calc.

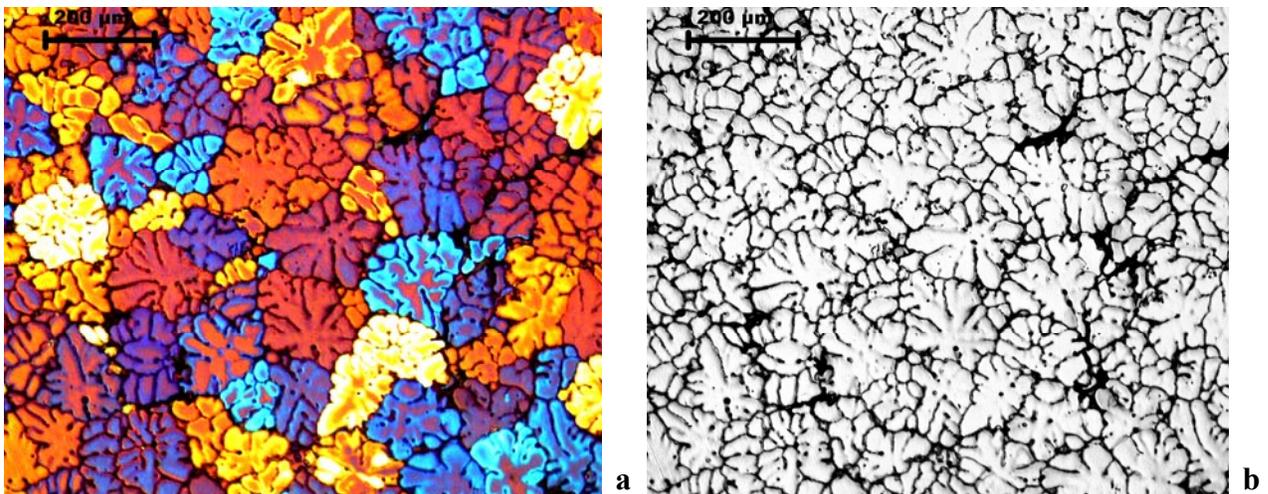
4.1.3 CARACTERIZAÇÃO MACRO/MICROESTRUTURAL

Para a análise macroestrutural (como explicado anteriormente no item 3.2), utilizou-se o reagente Barker (diluição do ácido HBF_4 50% em água) a 2%, em ataque eletrolítico (tempos de ataque variando entre 80 s a 140 s, 20 V), para ser possível a análise no microscópio com luz polarizada.

4.1.3.1 Análise metalográfica da liga AA 2011 como fornecida

A análise da liga como fornecida já foi mostrada e discutida quando na apresentação das características do lingote. Para a análise macro/microestrutural, a seguir são apresentados exemplos de fotografias (Figuras 4.4). Como já discutido previamente, entende-se que os glóbulos adjacentes de mesma tonalidade pertençam à mesma estrutura (mesmo que na fotografia em branco e preto pareçam estar separados) e os de mesma tonalidade, porém mais distantes entre si, não estejam interconectados. Pode-se observar também por observação direta que a relação grão/glóbulo está bem acima de 1,0, denotando um “esqueleto dendrítico” de proporções relevantes.

É importante advertir que a contagem de grãos, de glóbulos e cálculo da circularidade para esta liga como fornecida é difícil, uma vez que, em algumas regiões, os limites não são muito definidos nas linhas de separações. Por esta razão, os valores obtidos serão apenas estimativas.



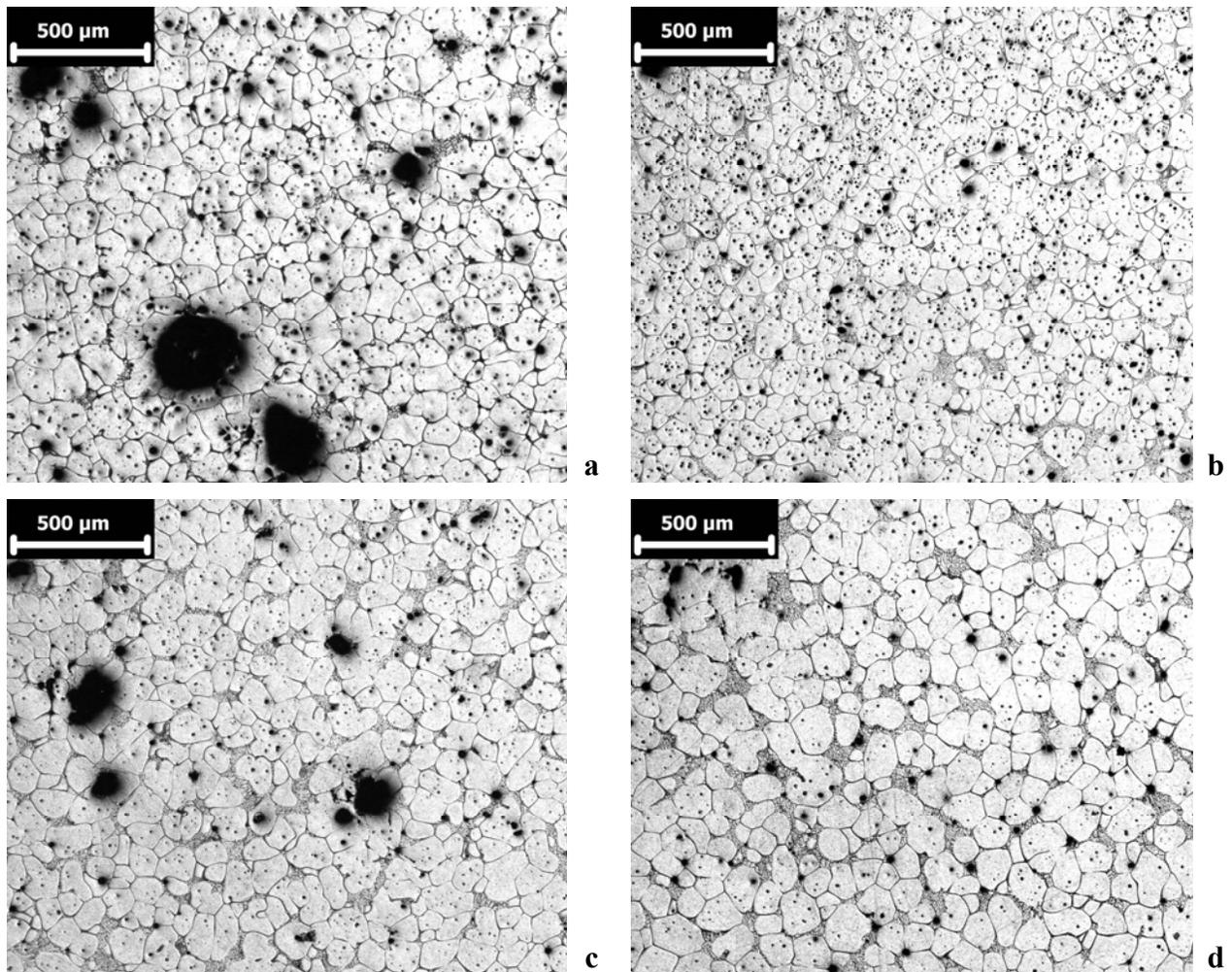
Figuras 4.4: a) Amostra da liga AA 2011 como fornecida com ataque eletrolítico via HBF₄ a 2%; b) A mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada.

4.1.3.2 Evolução morfológica no estado semi-sólido

Os reaquecimentos da liga AA 2011 foram feitos no forno de indução com os tempos de

espera de 0 s, 30 s, 90 s e 210 s às temperaturas de 630°C (fs 45%) e 621°C (fs 60%). As taxas de aquecimento foram semelhantes (entre 70 e 80°C/min) e resfriadas imediatamente por imersão em água à temperatura ambiente (por volta de 6 s), com o intuito de se obter uma morfologia a mais próxima existente quando na temperatura do reaquecimento. Posteriormente, as amostras foram cortadas ao meio (com o objetivo de se observar sua região central mais regular) e foram preparadas de acordo com os procedimentos explicitados no item 3.2 do Capítulo 3.

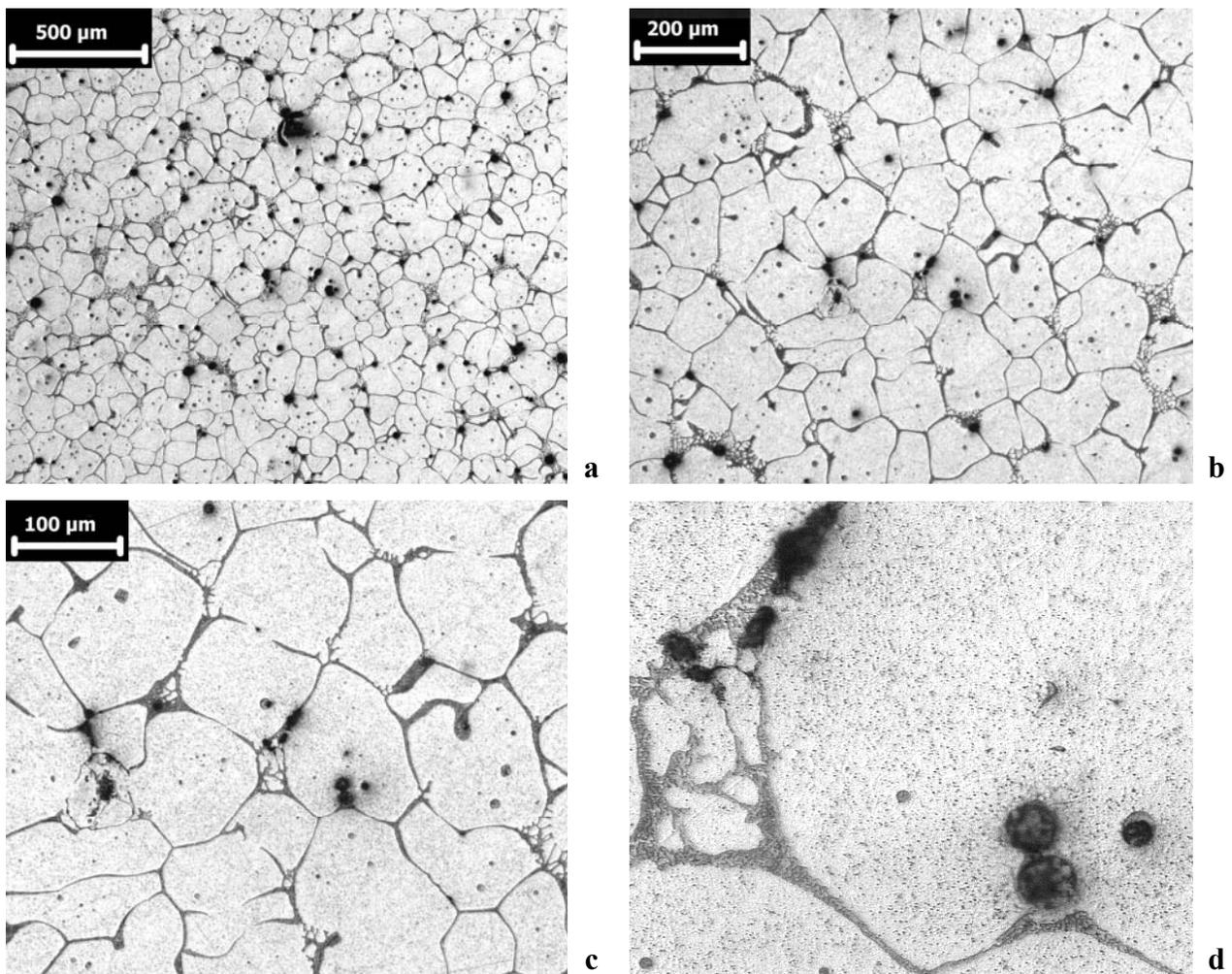
- **Temperatura de 630°C (fs 45%)**



Figuras 4.5: Amostras da liga AA 2011 com reaquecimento à 630°C, com ataque HF 1%. Tempos de espera de: a) 0s, b) 30s, c) 90s, d) 210s.

Ao se observar por completo todas as amostras pelo microscópio (imagens exemplificadas pelas Figuras 4.5), nota-se o surgimento de poros irregulares por contração de solidificação

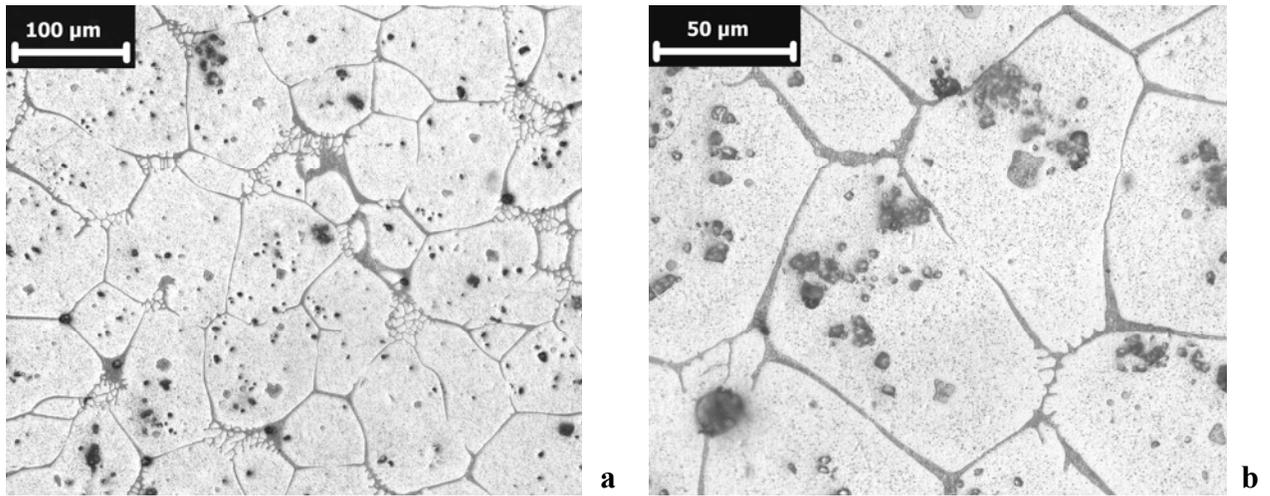
(principalmente mais à borda das amostras, devido ao rápido resfriamento imposto) e vários poros arredondados (grandes e pequenos) espalhados homogeneamente, que não existiam antes nesta quantidade nas amostras do lingote como fornecido. O surgimento dessas imperfeições provavelmente se deve à liberação no reaquecimento de bolhas de ar/hidrogênio que ficaram retidos no material durante o processo de fabricação do lingote. Estimativas dessa porosidade (% em volume), obtidas por picnometria, constam da Tabela 4.4.



Figuras 4.6 a/b/c/d: Amostra da liga AA 2011 reaquecida à 630°C com ataque HF 1%. Ampliações em seqüência. Ênfase ao detalhe dos cristais de chumbo dentro do grão e porosidade entre os grãos.

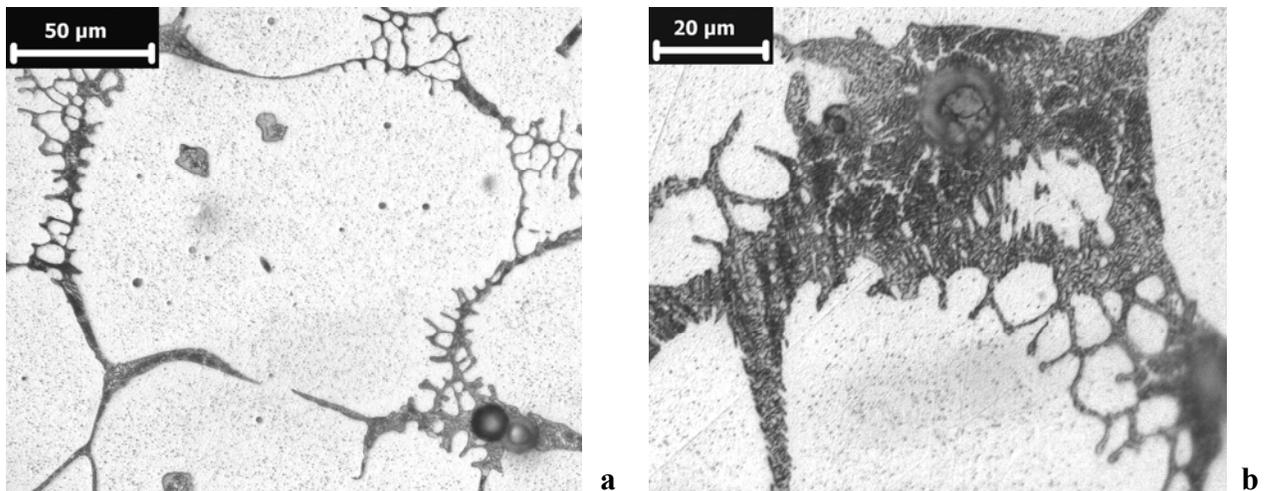
Porém, nem todos os “pontos pretos” das fotografias são relativos a poros: muitos deles são cristais de bismuto ou chumbo (como se pode ver claramente na seqüência de ampliações de uma mesma região pelas Figuras 4.6), ou pequenos aglomerados de alumina incrustados nos grãos (Figuras 4.7) como impurezas não removidas da matéria prima antes do lingotamento, como

verificadas pelas análises via EDS (vide Anexo C).

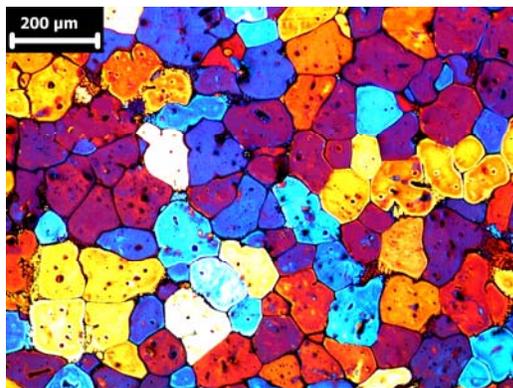


Figuras 4.7 a/b: Amostras da liga AA 2011 reaquecida à 630°C com ataque HF 1%. Ênfase aos cristais de alumina dispersos dentro dos grãos.

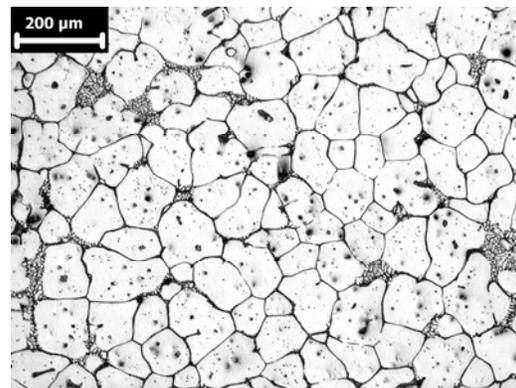
Pela Figura 4.8a, observa-se o parcial desmembramento dos precipitados pré-existentes entre os grãos; contudo, pela Figura 4.8b, observa-se que grande parte dos seus constituintes ainda permaneceu retida nesta região (como mostrado nas análises EDS, vide Anexo C), mesclados às lamelas do eutético formado. Ainda pela Figura 4.8a, pode-se notar a existência de poças retidas (tom cinza claro) e/ou partículas dos precipitados finamente distribuídos dentro dos glóbulos em quantidade razoável. Ou seja, o soluto e os precipitados liberados das reentrâncias dos braços dendríticos durante o reaquecimento não conseguiram migrar totalmente para os contornos de grão, como se pode comparar pelas Figuras 4.2 c/d e Figura 4.8b.



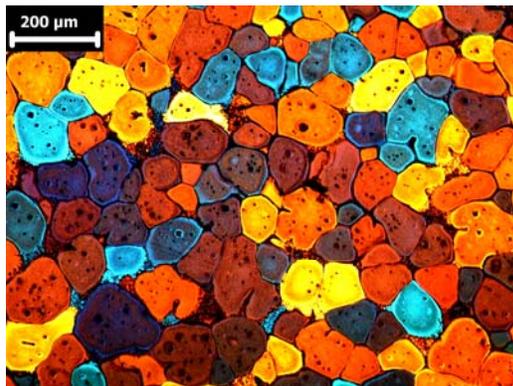
Figuras 4.8 a/b: Amostras da liga AA 2011 com reaquecimento à 630°C e com ataque HF 1%.



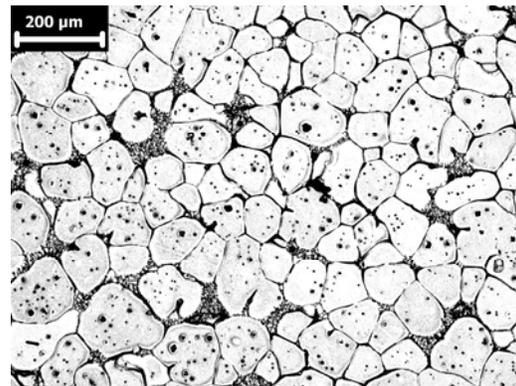
a



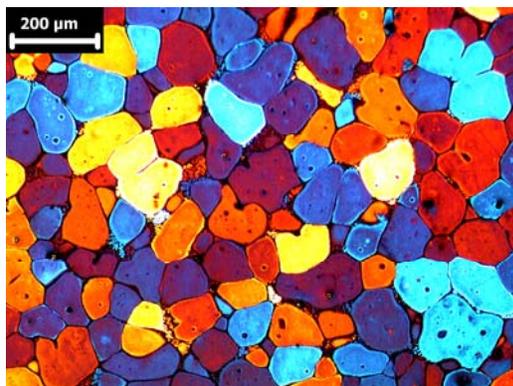
b



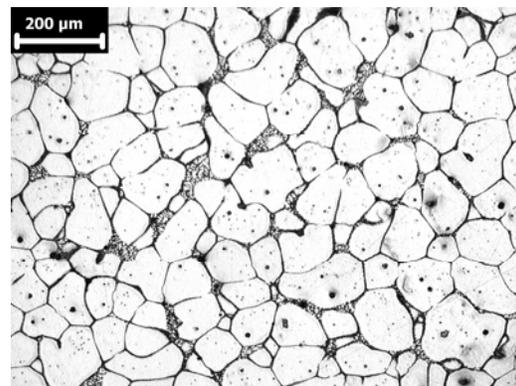
c



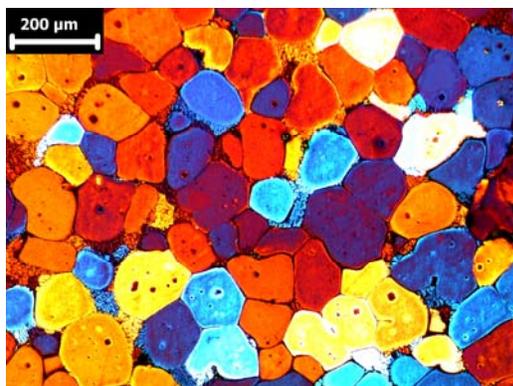
d



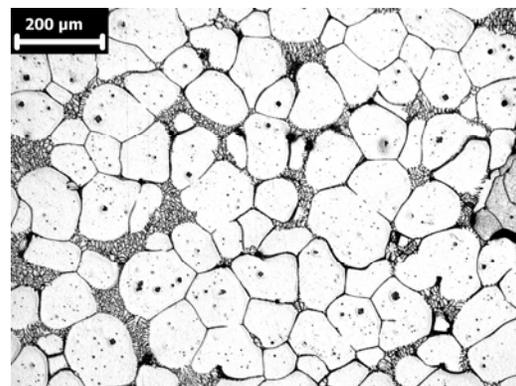
e



f



g



h

Figuras 4.9: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF_4 a 2%) e em preto e branco (a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada) da liga AA 2011 com reaquecimento à 630°C e tempos de espera de: a/b) 0 s; c/d) 30 s; e/f) 90 s; g/h) 210 s.

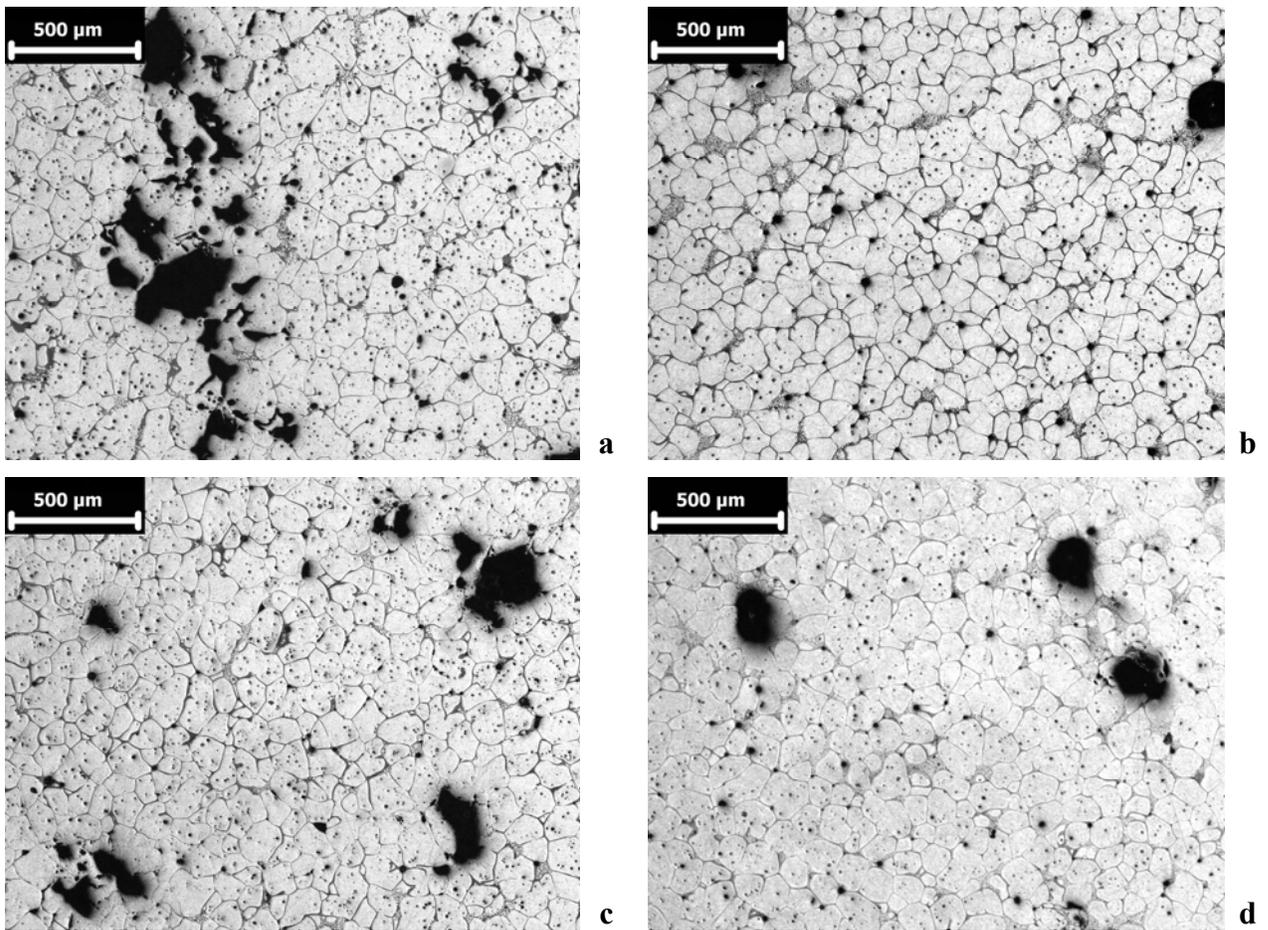
Por meio das Figuras 4.9 coloridas, observa-se que a relação entre grãos/glóbulos diminuiu razoavelmente (com relação à liga fornecida) para todos os tempos de espera, denotando uma considerável quebra do “esqueleto dendrítico” anteriormente existente, como resposta ao processo de reaquecimento.

Nas Figuras 4.9 em preto e branco, pode-se observar:

- As rosetas de muitos braços antes existentes foram globularizadas em sua grande maioria (na primeira etapa de reaquecimento por Ostwald Ripening, depois por coalescência, como no esquema de globularização mostrado na Figura 2.7 – rota c/e), se tornando mais circulares com o aumento do tempo de espera e, no geral, dando origem a pelo menos uma poça retida no interior de cada glóbulo;
- Devido à alta fração líquida, foi facilitado o processo de difusão de soluto, dando origem ao engrossamento da região entre grãos, se comparado ao material como fornecido;
- O aparecimento de regiões com pequenas formações dendríticas (mais evidenciada no tempo de espera de 210 s), oriundas do “resfriamento secundário”, como resultado da rápida solidificação imposta no resfriamento rápido às regiões que foram liquefeitas durante o reaquecimento (Reisi, 2009).
- **Temperatura de 621°C (fs 60%)**

Buscando uma visão geral das amostras, ao se olhar todas as regiões pelo microscópio (imagens exemplificadas pelas Figuras 4.10), observa-se o aumento de poros irregulares por contração de solidificação, principalmente mais à borda das amostras, devido ao rápido resfriamento imposto (se comparado às da temperatura de 630°C), poucos poros arredondados grandes e ainda vários pequenos espalhados por toda a região (resultante do reaquecimento que liberou bolhas de ar/hidrogênio retidos durante o processo de fabricação do lingote). Estimativas dessa porosidade estão mostradas na Tabela 4.4.

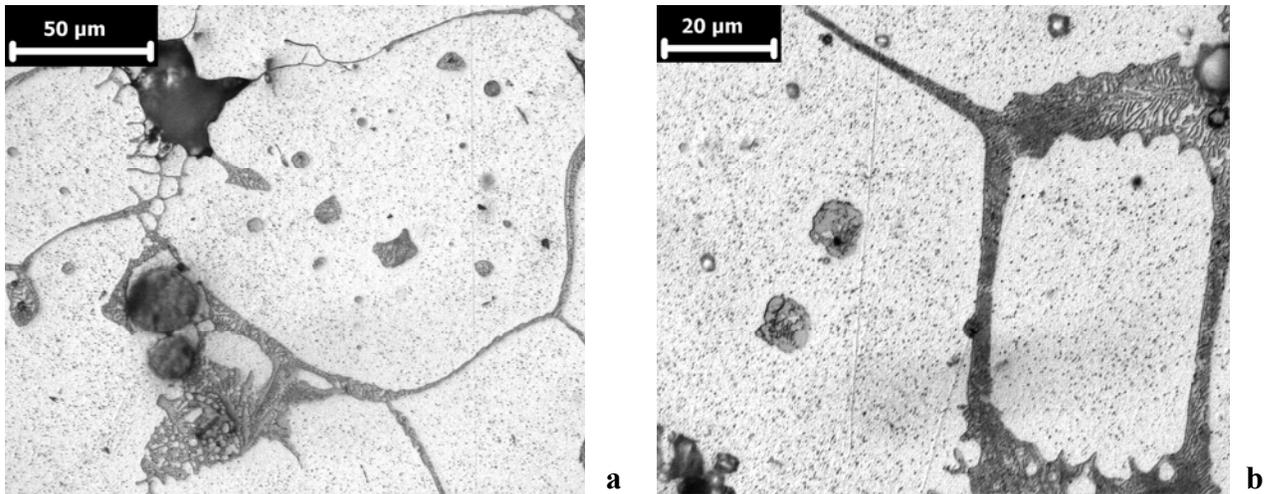
Novamente, nem todos os “pontos pretos” das fotografias são relativos a poros: muitos deles são cristais de bismuto ou chumbo, como já mostrado pelas ampliações em seqüência nas Figuras 4.6, e pequenas aglomerações de alumina, como mostrado nas Figuras 4.7.



Figuras 4.10: Amostras da liga AA 2011 reaquecimento à 621°C, com ataque HF 1%. Tempos de espera de: a) 0 s, b) 30 s, c) 90 s, d) 210 s.

Na Figura 4.11a, observa-se o parcial desmembramento dos precipitados pré-existentes entre os grãos, um poro em destaque, cristais de Bi/Pb, algumas poças de CuAl_2 e eutético nos contornos de grão; na Figura 4.11b, observa-se melhor que grande parte dos constituintes dos precipitados ainda permaneceu retida nesta região (como mostrado nas análises EDS, vide Anexo C). Nota-se também cristais de Bi/Pb dentro de poças retidas, provavelmente porque não tiveram mobilidade suficiente (temperatura mais baixa que o experimento anterior) para migrar para os contornos de grão (por estas fotografias, pode-se ver a diferença entre os cristais de chumbo como círculos escuros raiados e os cristais de bismuto, círculos cinzas brilhantes, segundo análise via EDS – vide Anexo C). Ainda pelas Figuras 4.11, pode-se observar a formação de eutético como lamelas nos contornos de grão e a permanência de CuAl_2 finamente distribuído dentro dos glóbulos (sendo até comparável à quantidade vista na fração sólida de 45%). Observa-se que as poças retidas são formadas em grande parte pelo CuAl_2 (tom cinza claro) com pouquíssimo

componente de precipitado em seu interior.

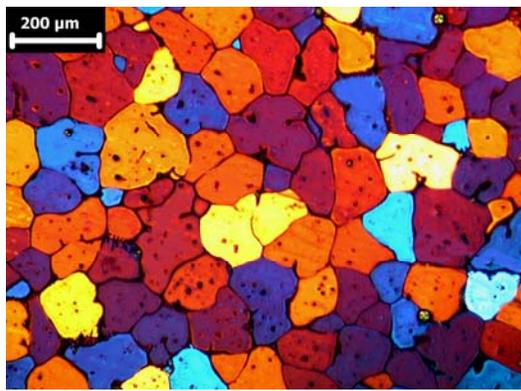


Figuras 4.11: Amostras da liga AA 2011 com reaquecimento à 621°C e com ataque HF 1%.

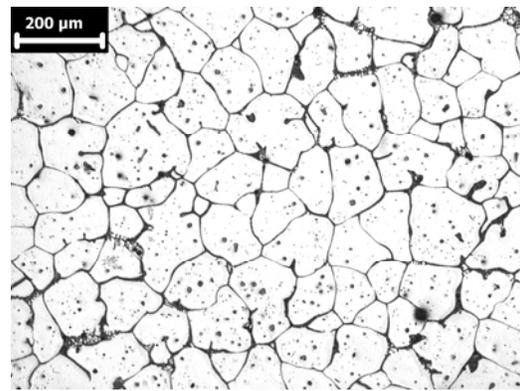
Nas Figuras 4.12 coloridas, observa-se que a relação entre grãos/glóbulos diminuiu razoavelmente com relação à liga fornecida para todos os tempos de espera, denotando ainda uma boa quebra do “esqueleto dendrítico” anteriormente existente, mesmo que o processo de reaquecimento tenha se dado a uma temperatura inferior à do outro experimento.

Nas Figuras 4.12 em preto e branco, pode-se observar:

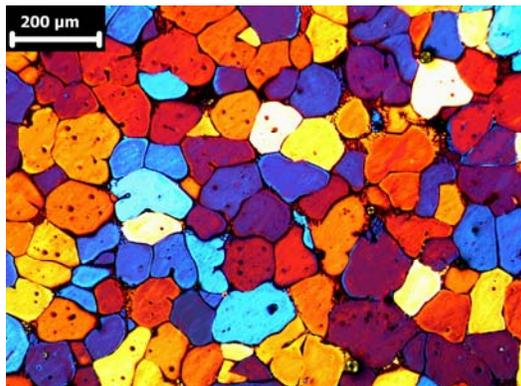
- As rosetas de muitos braços antes existentes foram globularizadas em sua grande maioria (por Ostwald Ripening na primeira etapa e principalmente por coalescência durante os tempos de espera, como no esquema de globularização mostrado na Figura 2.7 – rota c/e), tendo como consequência uma circularidade crescente. No geral, várias poças ficaram retidas no interior de cada glóbulo;
- Devido à menor fração líquida, não foi facilitado o processo de difusão de soluto, não engrossando a região entre grãos como na fração sólida de 45%;
- O aparecimento de várias regiões de pequenas formações dendríticas em todas as amostras, o “resfriamento secundário”, como resultado do rápido resfriamento imposto às regiões que foram liquefeitas durante o reaquecimento.



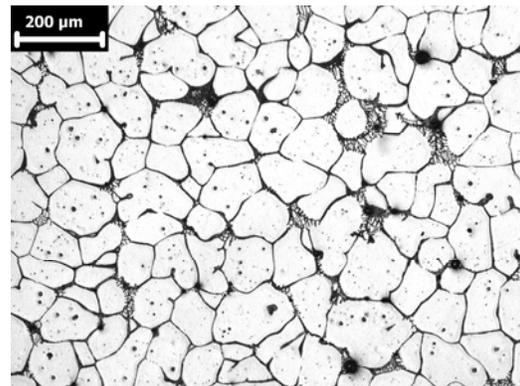
a



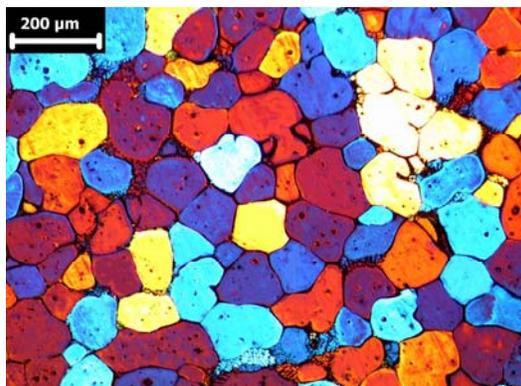
b



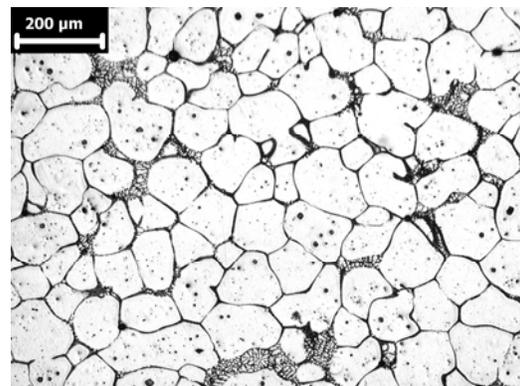
c



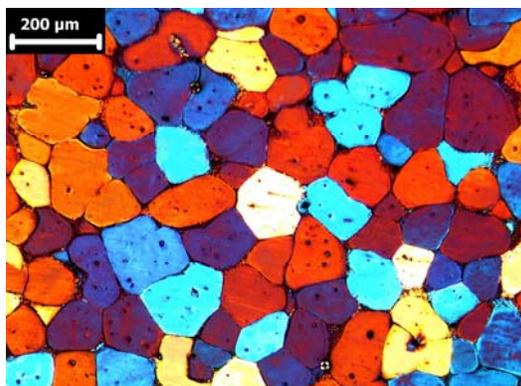
d



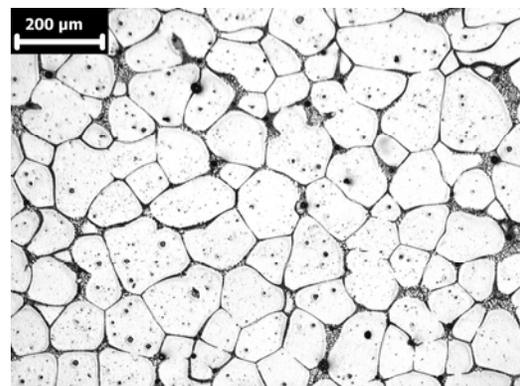
e



f



g



h

Figuras 4.12: Micrografias coloridas (ataque eletrolítico por HBF_4 a 2%) e em preto e branco (a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada) da liga AA 2011 com reaquecimento à 621°C , com tempos de espera de: a/b) 0 s; c/d) 30 s; e/f) 90 s; g/h) 210 s.

4.1.3.3 Análise quantitativa

Das fotografias tiradas dos melhores locais de cada amostra (longe das bordas e do centro, não só para se evitar diferenciações no tempo de solidificação, como também os poros, trincas de contração e excesso de “regiões dendríticas”), foram utilizadas 10 fotos para as análises de acordo com os métodos apresentados no item 2.2.4.2 do Capítulo 2. Contudo, devido a particularidades de determinadas amostras, algumas proposições foram adotadas:

1) Grãos com duas ou mais tonalidades (orientações cristalográficas diferentes, grão “dobrado”), como exemplificado pela Figura 4.13, não serão considerados como entidades separadas numa contagem “macroestrutural”;

2) “Ilhas” de “regiões dendríticas” serão consideradas como “uma entidade” na contagem dos glóbulos e dos grãos;

3) Para o cálculo do RQI, será utilizado um valor de circularidade desprezando-se os glóbulos muito pequenos, uma vez que a circularidade deles está acima de 0,5 e serão os primeiros a se fundir quando na temperatura de tixoconformação.

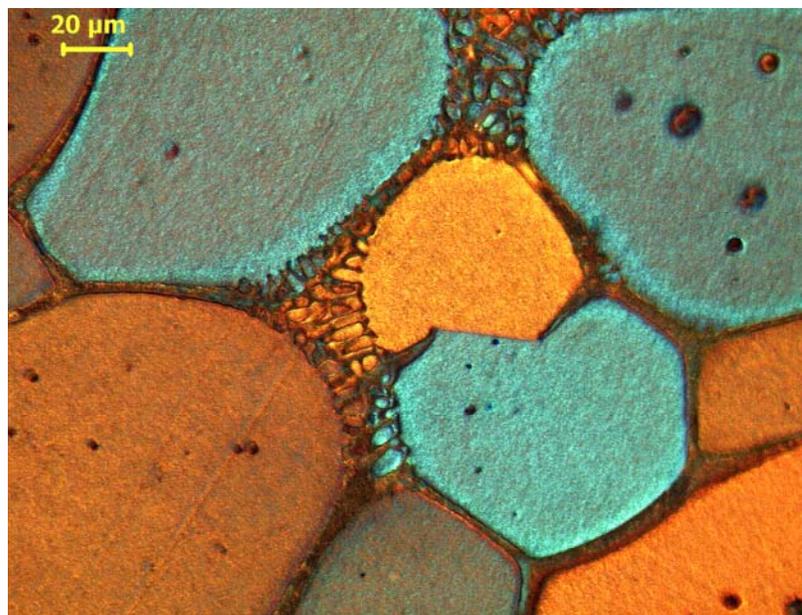


Figura 4.13: Detalhe de uma amostra da liga AA 2011 após ataque eletrolítico, com ênfase num mesmo grão com duas direções cristalográficas diferentes.

A Tabela 4.4 mostra os resultados finais obtidos a partir das fotografias selecionadas da liga fornecida e das fotografias nas temperaturas de 621°C (fs 60%) e de 630°C (fs 45%) para os quatro tempos de espera determinados (0/30/90/210 s) pela via das seguintes análises:

- Cálculo dos tamanhos médios de glóbulos e de grãos pelo método dos interceptos (cinco campos em cada uma das dez fotos selecionadas, totalizando 50 medidas triplas – os eixos de 0°, 45° e 90° – ou seja, 150 medidas aleatórias por amostra);
- Relação entre o tamanho de grão/tamanho de glóbulo;
- A estimativa da circularidade pela via do *software* ImageJ;
- A avaliação do RQI pela Equação 1.6;
- Estimativa da porosidade (% em volume) por picnometria.

Tabela 4.4: Valores obtidos de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, RQI e porcentagem de porosidades para a liga AA 2011 como fornecida e nas temperaturas de 621°C (fs 60%) e de 630°C (fs 45%).

<i>AA 2011</i>	Tam. gr. (μm)	Tam. gl. (μm)	Grão/Glob.	Circularidade	RQI	Porosid. (% vol.)
Fornecida	127±20	60±7	2,12±0,27	0,28±0,04	0,13±0,02	12,10
0s	114±11	91±5	1,25±0,05	0,58±0,02	0,46±0,03	14,98
621°C						
30s	109±06	86±4	1,26±0,07	0,58±0,04	0,46±0,01	14,90
(fs 60%)						
90s	109±07	91±5	1,20±0,05	0,59±0,02	0,49±0,03	14,82
210s	110±09	95±9	1,16±0,05	0,63±0,01	0,54±0,02	14,48
0s	109±08	91±5	1,20±0,03	0,53±0,02	0,44±0,02	13,54
630°C						
30s	98±06	84±4	1,16±0,07	0,60±0,04	0,52±0,03	16,37
(fs 45%)						
90s	112±08	92±2	1,19±0,06	0,60±0,01	0,50±0,02	14,68
210s	116±06	97±5	1,21±0,02	0,60±0,02	0,49±0,01	15,65

A partir das análises metalográficas para as duas temperaturas de reaquecimento pesquisadas, já é possível discutir parte dos resultados obtidos com relação aos dez objetivos básicos almejados no item 2.4.2 (quais devem ser as características da matéria prima e do material pós-reaquecimento para ser propício à tixoconformação). Contudo, alguns deles ainda deverão ser melhor avaliados após os resultados dos ensaios de compressão à quente:

- 1) A liga AA 2011 apresenta uma faixa de temperatura de transição suficientemente larga (no mínimo de 60°C) para permitir definição e controle de uma temperatura desejada para um processo de tixotomização industrial;
- 2) A matéria prima apresenta pequenos poros e foi mostrada a retenção de muito hidrogênio e/ou ar nos interstícios dendríticos, já que para todas as frações sólidas pesquisadas surgiram mais poros pequenos e grandes após os reaquecimentos (variando a quantidade de acordo com a fração sólida e tempos de espera);
- 3) Surgiram mais trincas por contração de solidificação no reaquecimento sob temperatura inferior (fs 60%) e muito poucas na temperatura superior (fs 45%). O efeito dessas falhas, assim como os das porosidades, deverá ser observado quando nos ensaios de viscosidade (o quanto desses vazios será colapsado);
- 4) Os melhores valores calculados para a circularidade ocorreram para a temperatura de 621°C (fs 60%). Contudo, os da temperatura de 630°C (fs 45%) contêm a influência das “regiões dendríticas”, ou seja, parte do contorno dos glóbulos se mostram “serrilhados”, diminuindo os valores medidos pelo *software* ImageJ para a circularidade;
- 5) Observou-se grãos menores para o tempo de espera de 30 s e depois para 90 s (quebra completa dos braços dendríticos durante a primeira etapa do reaquecimento por Ostwald Ripening e pouco crescimento posterior e coalescência dos glóbulos resultantes); os grãos maiores surgiram praticamente em todos os tempos de espera de 210 s (por ter sido possibilitado um maior crescimento e coalescência entre glóbulos) e, para o 0 s, de valores intermediários entre a fornecida e a de 210 s (parcial quebra dos braços dendríticos por Ostwald Ripening);
- 6) A relação tamanho de grão/tamanho de glóbulo teve uma diminuição considerável em todos os casos (de 2,12 a 1,16 mínimo), indicando uma tendência a valores crescentes para os tempos de espera de 30, 90, 210 e 0 s (na fs 45%) e de 210, 90, 30 e 0 s (na fs 60%), demonstrando que, para temperaturas mais baixas, se faz necessário um tempo de espera maior para melhorar não só a morfologia dos grãos, como também a quebra do “esqueleto dendrítico”;
- 7) Das 22 amostras que foram examinadas durante esta fase primeira de análises da liga AA 2011, três delas apresentaram grandes quantidades de alumina incrustada

nos grãos e várias outras apresentaram alumina de forma dispersa. Estas impurezas presentes em regiões aleatórias do lingote poderão causar o “efeito areia”, mesmo nos melhores ensaios esperados para viscosidade (segundo análises baseadas pela Tabela 4.4);

- 8) Apesar da média dos tamanhos dos grãos não ter atingido o objetivo de estar entre 70-100 μm , a morfologia deles se alterou significativamente: de rosetas de muitos braços para glóbulos arredondados (melhores formatos atingidos por todos os tempos de espera na temperatura de 630°C);
- 9) Pelos resultados mostrados na Tabela 4.4, observa-se que os valores obtidos para o RQI foram bem definidos para a fs 45% (mesmo com a influência sobre os valores na circularidade das “regiões dendríticas” nos tempos de espera de 30 e 210 s); contudo, foram muito próximos para a fs 60%, sendo mais eficaz a observação da relação dos “esqueletos dendríticos” como referência para melhores respostas ao processo de reaquecimento na temperatura inferior.

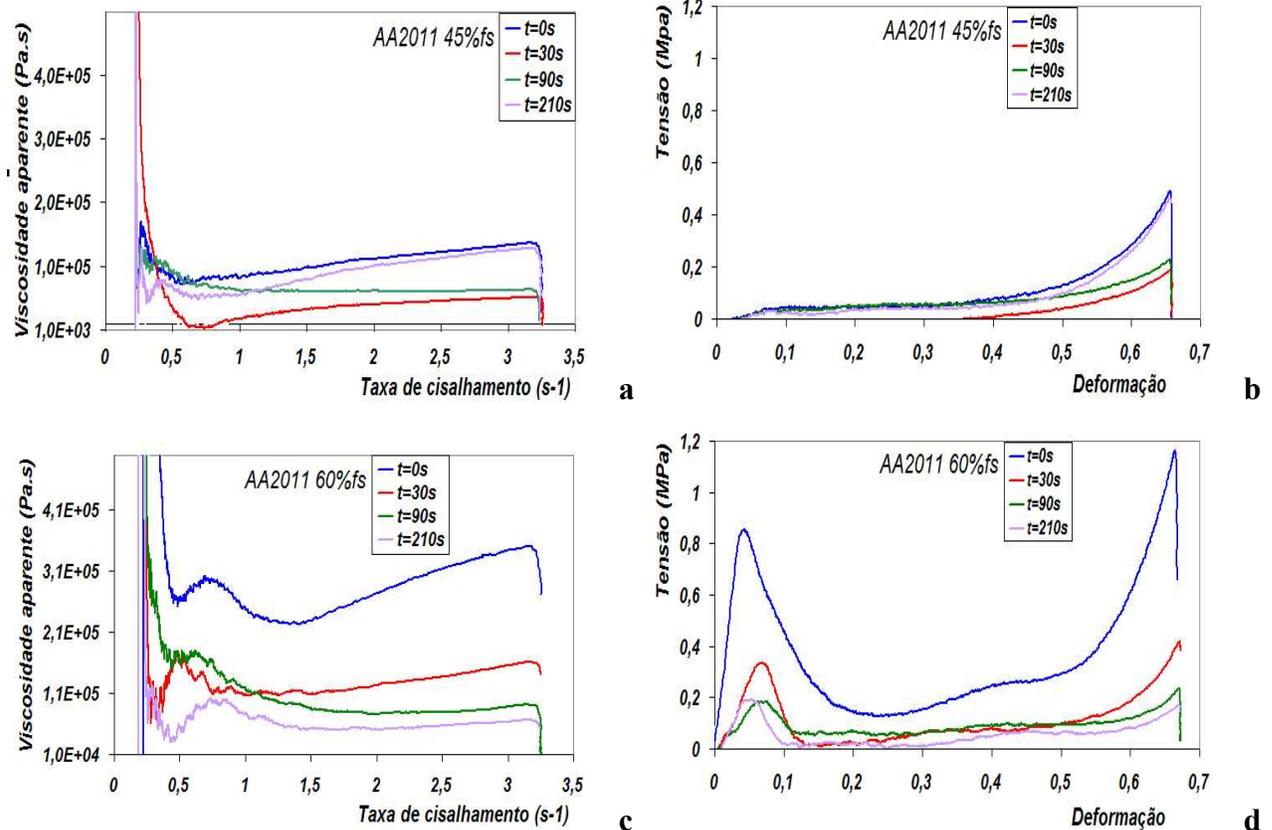
4.1.3.4 Comportamento viscoso no estado semi-sólido

A estimativa da viscosidade aparente para a liga AA 2011 nas temperaturas de 630°C (fs 45%) e de 621°C (fs 60%), como definido nos Capítulos 2 e 3, foi feita por meio de ensaios de compressão à quente com velocidade de compressão de 10 mm/s em 1 s, utilizando-se amostras retiradas de regiões aleatórias do lingote (porém, distantes 1 cm da borda e do centro). Para a fs 45%, foram executados três ensaios (no mínimo) para cada tempo de espera; para a fs 60%, devido à proximidade dos valores obtidos via análises metalográficas, foram feitos seis ensaios (no mínimo) para cada tempo de espera.

As curvas mostradas nas Figuras 4.14 são compatíveis aos resultados obtidos pela metalografia. Portanto, as correlações dos posicionamentos das curvas que manifestam as relações entre os tempos de espera e viscosidade aparente são decorrências das conclusões já amplamente discutidas após a apresentação da Tabela 4.4 e nos tópicos 5 e 6 do item 4.1.3.3.

Para os ensaios de maior fração líquida (630°C), após o pico inicial, observa-se a

diminuição imediata da viscosidade como resultado primeiro da destruição parcial do “esqueleto dendrítico” existente, espalhando suas partes pelo metal parcialmente fundido; depois, pela dispersão dos glóbulos que já não estavam conectados entre si. Contudo, com a continuidade da força aplicada, observa-se posteriormente um discreto aumento na viscosidade, porque grande parte do líquido que existia entre os grãos foi expulso para as bordas livres da massa comprimida, dificultando o empacotamento dos glóbulos assimétricos restantes (de acordo com o tamanho e circularidade deles, vide Tabela 4.4, e de acordo com as conclusões já discutidas nos tópicos 5 e 6 do item 4.1.3.3), se fazendo necessário mais tensão até se obter o grau de deformação desejado, uma vez que se tem quase um contato direto sólido-sólido nesta etapa final (fato melhor observado pelo segundo pico no gráfico tensão x deformação).



Figuras 4.14: Curvas de viscosidade *versus* taxa de cisalhamento e de tensão *versus* deformação para a liga AA 2011 para as temperaturas de 630°C (fs 45%) e de 621°C (fs 60%) nos tempos de espera de 0/30/90/210 s.

O comportamento das curvas se mostrou semelhante para os ensaios de menor fração líquida (621°C). Porém, um movimento globular intermediário aconteceu logo após a primeira

fase, devido à temperatura ser inferior: os grãos, por terem menos líquido por onde deslizar, tendem a se reagrupar, resultando numa resistência ao fluxo e aumentando um pouco a viscosidade (fato também observável pelo primeiro pico do gráfico tensão x deformação). Mas, voltam a se dispersar com a continuidade da força aplicada para se obter o grau de deformação desejado. Por fim, o líquido presente nos contornos de grão chega ao seu mínimo e a viscosidade volta a aumentar em alguns experimentos, de acordo com o tamanho e circularidade de seus grãos (vide Tabela 4.4, e de acordo com as conclusões dos tópicos 5 e 6 do item 4.1.3.3).

A Tabela 4.5 apresenta os valores para a viscosidade aparente (média obtida entre os pontos 1,0 e 3,0 s⁻¹ de cada linha dos gráficos) e os valores para a tensão de escoamento (ponto 0,1) e tensão máxima (ponto 0,67), além de outros parâmetros de referência da Tabela 4.4. No geral, as temperaturas escolhidas para reaquecimento forneceram resultados de viscosidade e de tensão máxima satisfatórios para tixoconformação, uma vez que abaixo de 1x10⁶ Pa.s e 1,0 MPa, respectivamente (Flemings, 1991). Como resultado comparativo final, a Tabela 4.5 mostra que os valores calculados das viscosidades para a temperatura de 630°C (fs 45%) são levemente inferiores aos da 621°C (fs 60%), uma vez que os grãos e os glóbulos são de tamanho menor e mais arredondados.

Tabela 4.5: Valores obtidos de relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, RQI, tensão de escoamento, tensão máxima e viscosidade aparente para a liga AA 2011 nas temperaturas de 630°C (fs 45%) e de 621°C (fs 60%).

<i>AA 2011</i>	Grão/Glob.	Circul.	RQI	Tensão esc. (MPa)	Tensão máx. (MPa)	Viscosid. (10 ⁵ Pa.s)
0s	1,25	0,58	0,46	0,42	1,13	2,73
621°C						
30s	1,26	0,58	0,46	0,073	0,40	1,40
(fs 60%)						
90s	1,20	0,59	0,49	0,072	0,18	1,12
210s	1,16	0,63	0,54	0,004	0,14	0,73
0s	1,20	0,53	0,44	0,050	0,45	1,04
630°C						
30s	1,16	0,60	0,52	0,001	0,16	0,38
(fs 45%)						
90s	1,19	0,60	0,50	0,037	0,22	0,63
210s	1,21	0,60	0,49	0,024	0,41	0,92

Contudo, o fato da viscosidade não se manter constante até o término da maioria dos ensaios (como observado nas curvas de cada um dos gráficos: ora tendendo a um valor constante,

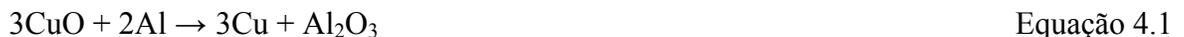
ora erguendo-se repentinamente) se deve a dois fatores:

1º) Como resultado do agrupamento sólido-sólido ao final do processo de compressão, fenômeno dependente do tamanho dos grãos (resultante da temperatura final do reaquecimento, tempo de espera e da taxa de aquecimento);

2º) Como resultado do “efeito areia”, causado pela existência de partículas de alumina nas amostras, oriundas da matéria prima fornecida (como mostradas nas Figuras 4.7), como também possivelmente formadas nos poros abertos durante o reaquecimento (a porosidade média do material como fornecido é da ordem de 12% e passa a ser de até 16% após os reaquecimentos).

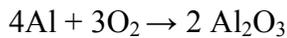
Para se avaliar a ocorrência de alumina nos poros das amostras, foram analisadas 4 amostras da matéria prima como fornecida, 20 somente reaquecidas e cerca de 50 após o processo de compressão à quente. Todas apenas lixadas até 1500 mesh, para serem evitadas possíveis contaminações dentro dos poros pela solução de alumina utilizada no polimento. Como resultado, nenhum poro das amostras do material como fornecido apresentou alumina no interior, cerca de 30% dos poros examinados em parte das amostras apenas reaquecidas apresentaram alumina em várias proporções e, em algumas amostras comprimidas, este valor chegou a 60% (agrupamento devido ao arraste, vide Figura 4.16 a/b).

De acordo com os resultados obtidos via MEV e análises EDS (vide Anexo C), pôde-se constatar a presença não só da alumina em grandes partículas (semelhantes a “plaquetas” soltas, Figura 4.15c), como também em pequenas dimensões (semelhantes a “bastonetes”, Figura 4.15d, e “aglomerados”, Figura 4.15a), sugerindo a possibilidade do primeiro tipo ser oriundo das contaminações da matéria prima quando no lingotamento, e as do segundo tipo terem se originado por reações de óxido-redução (Yang et al., 2010), como as mostradas abaixo:

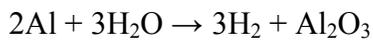


A hipótese é de que estas reações ocorreriam durante a liberação do ar retido nos interstícios intergranulares e interdendríticos durante o reaquecimento, possibilitando a formação de óxidos dos componentes dos precipitados fundidos nos contornos de grão, junto ao alumínio

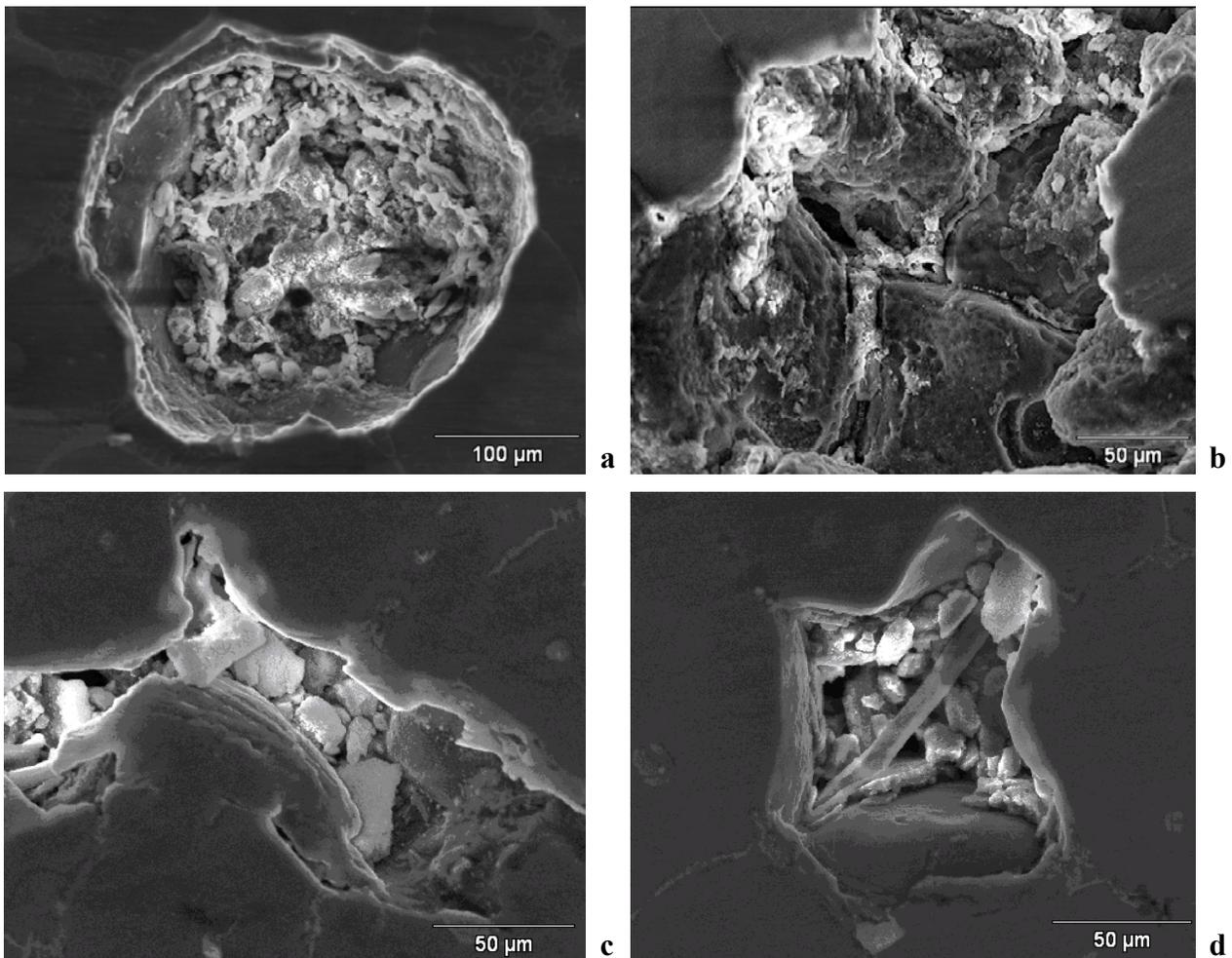
também fundido existente nos contornos de grão. A Figura 4.15b, fotografia via MEV de um poro de uma amostra que permaneceu no ultra-som por mais de um minuto, explicita as marcas deixadas pela alumina que estava agregada aos grãos, regiões parcialmente “arrancadas” e regiões ainda com alumina, confirmando estas terem sido originadas por reações químicas durante o reaquecimento e não por deposição posterior de “sujeira” nos poros. Além dessas reações de óxido-redução com os vários componentes dos precipitados, também existem as reações do alumínio com o oxigênio e com a água para a formação de alumina:



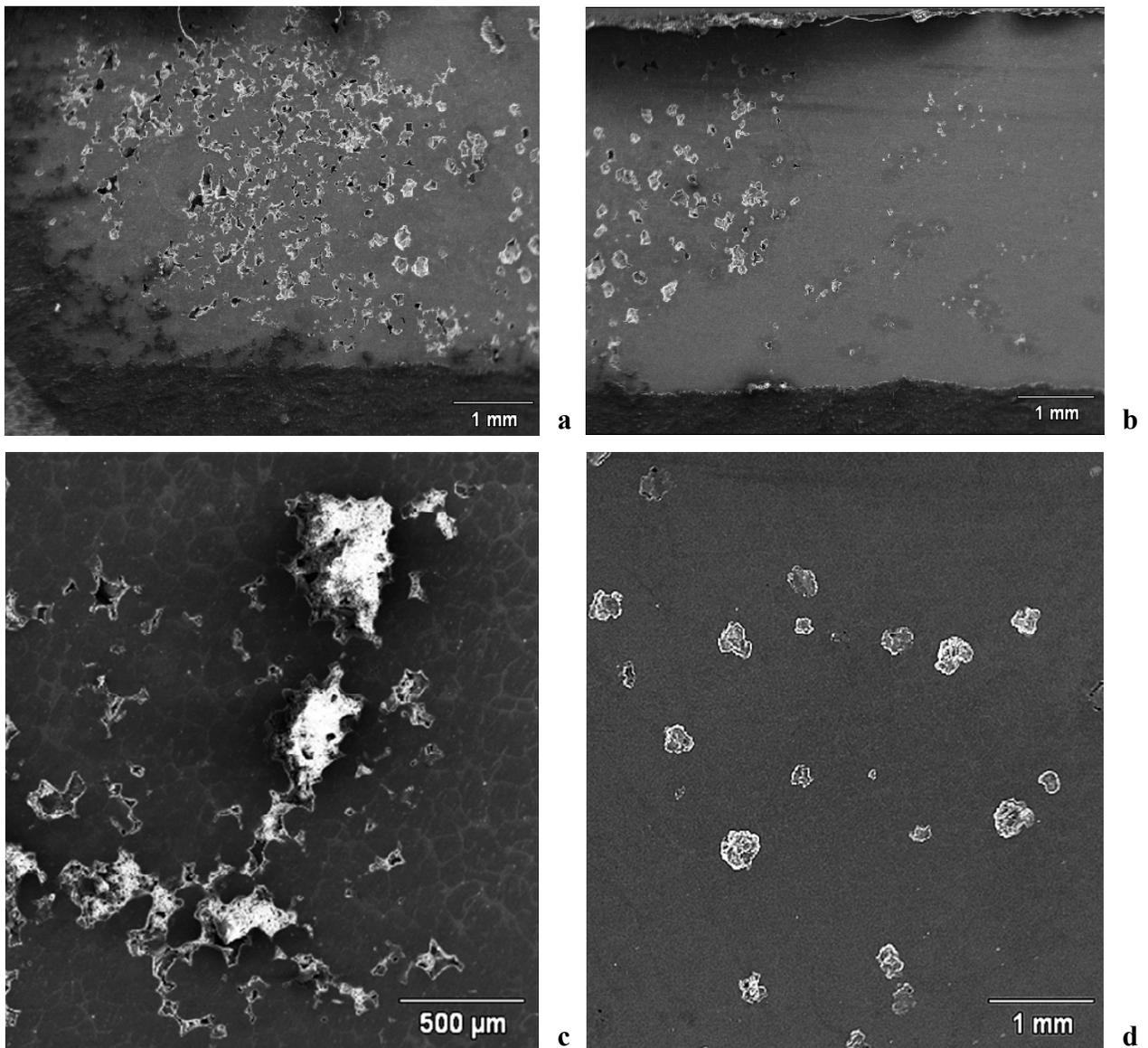
Equação 4.4



Equação 4.5



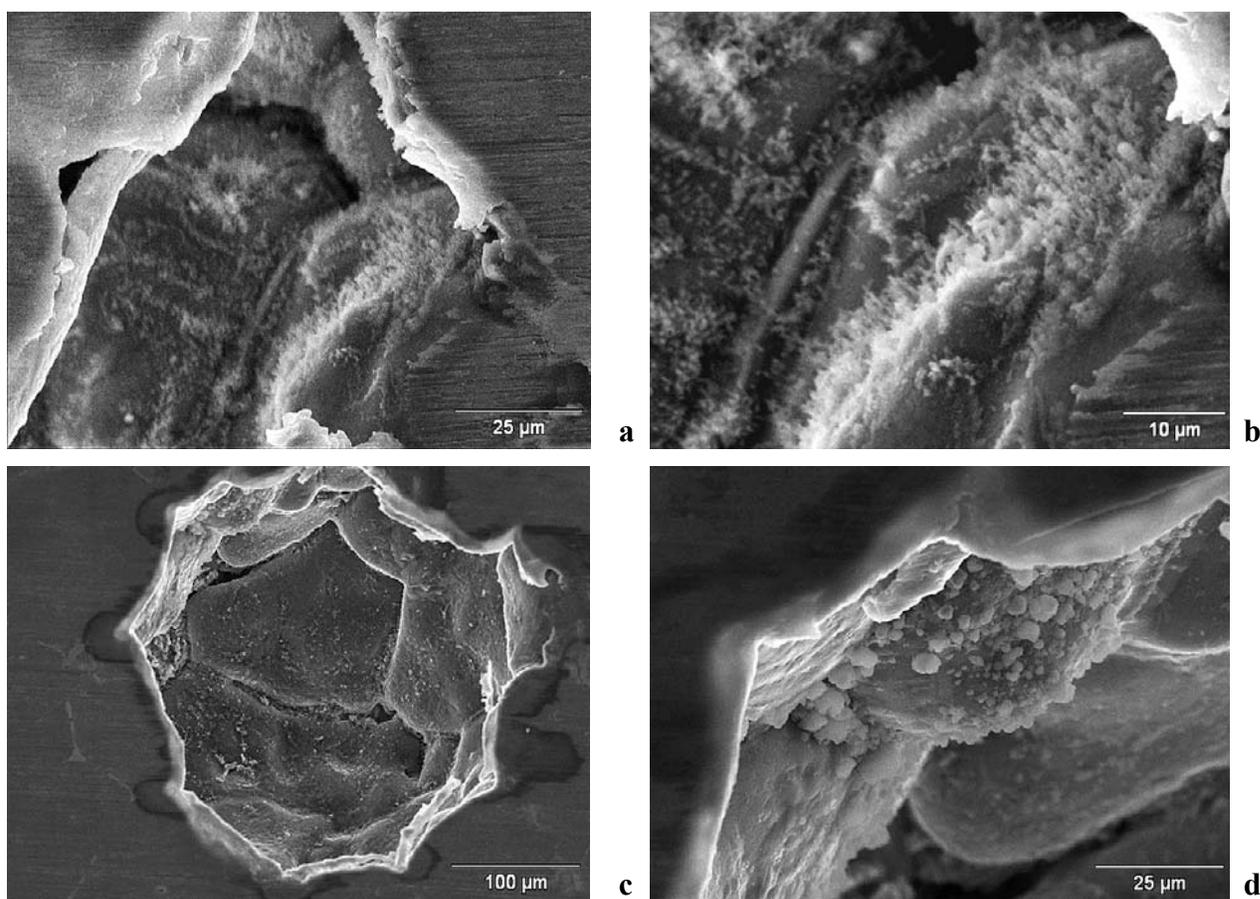
Figuras 4.15: Fotografias via MEV de poros de amostra da liga AA 2011: a) amostra apenas reaquecida; b) amostra reaquecida e após permanecer no ultra-som por mais de 1 minuto; c/d) após ensaio de compressão à quente (621°C) na forma de “plaquetas” e de “bastonetes”, respectivamente.



Figuras 4.16: Fotografias via MEV de poros de amostra da liga AA 2011: a/b) Seção transversal de uma metade de amostra após a compressão à quente, de maneira a ilustrar o arraste das aluminas em direção à borda livre. Por estas duas fotografias, também se pode observar a porcentagem de poros vazios (poros negros) em comparação aos que possuem alguma alumina em seu interior (poros claros); c) borda de amostra reauecida (621°C) e após resfriamento rápido; d) região mais central de amostra apenas reauecida (621°C), com poros vazios, semi-cheios e cheios.

Constatou-se também que, nas amostras comprimidas, a maior concentração de alumina foi encontrada nos poros das bordas; ou seja, durante o processo de compressão, grande parte destas impurezas são arrastadas junto com o metal liquefeito em direção à borda livre (Figuras 4.16 a/b). Neste caso, para temperaturas mais elevadas (maior fração líquida), estas impurezas terão uma menor influência na viscosidade medida nos ensaios de compressão à quente do que nas

temperaturas inferiores (menor fração líquida). Entretanto, quando na tixoconformação, devido ao espaço limitado às medidas da matriz, a influência dessas partículas será maior, possivelmente aumentando a viscosidade esperada da pasta e também da tensão de escoamento. As Figuras 4.16 c/d são exemplos de poros cheios de aglomerados de alumina em trincas de contração próximas à borda da amostra após o resfriamento rápido e uma visão mais ampla de uma amostra apenas reaquecida, respectivamente.



Figuras 4.17: Fotografias via MEV de poros de amostras reaquecidas à temperatura da ordem de 620°C num forno resistivo com atmosfera controlada de argônio: a) formações de alumina agregada às paredes do poro; b) detalhe aproximado da região direita da foto anterior; c) outro poro com formações de alumina mais dispersas; d) detalhe da região esquerda superior foto anterior.

Para se averiguar a possibilidade do oxigênio ser oriundo ou não do ar existente ao redor das amostras durante o processo de reaquecimento (e penetrar dentro delas por uma seqüência de poros interligados), utilizou-se um forno resistivo cilíndrico (INTI – Fornos e Equipamentos Termoelétricos) com um tubo de quartzo vedado no seu centro. Dentro dele, foram colocadas amostras na região mais central, fazendo-se quatro purgas seqüenciais do ar existente até o vácuo

de 10^{-2} bar, sendo repleto com argônio após cada purga. Ao final, o forno foi calibrado para chegar à temperatura de 620°C numa taxa de aquecimento da ordem de $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$, sempre com atmosfera controlada de argônio no interior do tubo de quartzo. Foi mantida esta atmosfera controlada de argônio durante o gradual resfriamento posterior até a temperatura da ordem de 540°C , ou seja, até que todo o material estivesse novamente solidificado. Apenas três amostras atingiram temperaturas suficientes para adentrar na região semi-sólida (limitação das dimensões do forno com relação às perdas de calor longitudinais) e foram cortadas em três partes, gerando 9 amostras para análise EDS, sob mesmo preparo prévio até a lixa de 1500 mesh. Destas, 5 apresentaram alguma formação de alumina em alguns poros (exemplos das maiores aglomerações estão mostrados nas Figuras 4.17), confirmando a possibilidade da hipótese levantada sobre as aluminas terem se originado por reações de óxido-redução pela liberação de ar (oxigênio retido nos interstícios intergranulares ou interdendríticos do material fornecido) durante os reaquecimentos. Um trabalho mais acurado sobre esta probabilidade será feito em estudos futuros.

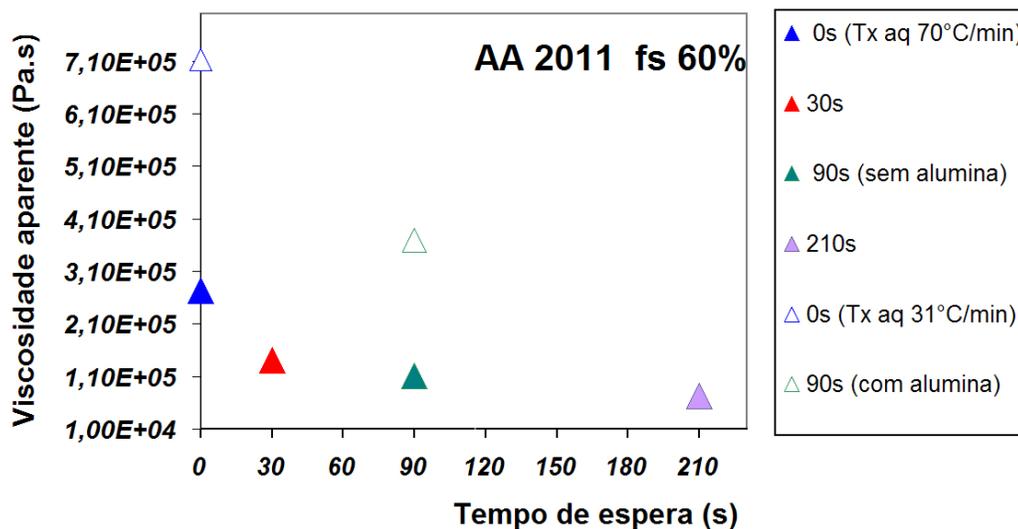


Figura 4.18: Gráfico da viscosidade aparente x tempo de espera na temperatura 621°C (fs 60%) para a liga AA 2011.

A Figura 4.18 fornece os valores de viscosidade aparente para a fs 60% obtidos nos ensaios escolhidos (formas de cor compacta), e mais dois ensaios extras como exemplos de possibilidades de acontecimentos: o efeito da existência de alumina no material, assim como o efeito da variação na taxa de aquecimento.

No primeiro caso (0 s, triângulo azul vazio), o sistema de aquecimento do equipamento

utilizado demorou 20 minutos para elevar a temperatura da amostra até o valor desejado de 621°C (taxa de aquecimento de 31°C/min), possibilitando não só a formação de alguma alumina nos poros, como favorecendo o fenômeno de crescimento e coalescência dos grãos, além da probabilidade da amostra já possuir alumina como impureza. Análises via MEV e análises EDS (vide Anexo C) comprovaram também a existência de alguma alumina no interior dos poros (maior concentração em direção à borda da amostra), impedindo que os grãos melhor se acomodassem e deslizassem entre si, o “efeito areia”, aumentando o valor medido da viscosidade sob mesma condição de temperatura e tempo de espera, só que com taxa de aquecimento de 70°C/min (0 s, triângulo azul compacto). Observar que este resultado escolhido para o tempo de espera de 0 s está um pouco acima da tendência proposta pelos dos outros tempos de espera (ver também a distância das curvas na Figura 4.14 c), sugerindo que a amostra deste ensaio também contenha um pouco de alumina em sua constituição.

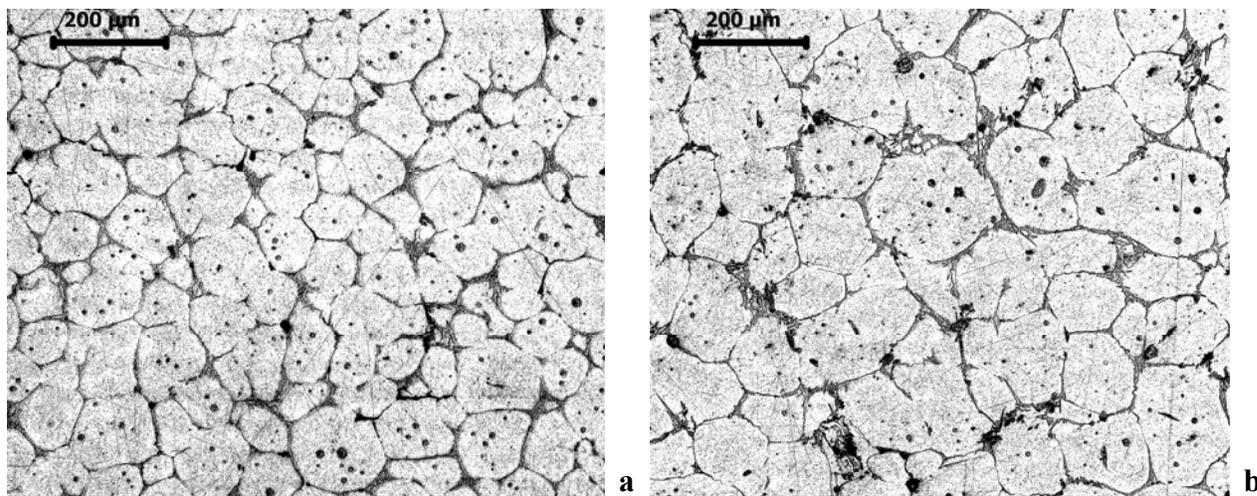


Figura 4.19: Amostras da liga AA 2011 após o ensaio de compressão à quente (621°C, tempo de espera de 0 s), relativas à Figura 4.17: a) viscosidade de $2,73 \times 10^5$ Pa.s, tempo para reaquecimento de 8:51 min., ou seja, taxa de aquecimento da ordem de 70°C/min; b) viscosidade de $7,1 \times 10^5$ Pa.s, tempo para reaquecimento de 20 min, ou seja, taxa de aquecimento de 31°C/min.

Pelas Figuras 4,19 a/b (seção transversal das duas amostras comprimidas relativas ao ponto 0 s da Figura 4.18), pode-se observar a diferença no tamanho dos glóbulos de acordo com o tempo de reaquecimento (lembrar que não há diferença relevante de tamanhos iniciais de glóbulos, como foi mostrado pelas Figuras 4.1, ao se considerar que as amostras foram retiradas de posições aleatórias do lingote para a execução desses ensaios de compressão à quente). Quanto maior o glóbulo e pior a sua circularidade, maior será a viscosidade medida, segundo os estudos

já apresentados no Capítulo 2, item 2.2.4. A Figura 4.20 mostra as duas curvas de viscosidade obtidas nos dois ensaios.

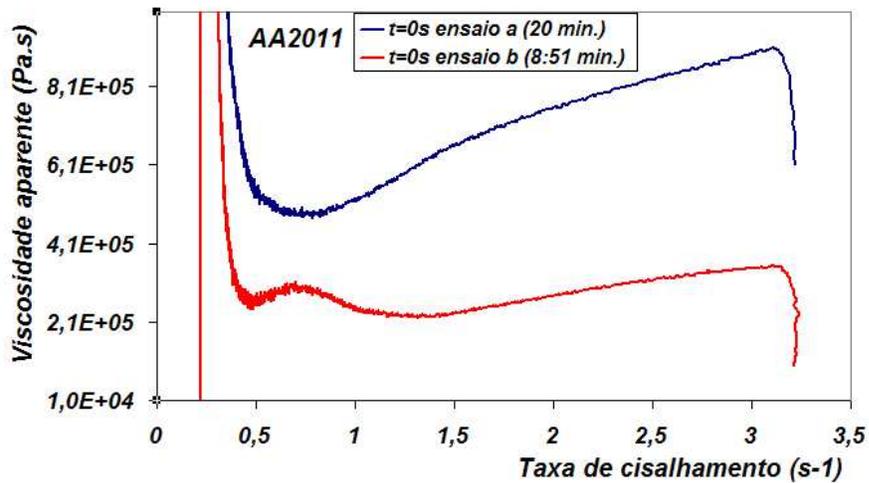
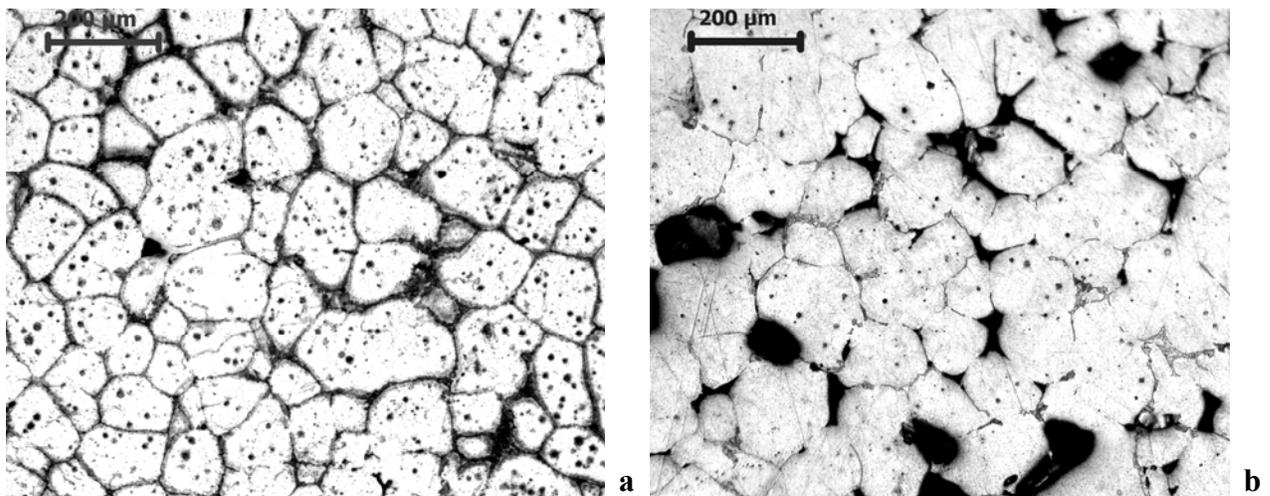
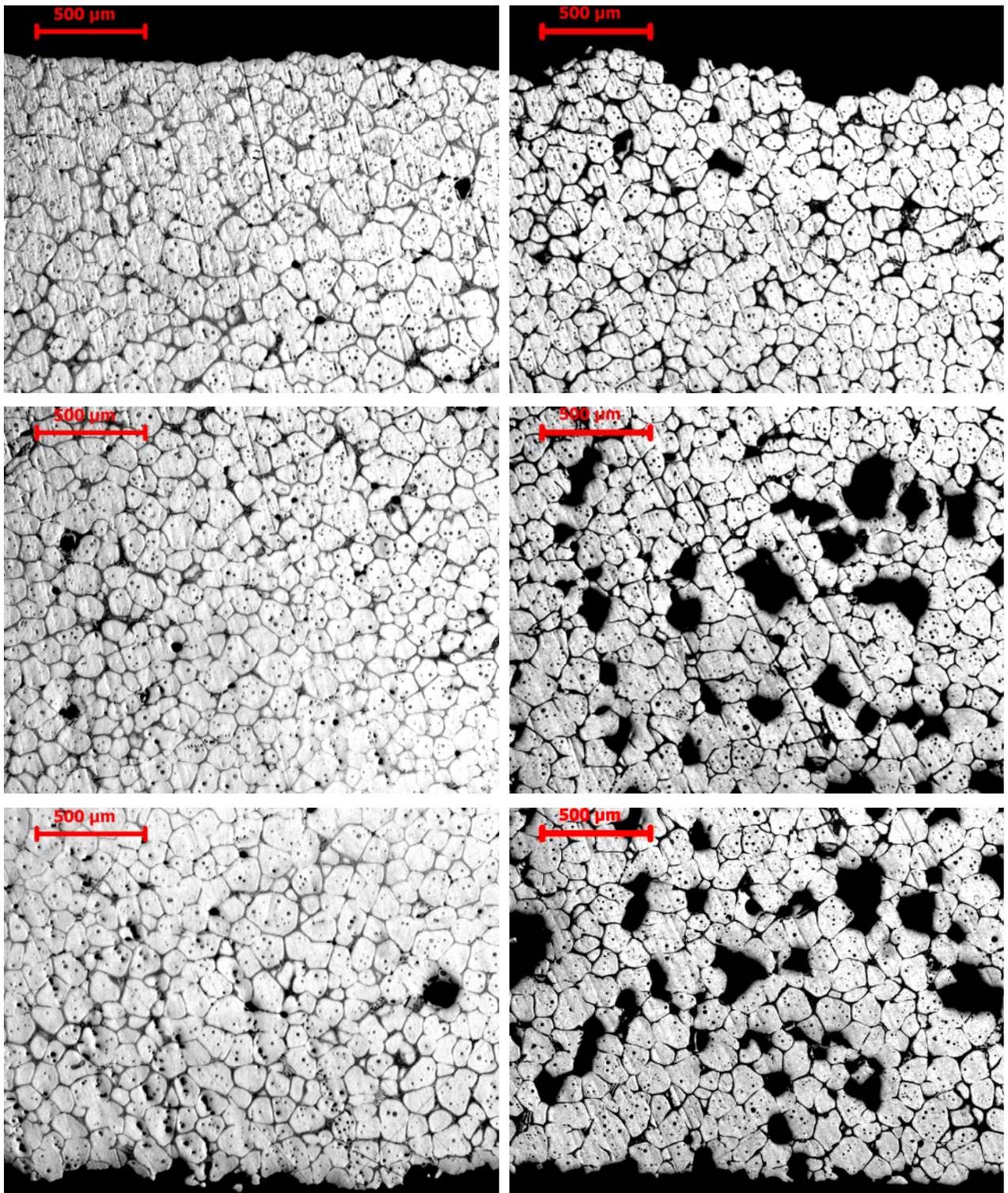


Figura 4.20: Dois ensaios de compressão à quente com amostras da liga AA (621°C, tempo de espera de 0s), relativas à Figura 4.17, com tempos de reaquecimento diferentes.

No segundo caso (ponto 90 s, triângulo verde vazio da Figura 4.18), o equipamento demorou o mesmo tempo para aquecer a amostra até a temperatura de 621°C (8:41 min) que o outro ensaio (triângulo verde compacto). Pelas Figuras 4.21, podemos ver tamanhos de glóbulo muito próximos (mesmo tempo de reaquecimento), o que não justificaria a diferença da viscosidade ter sido três vezes maior para a amostra da Figura 4.21b. Porém, com tantos poros, pode-se esperar a existência de alguma alumina dentro deles.



Figuras 4.21: Amostras da liga AA 2011 após o ensaio de compressão à quente (621°C, tempo de espera de 90 s), tempo de reaquecimento de 8:41 min., relativas ao gráfico da Figura 4.17: a) viscosidade de $1,12 \times 10^5$ Pa.s; b) viscosidade de $3,02 \times 10^5$ Pa.s.



a

b

Figuras 4.22: Amostras da liga AA 2011 após o ensaio de compressão à quente, com um valor muito semelhante de viscosidade medida: a) 630°C (fs 45%), tempo de espera de 0 s, viscosidade aparente média de $0,83 \times 10^5$ Pa.s; b) 621°C (fs 60%), tempo de espera de 30s, viscosidade aparente média de $0,73 \times 10^5$ Pa.s.

É importante salientar que os ensaios de compressão à quente fornecem uma primeira avaliação sobre a ordem de grandeza da viscosidade aparente do SSM, uma vez que a massa comprimida tem sua borda livre. Ou seja, não há necessariamente um alto grau de compactação. Deste modo, além do fato das partículas de alumina serem arrastadas para a borda (resultando num valor inferior de viscosidade e tensão medidas), pode-se obter também um bom deslizamento de grãos entre si (caso haja uma razoável circularidade dos glóbulos e líquido suficiente para uma “lubrificação” mínima), mas sem obrigatoriamente se “encaixarem” por completo, mesmo para um valor baixo de viscosidade, gerando uma amostra comprimida de qualidade inferior por estar repleta de poros, como mostram as Figuras 4.22, fotografias das seções transversais próximas ao centro delas. Nestes exemplos, o valor da viscosidade aparente média é de $0,83 \times 10^5$ Pa.s para a amostra da Figura 4.22a (630°C – fs 45% – tempo de espera de 0 s) e de $0,73 \times 10^5$ Pa.s para a amostra da Figura 4.22b (621°C – fs 60% – tempo de espera de 30 s).

Assim, para uma avaliação primeira da ordem de grandeza da variação da viscosidade da liga AA 2011, a Figura 4.23 mostra as curvas das viscosidades aparentes em várias temperaturas de reaquecimento para tempo de espera de 0s. Observa-se que há a possibilidade de viscosidades razoáveis para tixoconformação para a liga AA 2011 até a temperatura de 611°C , uma vez que se pode obter valores inferiores para tempos de espera maiores, como se constatou nas análises metalográficas e nos ensaios de compressão à quente feitos nas temperaturas de 630°C e 621°C , além da possibilidade da variação na taxa de compressão (Flemings, 1991). Estas hipóteses deverão ser melhor avaliadas em estudos futuros.

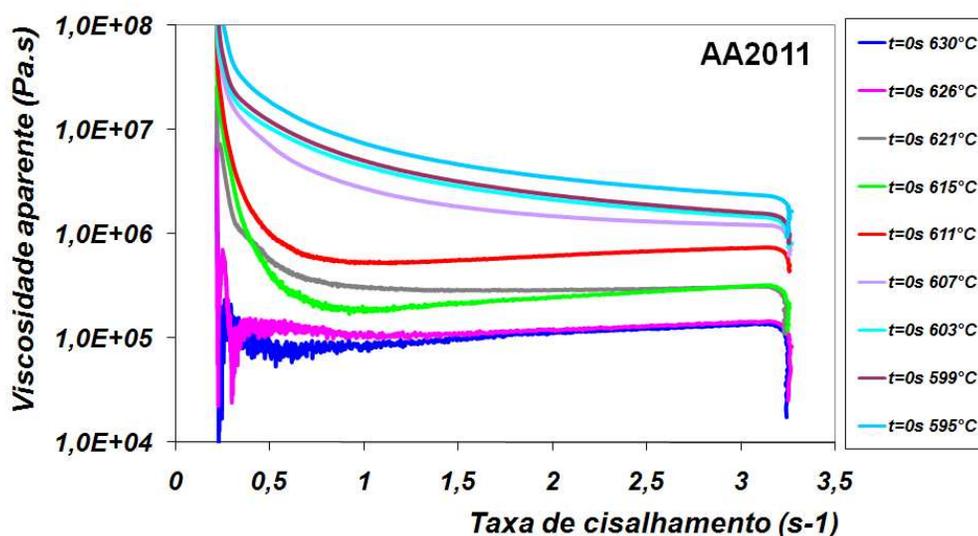


Figura 4.23: Curvas de viscosidade *versus* taxa de cisalhamento para a liga AA 2011 para várias temperaturas de reaquecimento e tempo de espera de 0 s.

Outra forma de visualizar a distribuição de temperaturas com relação à viscosidade pode ser vista pela linha de tendência no gráfico da Figura 4.24, gerado a partir das médias das viscosidades calculadas (excluiu-se resultados extrapolados) dos ensaios feitos para o tempo de espera de 0 s:

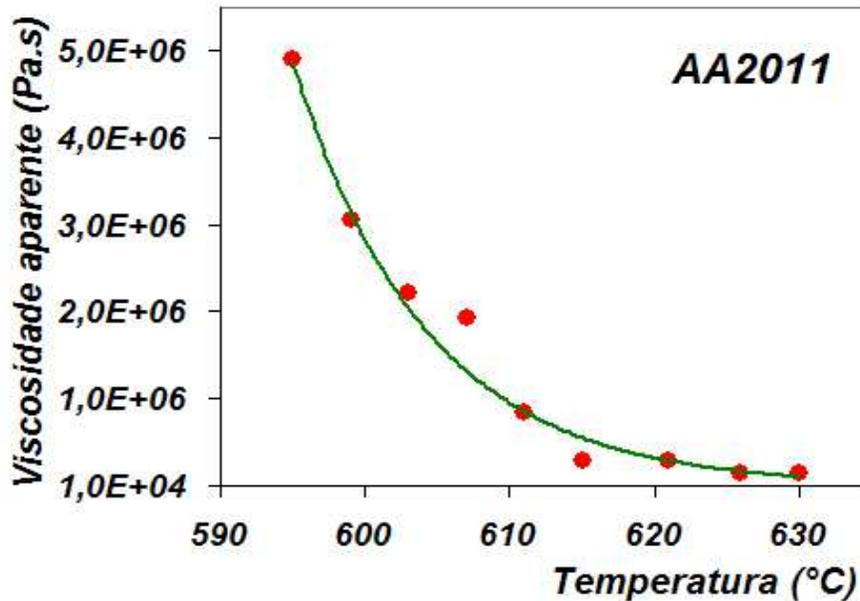
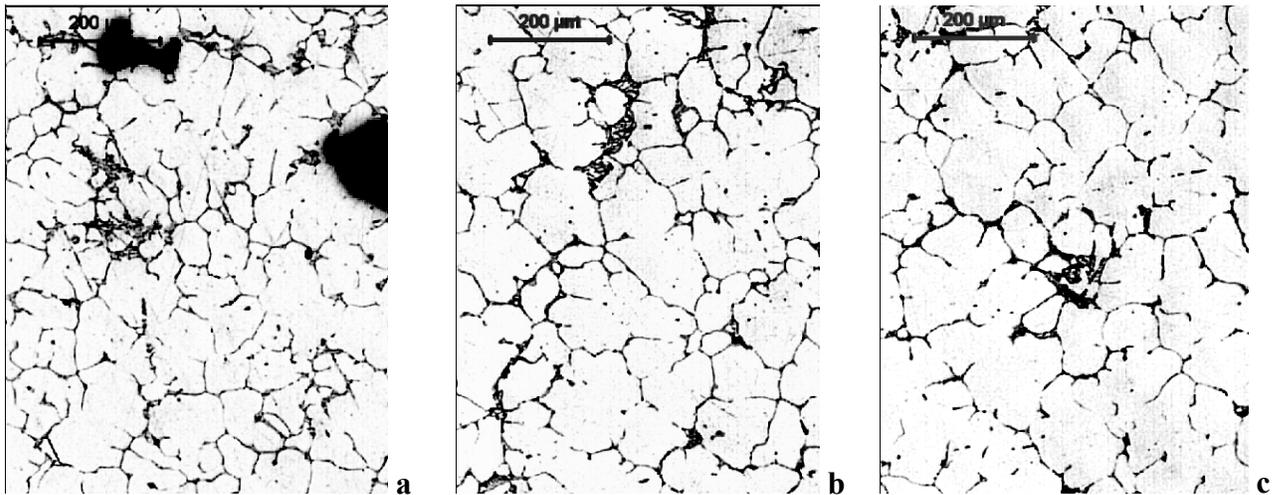


Figura 4.24: Viscosidade *versus* temperatura para a liga AA 2011. Médias dos valores encontrados para três ensaios de compressão à quente feitos no tempo de espera de 0 s para cada temperatura.

Como se pode observar a partir deste gráfico, obtém-se uma segunda avaliação sobre a tixotrofia da liga AA 2011: uma faixa ampla de temperatura (de 611 a 630°C) para uma faixa razoavelmente estreita de variação de viscosidade ($8,5 \times 10^5$ a $1,4 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente), o que permite aos processos industriais terem uma maior flexibilidade no controle de produção, lembrando que, para tempos de espera maiores, menores serão as médias das viscosidades encontradas para cada temperatura.

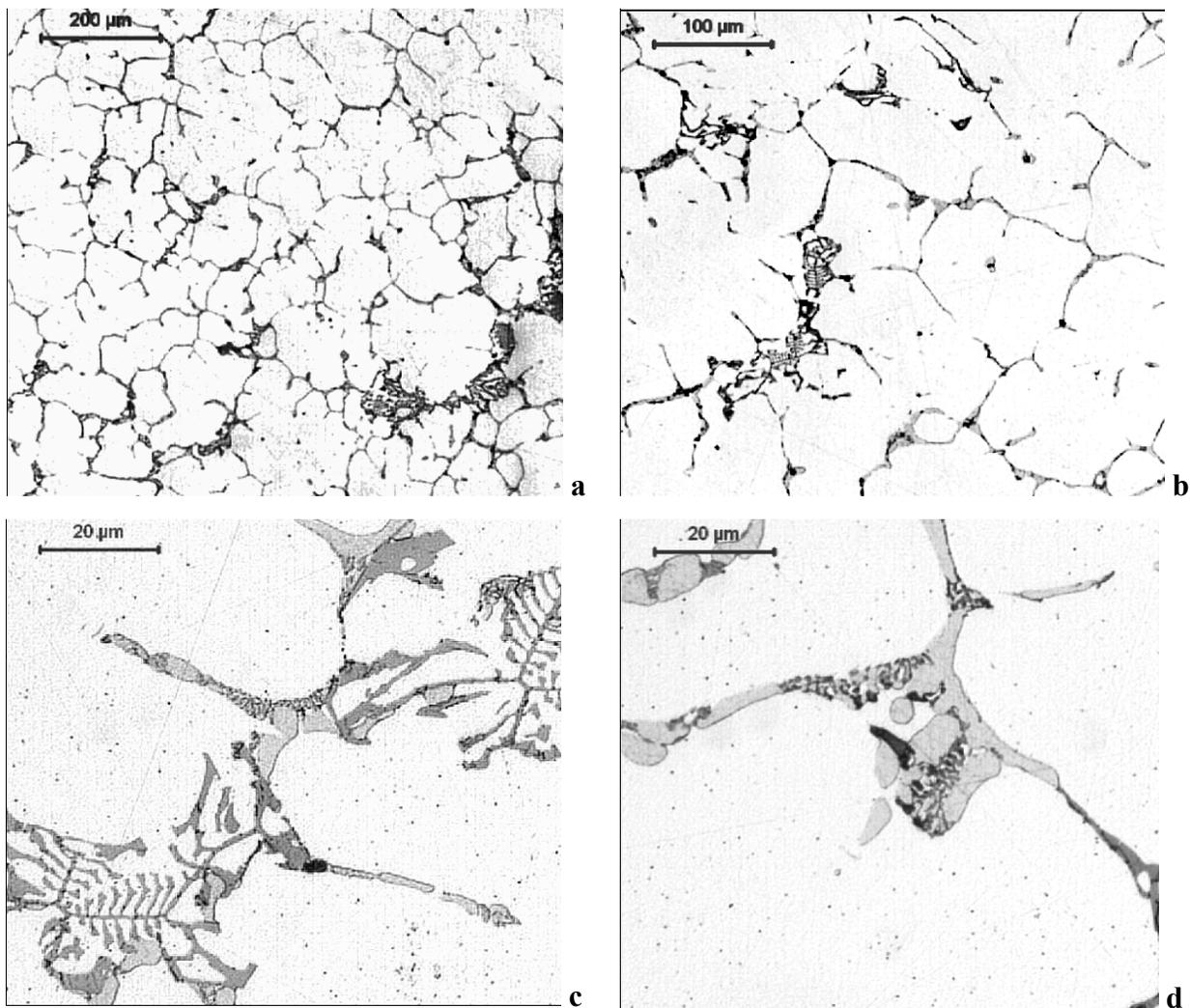
4.2 LIGA AA 2014

A liga AA 2014, fornecida pela empresa Alcoa, veio como um lingote, produzido por lingotamento contínuo e com posterior tratamento térmico T 651, com 24 cm de comprimento por 34 cm de diâmetro. A região escolhida para a retirada de amostras para a execução de todos os testes pretendidos, da mesma forma que para a liga anterior, foi a da coroa radial mediana (entre 5 e 10 cm). A razão para esta escolha está no intuito de se obter uma homogeneização nos estudos metalográficos, lembrando que a porcentagem de cobre pode ser diferente ao longo da seção transversal do lingote, o tamanho dos grãos varia consideravelmente (Figuras 4.24), devido ao tipo de processamento e maior diâmetro do lingote, como também evitar boa parte dos defeitos de solidificação inerentes ao rápido resfriamento da superfície externa (vide dimensão dos poros na Figura 4.24a).



Figuras 4.25: Exemplos de três regiões do lingote fornecido da liga AA 2014: a) borda (até 2 cm); b) coroa radial mediana (5 a 10 cm); c) coroa radial central (10 a 15 cm).

Para uma caracterização visual geral, uma seqüência de micrografias foi selecionada (Figuras 4.26) de amostras das regiões radiais medianas.



Figuras 4.26 a/b/c/d: Amostra da região radial mediana do lingote da liga AA 2014, com ataque ácido de HF 1% em diversas ampliações.

Pode-se observar os grãos na forma de rosetas mais arredondadas e de poucos braços, mas ainda muito irregulares, junto a pequenos glóbulos. Nas Figuras 4.26 c/d, observa-se também uma fina dispersão de CuAl_2 no interior dos grãos e entre os grãos (composto cinza claro) e os vários precipitados, também na região entre os grãos. As formas que se assemelham a “escritas chinesas em teia” são $\alpha\text{Al}(\text{FeMn})\text{Si}$, os compostos em cinza médio são $\text{Al}_4\text{CuMg}_5\text{Si}_4$, e os particulados negros são Mg_2Si , segundo análises processadas via EDS (vide Anexo C), comparadas às descrições encontradas no *ASM Handbook* (2004).

4.2.1 CARACTERIZAÇÃO COMPOSICIONAL E TÉRMICA

Como na liga AA 2011, a análise composicional foi efetuada por três laboratórios: Laboratório de R-X do DEMa/FEM/Unicamp, CBA e Alcoa, como já citado no item 3.1 do Capítulo 3. As médias dos valores encontrados (porcentagem em massa) por cada laboratório estão mostradas na Tabela 4.6. Como base para os estudos (devido à diferença encontrada nos resultados), também foi escolhida a análise processada pela Alcoa, uma vez que abrangeu o exame de uma área maior (se em comparação às dimensões das regiões avaliadas pelos outros dois laboratórios), fornecendo um valor melhor da média das concentrações do lingote.

Tabela 4.6: Análise composicional (wt %) da liga AA 2014 processada por três diferentes laboratórios: Laboratório de R-X do DEMa/Unicamp, CBA e Alcoa.

AA 2014	DEMa	CBA	Alcoa
Al	92,2	93,26	93,1
Cu	5,42	4,27	4,36
Fe	0,56	0,46	0,44
Si	0,7	0,73	0,81
Mn	0,94	0,74	0,78
Mg	0,06	0,41	0,39
Bi	-	-	0,01
Pb	-	0,02	0,02
Ti	0,03	0,03	0,04
Cr	0,02	0,012	0,013
Ni	0,01	-	0,01
Zn	-	0,022	0,036

Para a determinação das temperaturas *liquidus* e *solidus*, foram obtidos resultados via a caracterização térmica DSC (em três rampas de aquecimento, vide gráficos no Anexo A), pelo *software* Termo-Calc (de acordo com os principais constituintes da liga, vide gráfico no Anexo A), pelos valores encontrados no diagrama de fase do Al-Cu, pelos dados existentes no *site* da Alcoa, e por meio de testes de fusão de amostras no forno de indução com taxa de aquecimento da ordem de 80°C/min. Os valores encontrados constam da Tabela 4.7.

Tabela 4.7: Temperaturas de fusão e de solidificação da liga AA 2014, e a diferença entre elas, obtidas no *site* da Alcoa, pelo gráfico do diagrama binário Al-Cu, pelas caracterizações térmicas via DSC e simulação Termo-Calc, e ainda por meio do forno de indução (taxa de aquecimento da ordem de 100°C/min).

AA 2014	Alcoa	Diagrama Al-Cu	DSC (5°C/min)	DSC (10°C/min)	DSC (15°C/min)	Termo-Calc	Forno de indução (100°C/min)
Temp. de fusão (°C)	610	645	642	628	652	641	628
Temp. de solidificação (°C)	530	574	576	575	540	524	--
ΔT (°C)	80	71	66	53	112	117	--

De acordo com os resultados via DSC, observa-se uma variação considerável nos valores das temperaturas *liquidus*, se comparadas à que foi encontrada pela rampa de 5°C/min: para 10°C/min = 628°C; para 15°C/min = 652°C, sugerindo uma resposta muito diferente do material quando a taxa de aquecimento varia, ou como decorrência de diferenças de composição das amostras utilizadas (uma vez que as amostras para este teste são da ordem de 50 mg), ou ainda retardos no registro de informações pelo equipamento.

Como uma caracterização térmica experimental, foram feitos alguns testes para a determinação da temperatura de fusão de amostras (com massa da ordem de 25 g) no forno de indução, com taxa de aquecimento da ordem de 80°C/min, com o objetivo de se obter um valor mais próximo aos dos processos industriais. Porém, quando estes testes foram feitos, ocorreu a fusão de uma amostra na temperatura de 580°C, valor este praticamente da temperatura de solidificação via DSC, ou muito abaixo do valor da temperatura de fusão fornecida pela própria Alcoa. Este comportamento anômalo do material, como já tinha sido visto nas outras rampas via análise DSC, denota uma possível variação considerável de composição e/ou outros aspectos metalúrgicos ao longo da seção transversal do lingote que alteram em demasia a resposta de amostras a valores de fusão do material fornecido. Assim, para ser possível um estudo dentro das condições existentes de material e equipamentos disponíveis, foram utilizadas amostras menores (da ordem de 15 g) e adjacentes (para minimizar diferenças composicionais) e tempo para reaquecimento menor (da ordem de 5 a 6 min até as temperaturas desejadas), se em comparação às amostras testadas da liga AA 2011 e seus tempos de reaquecimento (da ordem de 25 g e 7 a 8 min). Assim, um valor médio encontrado para este último teste de fusão foi de 628°C, semelhante ao da segunda rampa de aquecimento da caracterização DSC.

De acordo com os resultados obtidos para a temperatura *solidus*, observa-se uma grande diferença nos valores encontrados, como já visto na liga anterior, não só devido às variações nas taxas de aquecimento/resfriamento utilizadas como discutido, como também devido à demarcação do início da fusão do material como sendo relativo à fusão de alguns precipitados (dados via Termo-Calc e Alcoa). Como consequência, os valores encontrados como intervalo entre as temperaturas *solidus/liquidus* desta liga apresentaram também uma grande variação. Contudo, é possível concluir que o primeiro critério necessário para se saber se uma liga poderá ser tixoconformável (uma diferença grande de temperatura entre a *solidus* e a *liquidus*), como citado no item 2.4.1, já foi cumprido: para a liga AA 2014 é de, no mínimo, 50°C.

4.2.2 DETERMINAÇÃO DAS TEMPERATURAS PARA AS FRAÇÕES SÓLIDAS ESCOLHIDAS

Na Tabela 4.8, estão definidas as temperaturas para uma defasagem de 15% na fração sólida por vários métodos: via a Equação de Scheil (Equação 2.2, apresentada no Capítulo 2, com $k_{\text{médio}}=0,17$), via cálculo das áreas das curvas de aquecimento DSC (já plotadas num gráfico fração de líquido *versus* temperatura, Figura 4.27) e as temperaturas obtidas via simulação Termo-Calc (também plotadas na Figura 4.27). Pode-se observar que os valores pelo DSC forneceram números muito acima da temperatura média de fusão encontrada nos testes no forno de indução e as temperaturas calculadas via a simulação Termo-Calc foram próximas. Portanto, adotou-se como estimativa para as frações sólidas de 45% e 60% as temperaturas calculadas via a Equação de Scheil.

Tabela 4.8: Temperaturas para 45% e 60% de fração sólida para a liga AA 2014, segundo a Equação de Scheil, DSC e Termo-Calc.

AA 2014	Eq. Scheil	DSC	Termo-Calc
Fs 45%	625°C	632 - 640°C	629°C
Fs 60%	614°C	627 - 634°C	620°C

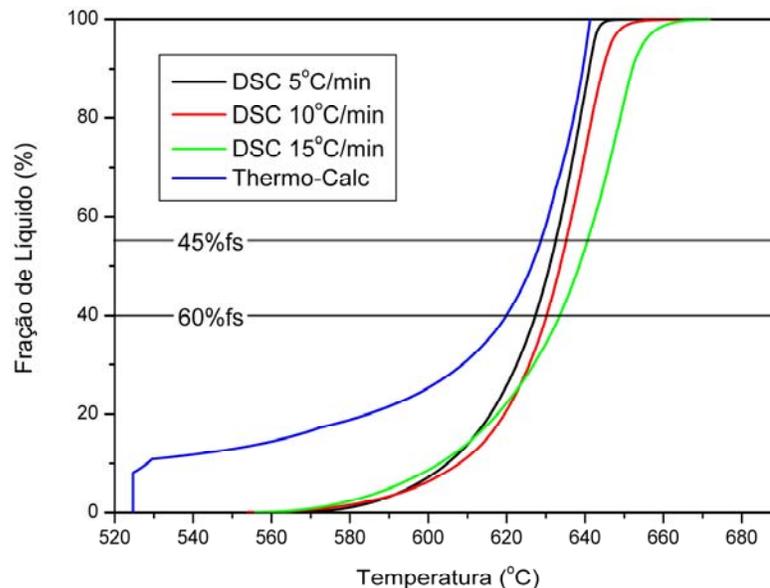


Figura 4.27: Gráfico da fração de líquido (%) *versus* temperatura (°C) para as várias rampas de aquecimento do DSC e para a simulação Thermo-Calc para a liga AA 2014.

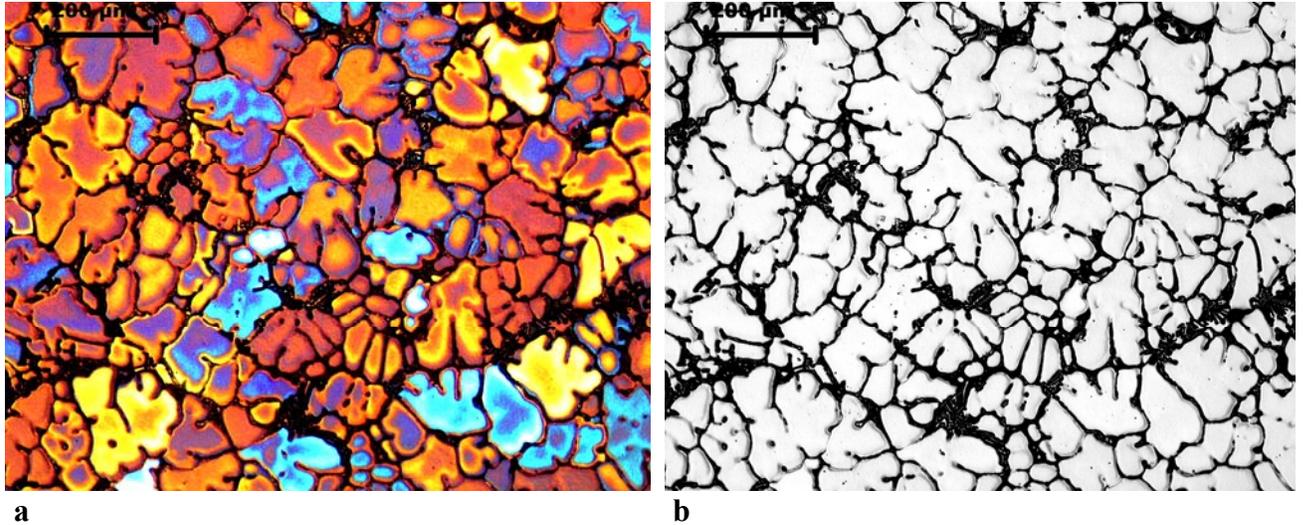
4.2.3 CARACTERIZAÇÃO MACRO/MICROESTRUTURAL

Para a análise metalográfica (como explicado anteriormente no item 3.2), utilizou-se o reagente Barker (diluição do ácido HBF_4 50% em água) a 2% em ataque eletrolítico (30/40 V), com tempos de ataque variando de 170 a 240 s, para ser possível a análise no microscópio com luz polarizada.

4.2.3.1 Análise metalográfica da liga AA 2014 como fornecida

A análise da liga como fornecida foi discutida quando na apresentação das características do lingote. Para a análise macro/microestrutural, a seguir são apresentados exemplos de fotografias (Figuras 4.28). Como já discutido previamente, entende-se que os grãos adjacentes de mesma tonalidade pertençam à mesma estrutura (mesmo que na fotografia em branco e preto pareçam estar separados) e os de mesma tonalidade, porém mais distantes entre si, não estejam

interconectados. Pode-se observar também por análise visual que a relação grão/glóbulo está bem acima de 1,0, denotando um “esqueleto dendrítico” de proporções relevantes.



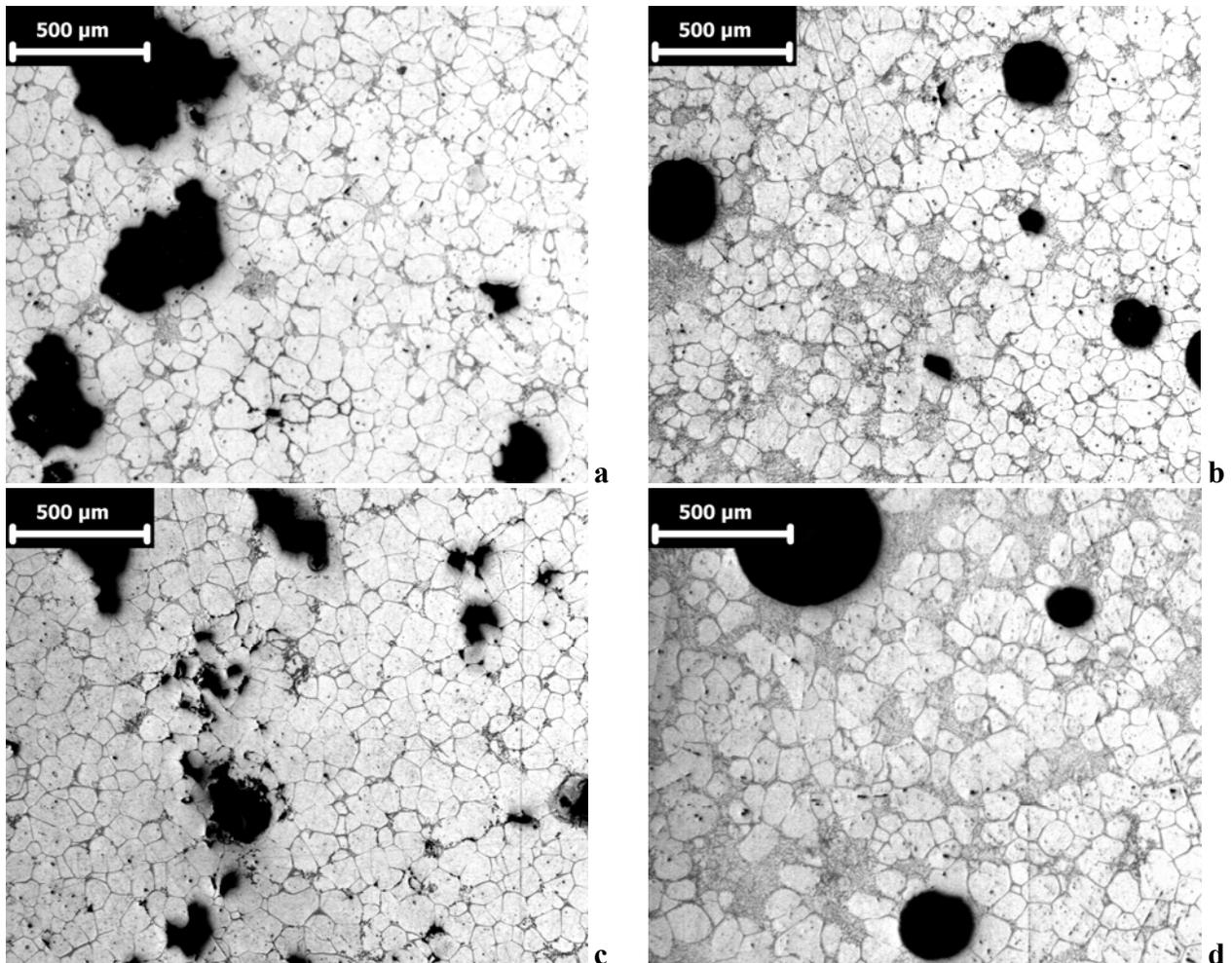
Figuras 4.28: a) Amostra da liga AA 2014 como fornecida com ataque eletrolítico via HBF_4 a 2%; b) A mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada.

É importante advertir que a contagem de grãos, de glóbulos e cálculo da circularidade para esta liga como fornecida é difícil, uma vez que, em algumas regiões, os limites não são muito definidos nas linhas de separações ou mesmo nas tonalidades. Por esta razão, os valores obtidos serão apenas estimativas.

4.2.3.2 Evolução morfológica no estado semi-sólido

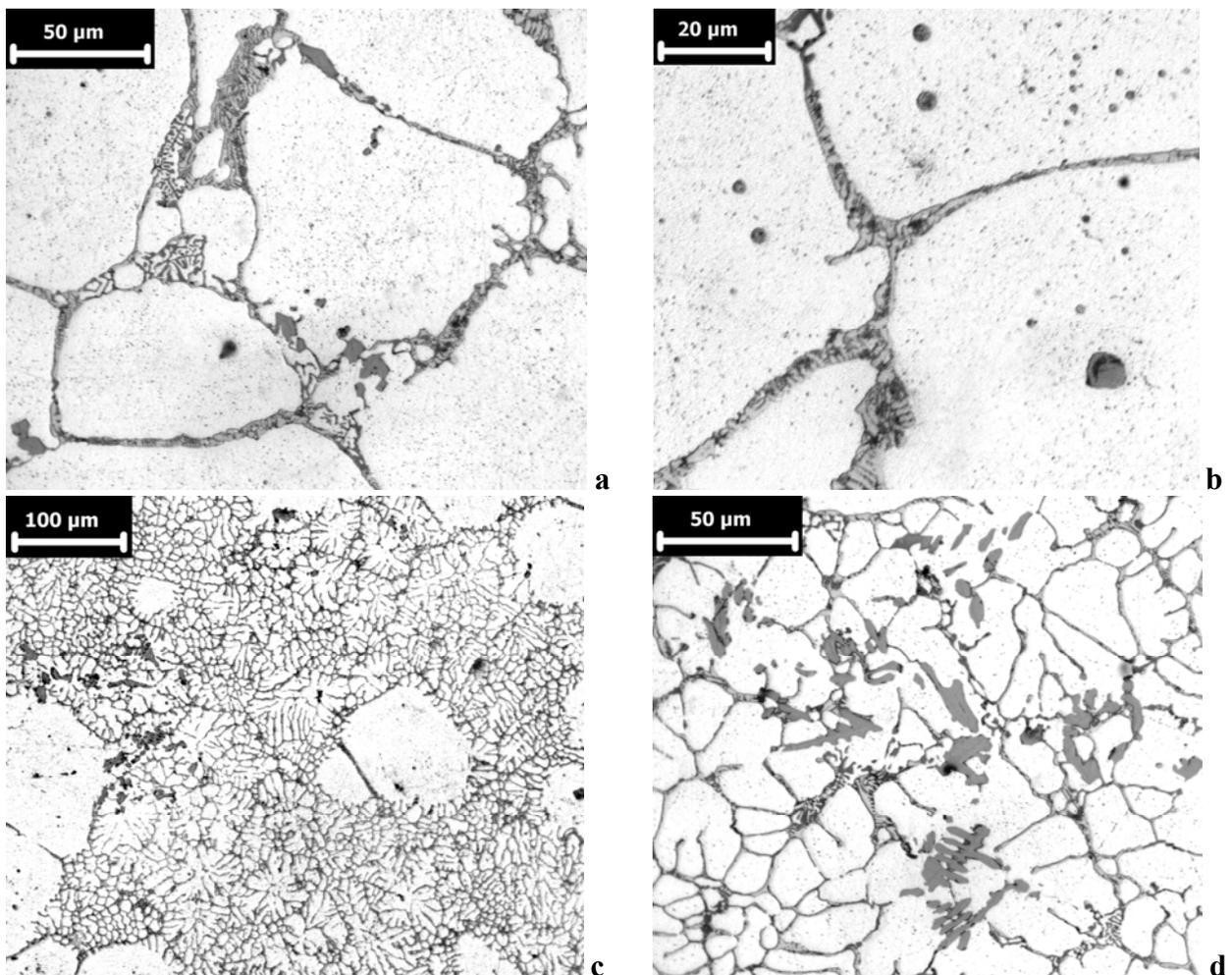
Os reaquecimentos da liga AA 2014 foram feitos no forno de indução com os tempos de espera de 0 s, 30 s, 90 s e 210 s às temperaturas de 625°C (fs 45%) e 614°C (fs 60%). As taxas de aquecimento foram semelhantes (por volta de $100^\circ\text{C}/\text{min}$) e resfriadas imediatamente por imersão em água à temperatura ambiente (por volta de 6 s), com o intuito de se obter uma morfologia a mais próxima existente quando na temperatura do reaquecimento. Posteriormente, as amostras foram cortadas ao meio (com o objetivo de se observar sua região central mais regular) e foram preparadas de acordo com os procedimentos explicitados no item 3.2 do Capítulo 3.

- Temperatura de 625°C (fs 45%)



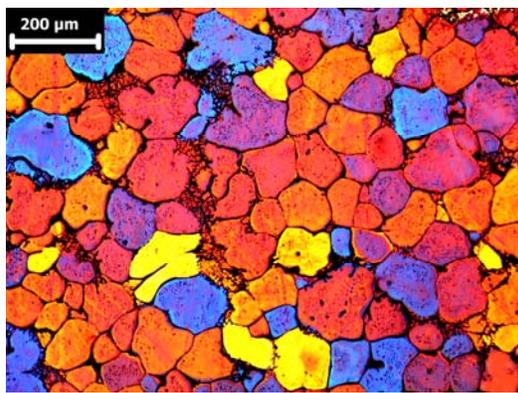
Figuras 4.29: Amostras da liga AA 2014 reaquecimento à 625°C com ataque HF 1%. Tempos de espera de: a) 0 s, b) 30 s, c) 90 s, d) 210 s.

Ao se olhar as amostras a olho nu, pode-se observar muitos poros grandes espalhados por toda a superfície. Ao observá-las pelo microscópio (imagens exemplificadas pelas Figuras 4.29), constata-se o surgimento de vários poros irregulares por contração de solidificação (principalmente mais à borda das amostras, devido ao rápido resfriamento imposto) e vários poros arredondados (grandes e alguns pequenos), espalhados homogeneamente, que não existiam anteriormente nesta quantidade no material como fornecido. O surgimento dessas imperfeições provavelmente se deve à liberação no reaquecimento de bolhas de ar/hidrogênio, retidos durante o processo de fabricação do lingote. Estimativas dessa porosidade (% em volume), obtidas por picnometria, constam da Tabela 4.9.

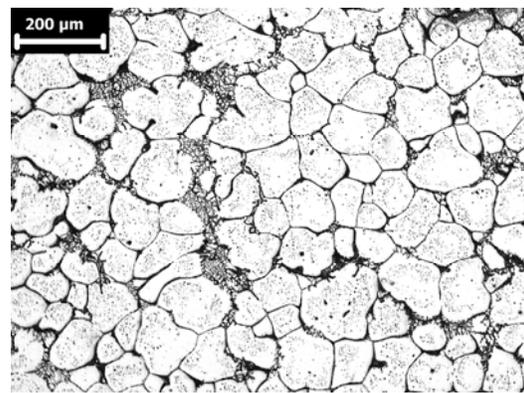


Figuras 4.30: Amostras da liga AA 2014 com reaquecimento à 625°C com ataque HF 1%: a/b) ênfase nos precipitados; c/d) ênfase nas “regiões dendríticas”.

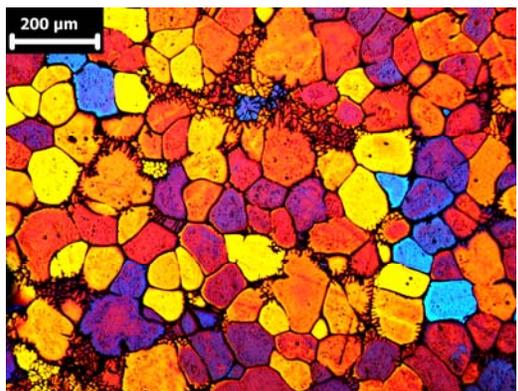
Pelas Figuras 4.30 a/b, vê-se o parcial desmembramento dos precipitados entre grãos (observa-se em detalhe o acúmulo em certas regiões entre-grãos dos componentes Al-Fe-Mn-Si – que se assemelham a “poças” cinza médio na Figura 4.30a – e precipitados dispersos dos componentes Al-Cu-Mg-Si em preto, tecendo partes de “escrita chinesa”); porém, grande parte dos seus constituintes permaneceu retida nesta região (vide Anexo C) e uma quantidade considerável espalhada por toda a região dentro do grão (vide Anexo C). Pode-se ver também um grande aumento na quantidade de CuAl_2 finamente distribuído dentro dos glóbulos, se em comparação à liga fornecida, e a formação de eutético lamelar nas regiões entre os grãos. Na Figura 4.30b, observa-se que as poças de CuAl_2 possuem pouco ou nenhum precipitado em seu interior. Nas Figuras 4.30 c/d, observa-se em detalhe exemplos das “regiões dendríticas”.



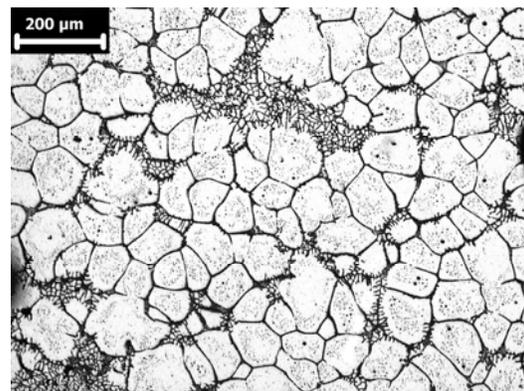
a



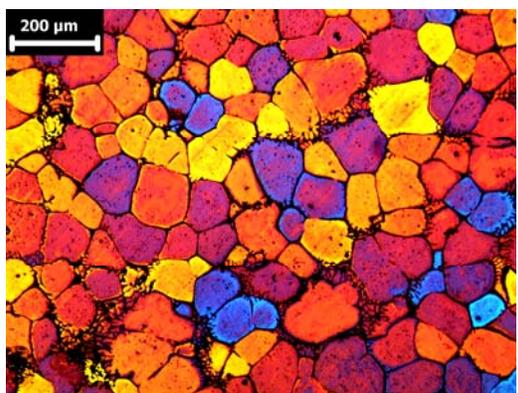
b



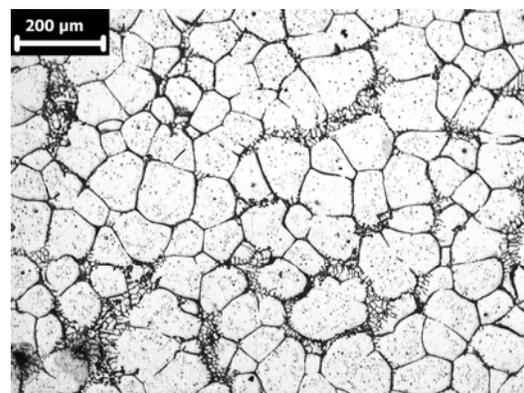
c



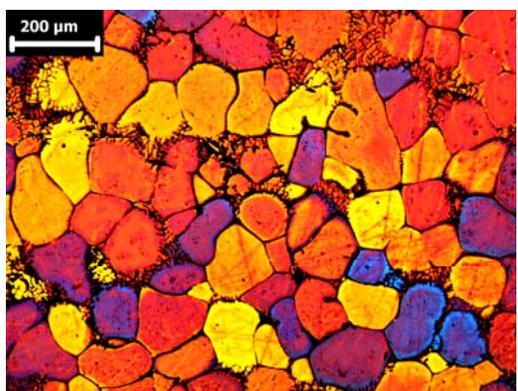
d



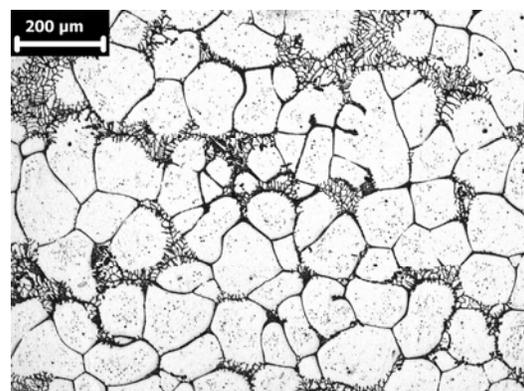
e



f



g



h

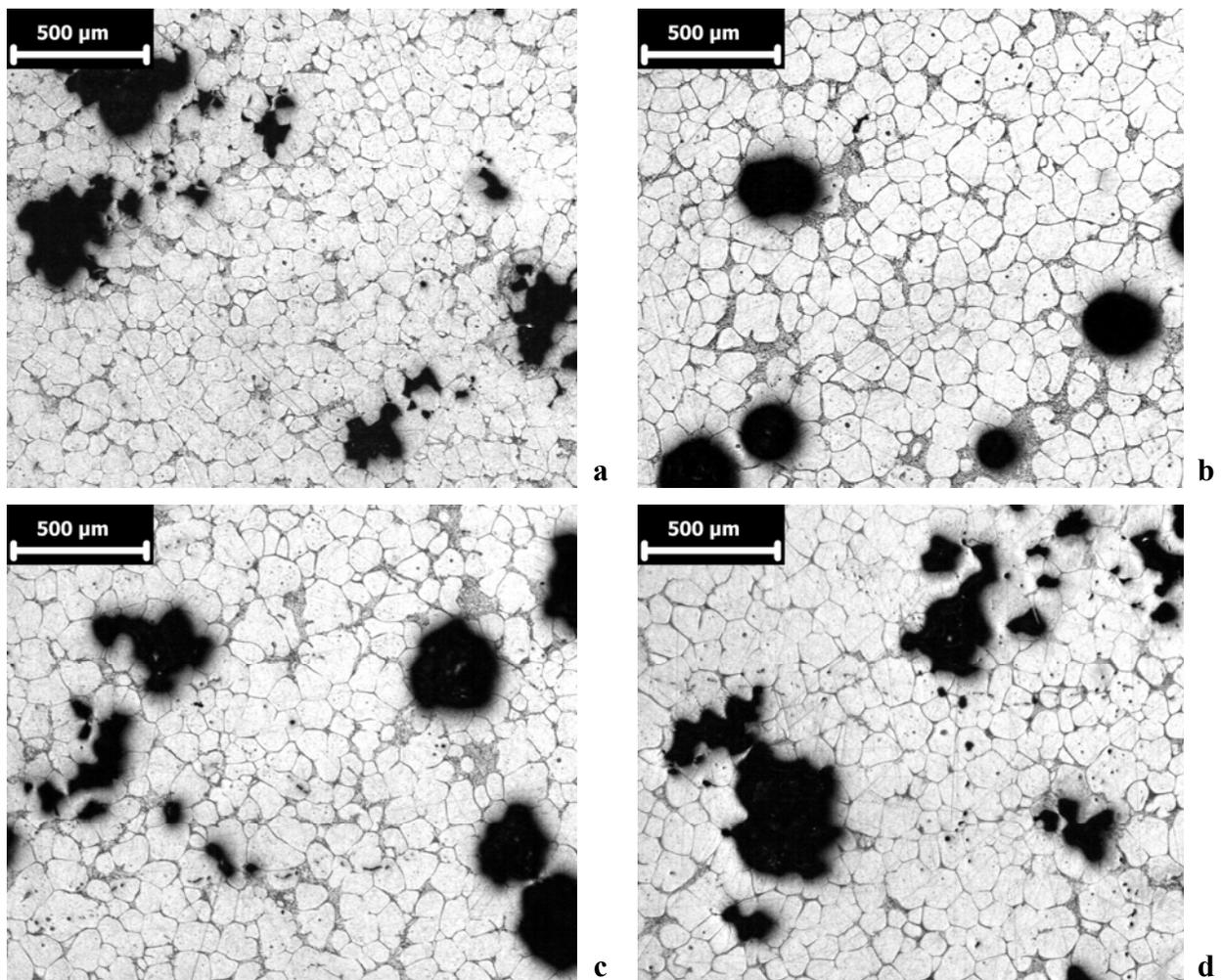
Figuras 4.31: Micrografias coloridas via ataque eletrolítico por HBF_4 a 2% e em preto e branco (a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada) da liga AA 2014 com reaquecimento à 625°C e tempo de espera de: a/b) 0 s; c/d) 30 s; e/f) 90 s; g/h) 210 s.

Por meio das Figuras 4.31 coloridas, observa-se que a relação entre grãos/glóbulos diminuiu razoavelmente (com relação à liga fornecida) apenas para o tempo de espera de 30 s e menos para os outros tempos, denotando pouca eficiência na quebra do “esqueleto dendrítico” anteriormente existente como resposta ao processo de reaquecimento.

Nas Figuras 4.31 em preto e branco, pode-se observar:

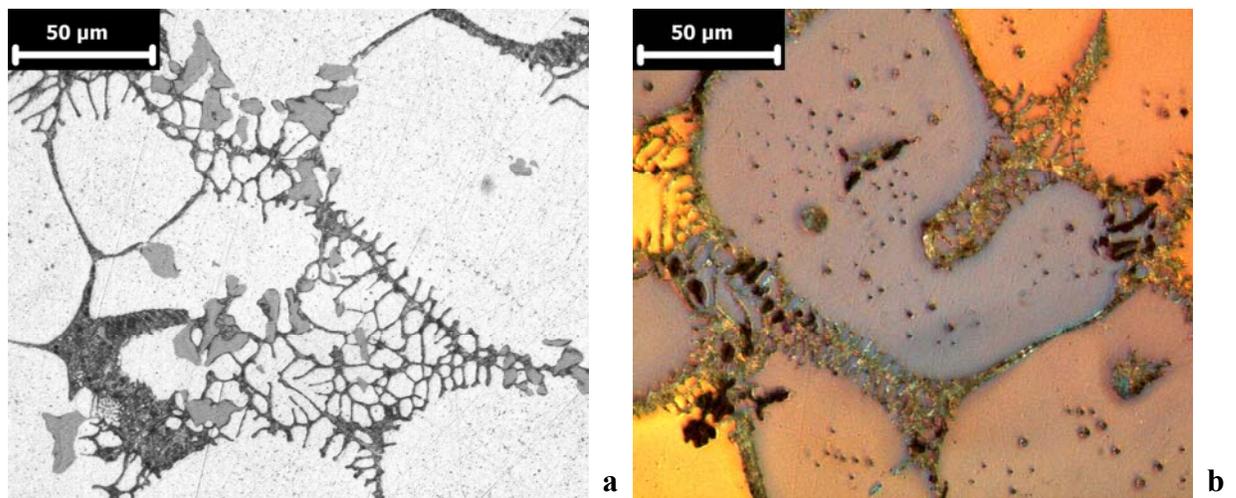
- A alteração das rosetas pré-existentes para a forma globularizada em sua grande maioria (na primeira etapa de reaquecimento por Ostwald Ripening, depois por coalescência, como no esquema de globularização mostrado na Figura 2.7 – rota d/e). Contudo, pelo fato das rosetas originais apresentarem poucos braços, poucas poças retidas surgiram, mas os glóbulos formados ainda apresentaram (tempo de espera de 0 s) uma configuração disforme;
- Não se nota uma variação perceptível na quantidade de eutético entre grãos, se em comparação à liga fornecida;
- O aparecimento de muitas regiões de formações dendríticas (mais evidenciada nos tempos de espera de 0 e 210 s), como resultado do rápido resfriamento às regiões que foram parcialmente fundidas durante o reaquecimento.
- **Temperatura de 614°C (fs 60%)**

Buscando uma visão geral das amostras, pode-se ver a enorme quantidade de poros grandes a olho nu, espalhados por todas as superfícies. Ao olhá-las pelo microscópio (imagens exemplificadas pelas Figuras 4.32), observa-se a formação de muitos poros grandes e irregulares por contração de solidificação (principalmente mais à borda das amostras, devido ao rápido resfriamento imposto), vários poros arredondados grandes espalhados por toda a região e poucos pequenos, resultado da liberação de bolhas de ar/hidrogênio (retidos quando no processo de fabricação do lingote).



Figuras 4.32: Amostras da liga AA 2014 com reaquecimento à 614°C com ataque HF 1% com tempo de espera de: a) 0 s; b) 30 s; c) 90 s; d) 210 s.

Pelas Figuras 4.33 a/b, vê-se o quase completo desmembramento dos precipitados entre os grãos; porém, grande parte dos seus constituintes ainda permaneceu retida nesta região (observa-se em detalhe o acúmulo em certas regiões nos contornos de grão dos componentes Al-Fe-Mn-Si – se assemelham a “poças” cinza médio na Figura 4.33a e em preto na Figura 4.33b – e precipitados dispersos dos componentes Al-Cu-Mg-Si em preto, tecendo partes de “escrita chinesa” na Figura 4.33a, como mostrado nas análises EDS, vide Anexo C). Pode-se ver também um grande aumento na quantidade de Cu_2Al finamente distribuído dentro dos glóbulos, formação de eutético lamelar na região entre os grãos, assim como precipitados dissolvidos dispersos (como mostrado nas análises EDS, vide Anexo C). Pela Figura 4.34, pode-se observar em detalhe uma ampla “região dendrítica”.



Figuras 4.33: Amostras da liga AA 2014 com reaquecimento à 614°C: a) com tempo de espera de 210 s com ataque HF 1%; b) com tempo de espera de 90 s, depois do ataque eletrolítico com HBF_4 .

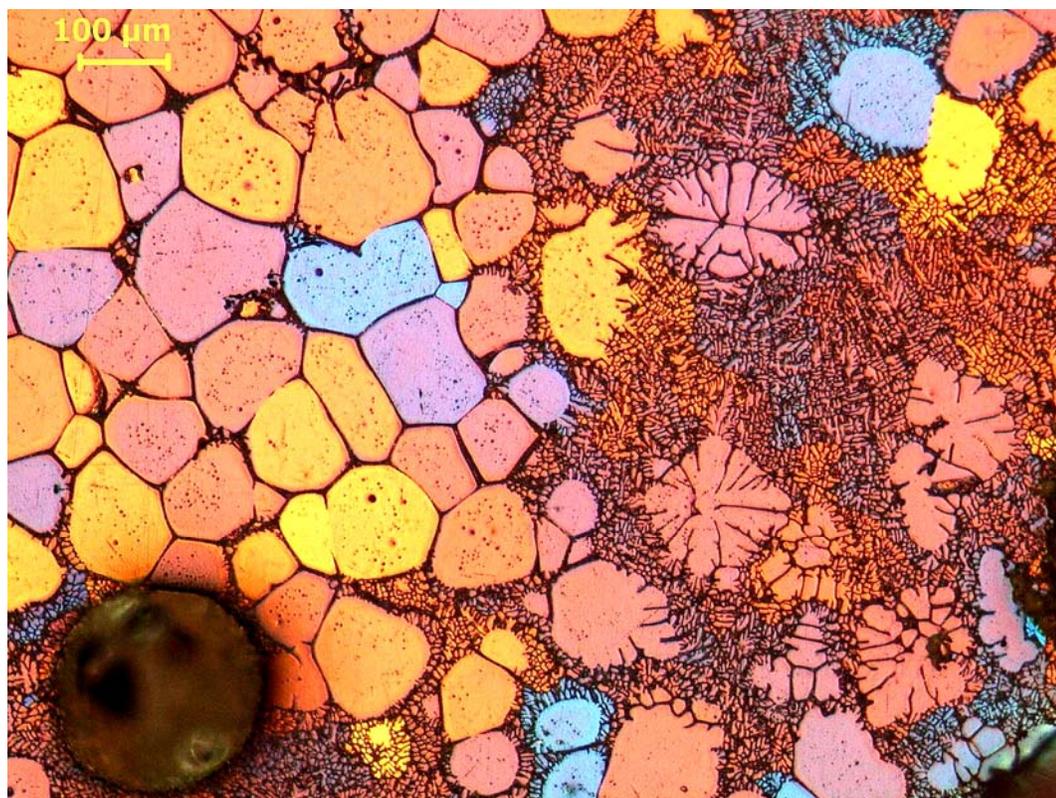
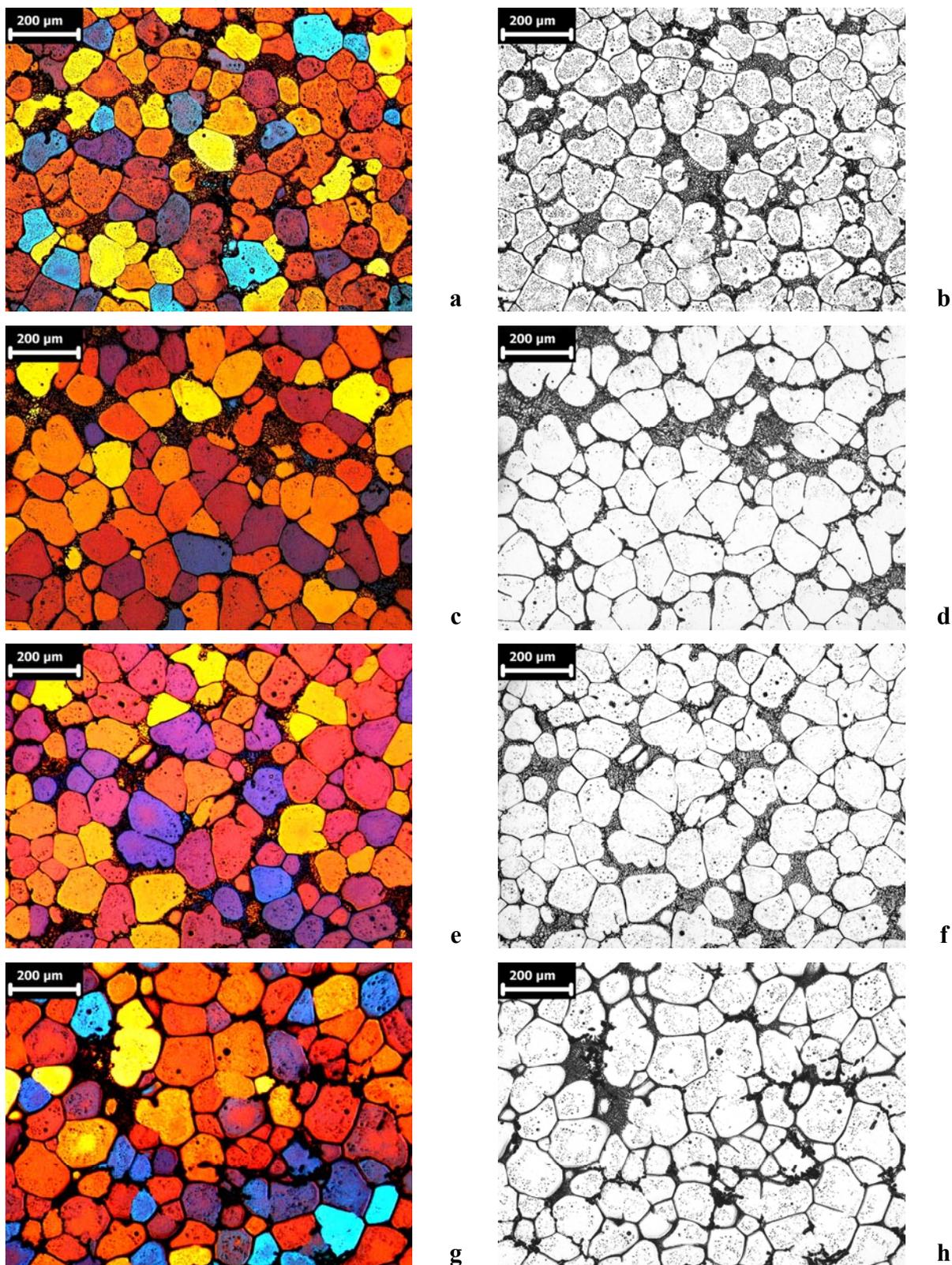


Figura 4.34: Amostra da liga AA 2014 com reaquecimento à 614°C com tempo de espera de 210 s, depois do ataque eletrolítico com HBF_4 .

Nas Figuras 4.35 coloridas, observa-se que a relação entre grãos/glóbulos foi pouco reduzida para todos os tempos de espera, ou seja, não houve uma diminuição apreciável na estrutura do “esqueleto dendrítico” anteriormente existente.



Figuras 4.35: Micrografias coloridas via ataque eletrolítico por HBF_4 a 2% e em preto e branco (a mesma posição da amostra sem a lente para a luz polarizada) da liga AA 2014 com reaquecimento à 614°C e tempo de espera de: a/b) 0 s; c/d) 30 s; e/f) 90 s; g/h) 210 s.

Nas Figuras 4.35 em preto e branco, pode-se observar:

- A alteração também das rosetas pré-existentes para a forma globularizada em sua grande maioria (por Ostwald Ripening na primeira etapa e principalmente por coalescência durante os tempos de espera, mais acentuadamente para o tempo de espera de 210 s, como no esquema de globularização mostrado na Figura 2.7 – rota d/e); contudo, pelo fato das rosetas originais apresentarem poucos braços, pouco líquido ficou retido e os glóbulos formados já apresentaram desde o início (tempo de espera de 0 s) uma forma mais arredondada;
- Não se nota uma variação perceptível na quantidade de eutético entre grãos, se em comparação à liga fornecida, mas ocorreu um acúmulo esporádico deste em alguns locais;
- O aparecimento de muitas “regiões dendríticas”, mostrada em detalhe na Figura 4.34, como resultado do resfriamento secundário imposto ao material que foi liquefeito durante o reaquecimento. Notar que este tipo de região é composta de dendritas de diferentes orientações cristalográficas, como pode ser visto pelas várias cores misturadas.

4.2.3.3 Análise quantitativa

Das fotografias tiradas dos melhores locais de cada amostra (longe das bordas e do centro, não só para se evitar diferenciações no tempo de solidificação, como também os poros, as trincas de contração e excesso de “regiões dendríticas”), foram utilizadas 10 para as análises de acordo com os métodos apresentados no item 2.2.4.2 do Capítulo 2. Contudo, devido a particularidades de determinadas amostras, as mesmas proposições do item 4.1.3.3 também foram adotadas para esta liga.

A Tabela 4.9 mostra os resultados finais obtidos a partir das fotografias selecionadas da liga fornecida e das fotografias nas temperaturas de 614°C (fs 60%) e 625°C (fs 45%) para os quatro tempos de espera determinados (0/30/90/210 s), pela via das mesmas análises utilizadas que para a liga anterior.

Tabela 4.9: Valores obtidos de tamanho de grão, tamanho de glóbulo, relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, RQI e porcentagem de porosidade para a liga AA 2014 como fornecida nas temperaturas de 614°C (fs 60%) e de 625°C (fs 45%).

<i>AA 2014</i>	Tam. gr. (μm)	Tam. gl. (μm)	Grão/Glob.	Circularidade	RQI	Porosid. (% vol.)
Fornecida	137 \pm 18	62 \pm 4	2,21 \pm 0,14	0,35 \pm 0,06	0,16 \pm 0,03	12,67
0s	104 \pm 08	81 \pm 4	1,28 \pm 0,05	0,56 \pm 0,02	0,44 \pm 0,04	13,89
614°C						
30s	111 \pm 05	96 \pm 4	1,16 \pm 0,02	0,60 \pm 0,02	0,51 \pm 0,02	13,75
(fs 60%)						
90s	113 \pm 05	97 \pm 4	1,17 \pm 0,05	0,60 \pm 0,01	0,51 \pm 0,02	13,59
210s	120 \pm 08	102 \pm 5	1,18 \pm 0,09	0,61 \pm 0,01	0,52 \pm 0,04	15,36
0s	116 \pm 10	92 \pm 6	1,26 \pm 0,09	0,59 \pm 0,02	0,47 \pm 0,05	13,96
625°C						
30s	101 \pm 06	88 \pm 5	1,14 \pm 0,03	0,60 \pm 0,02	0,53 \pm 0,01	12,86
(fs 45%)						
90s	103 \pm 09	88 \pm 5	1,17 \pm 0,03	0,63 \pm 0,02	0,54 \pm 0,03	12,70
210s	115 \pm 04	100 \pm 4	1,15 \pm 0,07	0,62 \pm 0,02	0,54 \pm 0,04	12,66

A partir das análises metalográficas para as duas temperaturas de reaquecimento pesquisadas, já é possível discutir parte dos resultados obtidos com relação aos dez objetivos básicos almejados no item 2.4.2 (quais devem ser as características da matéria prima e do material pós-reaquecimento para ser propício à tixoconformação). Contudo, alguns deles ainda deverão ser avaliados nos ensaios de compressão à quente para a determinação da viscosidade aparente:

- 1) A liga AA 2014 apresenta uma faixa de temperatura de transição suficientemente larga (no mínimo de 50°C) para permitir definição e controle de uma temperatura desejada a determinada fração sólida para um processo de tixoconformação industrial;
- 2) Contudo, o material do lingote fornecido apresentou variações consideráveis para diversas amostras quanto a valores de temperatura de fusão, o que poderá prejudicar os testes de compressão à quente e na tixoconformação;
- 3) A matéria prima apresenta uma quantidade razoável de poros grandes e foi mostrada a retenção de muito hidrogênio e/ou ar nos interstícios dendríticos e/ou inter-granulares, já que surgiram muito mais poros grandes e arredondados após os reaquecimentos (variando a quantidade de acordo com a fração sólida e

- tempos de espera);
- 4) Surgiram várias trincas por contração de solidificação nas duas frações sólidas pesquisadas. O efeito dessas falhas, assim como os das porosidades, deverá ser observado quando nos ensaios de viscosidade (o quanto desses vazios será colapsado);
 - 5) Poucas poças retidas foram formadas, na sua maioria pequenas, uma vez que as rosetas originais possuíam poucos braços estreitos;
 - 6) Não foi notada diferença na quantidade de eutético na região entre os grãos (para melhorar o efeito de “lubrificação”, para diminuir a viscosidade), mas houve o surgimento de muitas “regiões dendríticas”, mais na fs 60%;
 - 7) A melhor globularização se deu para a fs 60%; entretanto, muitas “regiões serrilhadas” surgiram nos seus contornos para esta mesma fração sólida, se tornando prejudiciais para o cálculo da circularidade via o *software* ImageJ;
 - 8) Observou-se grãos menores para o tempo de espera de 30 s e depois para 90 s para a fs 45%; para a fs 60%, muitas formações de “regiões dendríticas” demonstraram a intensa dissolução dos grãos para o tempo de espera de 0 e 30 s, e o “engrossamento” dos grãos a partir do 90 s;
 - 9) A relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo diminuiu consideravelmente em todos os casos (de 2,21 a 1,14 mínimo), sugerindo que a liga como fornecida possui um “esqueleto dendrítico” de grandes proporções;
 - 10) A maior parte dos precipitados permaneceu retida nos contornos de grão, mesmo que apresentassem formato diferente, sem distinção perceptível nos três primeiros tempos de espera nas duas frações sólidas pesquisadas; porém, se aglomerando em quantidades relevantes em algumas regiões para o tempo de espera de 210 s para a fs 60%;
 - 11) Apesar das médias dos tamanhos dos grãos não ter atingido o objetivo de estar entre 70-100 μm , a morfologia deles se alterou significativamente: de rosetas de poucos braços para glóbulos arredondados (melhores formatos atingidos por todos os tempos de espera da fs de 60%);
 - 12) Pelos resultados mostrados na Tabela 4.9, observa-se que alguns valores obtidos para o RQI foram prejudicados pela existência das “regiões dendríticas”.

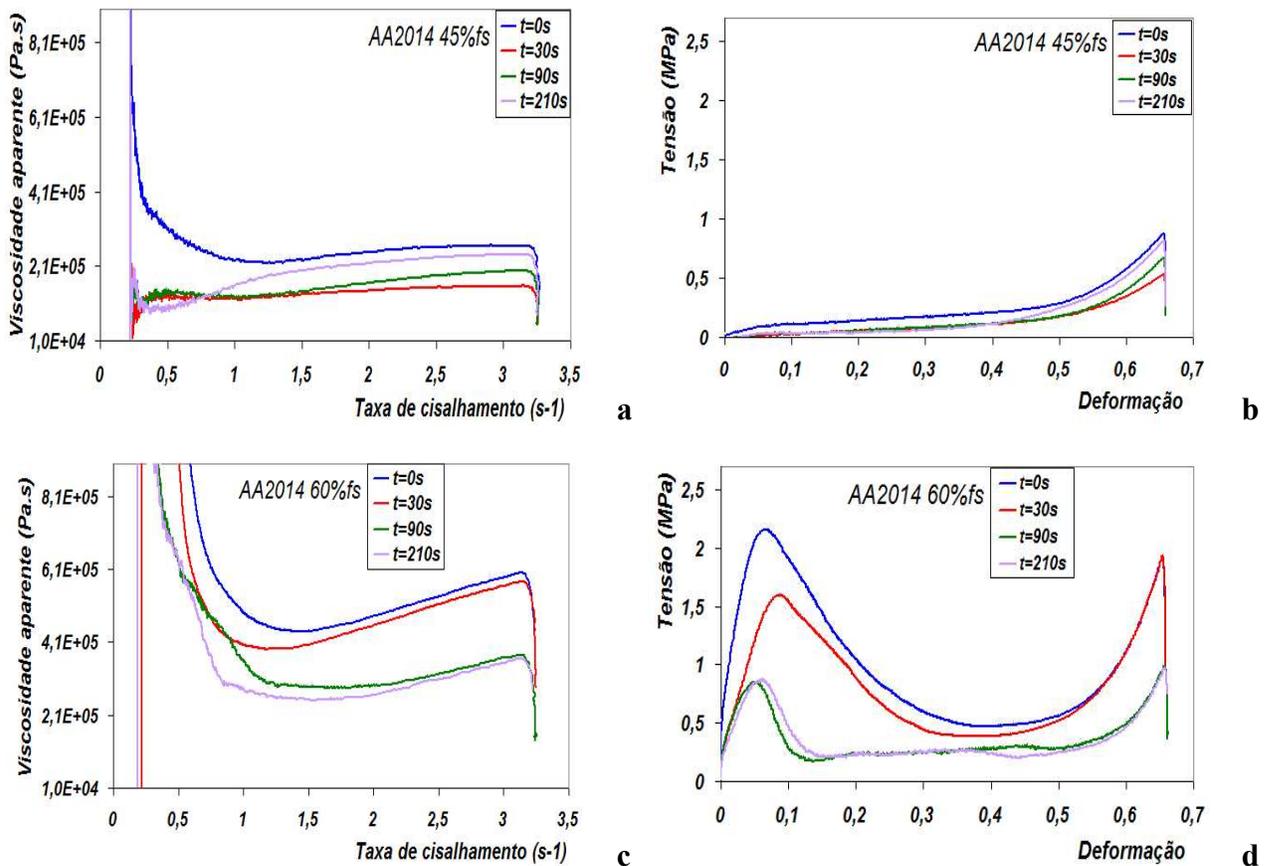
Contudo, pode-se observar uma tendência a melhores resultados para os tempos de espera de 30, 90, 210 e 0 s (na fs 45%) e de 210, 90, 30 e 0 s (na fs 60%), demonstrando que, para temperaturas mais baixas, se faz necessário um tempo de espera maior para melhorar a morfologia dos grãos.

4.2.3.4 Comportamento viscoso no estado semi-sólido

A estimativa da viscosidade aparente para a liga AA 2014 nas temperaturas de 625°C (fs 45%) e 614°C (fs 60%), como definido nos Capítulos 2 e 3, foi feita por meio de ensaios de compressão à quente com velocidade de compressão de 10 mm/s em 1 s, utilizando-se de amostras retiradas de regiões aleatórias do lingote (porém, distantes 1 cm da borda e do centro). Para as duas frações sólidas, foram executados quatro ensaios (no mínimo) para cada tempo de espera, devido à possibilidade de variação composicional e de tamanho de grão de uma amostra para outra.

As curvas mostradas nas Figuras 4.36 são compatíveis aos resultados obtidos pela metalografia. Portanto, as correlações entre os tempos de espera e viscosidade aparente são decorrências das conclusões já discutidas após a apresentação da Tabela 4.9 e nos tópicos 8 e 9 do item 4.2.3.3.

Para os ensaios de maior fração líquida (625°C), após o pico inicial, observa-se a diminuição imediata da viscosidade como resultado primeiro da destruição parcial do “esqueleto dendrítico” existente, espalhando suas partes pelo metal liquefeito; depois, pela dispersão dos glóbulos que já não estavam conectados entre si. Contudo, com a continuidade da força aplicada, observa-se posteriormente um discreto aumento na viscosidade, porque grande parte do líquido que existia entre os grãos foi expulso para as bordas livres da massa comprimida, dificultando o empacotamento dos glóbulos assimétricos restantes (de acordo com o tamanho e circularidade deles, vide Tabela 4.9, de acordo com as conclusões já discutidas nos tópicos 8 e 9 do item 4.2.3.3), se fazendo necessário mais tensão até se obter o grau de deformação desejado, uma vez que se tem quase um contato direto sólido-sólido nesta etapa final (fato melhor observado pelo segundo pico no gráfico tensão x deformação).



Figuras 4.36: Curvas de viscosidade *versus* taxa de cisalhamento e de tensão *versus* deformação para a liga AA 2014 para as temperaturas de 625°C (fs 45%) e de 614°C (fs 60%) nos tempos de espera de 0/30/90/210 s.

O comportamento das curvas se mostrou um pouco diferente para a fração líquida inferior (614°C), uma vez que ocorreu uma elevação razoável para todas as linhas, após a primeira queda, nos valores da viscosidade. Este comportamento se deve, em certa medida, ao fato da temperatura ser inferior: os grãos, por terem menos líquido por onde deslizar, tendem a se reagrupar, resultando numa resistência ao fluxo e aumentando gradualmente a viscosidade de acordo com o tamanho e circularidade de seus grãos (vide Tabela 4.9, de acordo com as conclusões já discutidas nos tópicos 8 e 9 do item 4.2.3.3). Por fim, o líquido entre-grãos chega ao seu mínimo e a tensão se torna máxima, como pode ser visto no segundo pico do gráfico tensão x deformação.

A Tabela 4.10 fornece os valores para a viscosidade aparente (média obtida entre os pontos 1 e 3 s⁻¹ de cada linha dos gráficos) e os valores para a tensão de escoamento (ponto 0,1) e tensão máxima (ponto 0,67), além de outros parâmetros de referência que já constavam da Tabela 4.9.

Pode-se observar que nem todos os resultados se mostraram satisfatórios para tixoconformação, uma vez que alguns estão acima de 1,0 MPa para a tensão máxima, apesar de estarem abaixo de 10^6 Pa.s para a viscosidade aparente. Como resultado final, a Tabela 4.10 mostra que os valores calculados das viscosidades para a fs 45% são significativamente inferiores aos da fs 60%.

Tabela 4.10: Valores obtidos de relação entre tamanho de grão/tamanho de glóbulo, circularidade, RQI, tensão de escoamento, tensão máxima e viscosidade aparente para a liga AA 2014 nas temperaturas de 614°C (fs 60%) e 625°C (fs 45%).

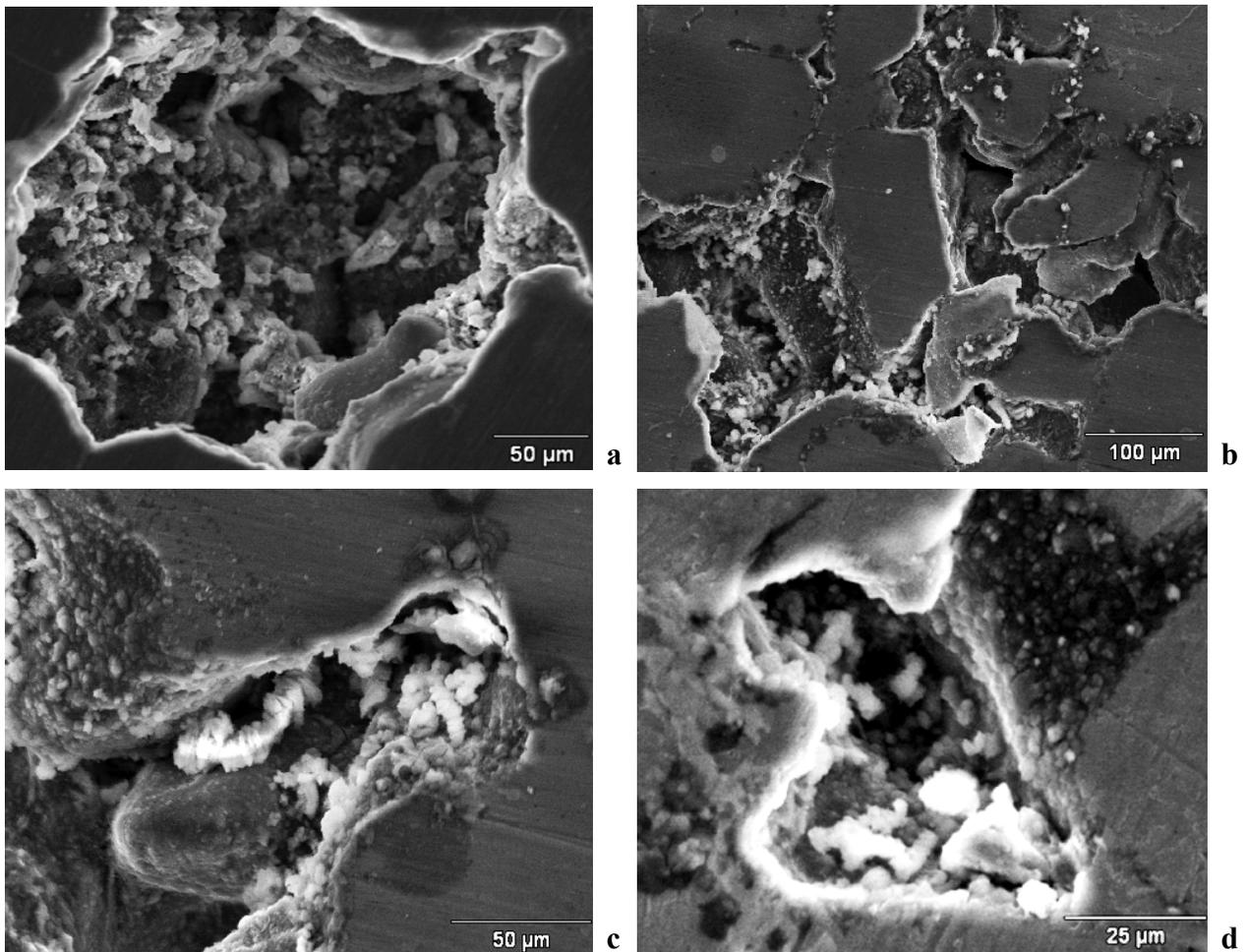
AA 2014		Grão/Glob	Circul.	RQI.	Tensão esc. (MPa)	Tensão máx. (MPa)	Viscosid. (10⁵ Pa.s)
	0s	1,28	0,56	0,44	1,96	1,85	5,35
614°C (fs 60%)	30s	1,16	0,60	0,51	1,57	1,84	4,96
	90s	1,17	0,60	0,51	0,26	0,87	3,57
	210s	1,18	0,61	0,52	0,43	0,86	3,13
	0s	1,26	0,59	0,47	0,11	0,84	2,46
625°C (fs 45%)	30s	1,14	0,60	0,53	0,02	0,52	1,42
	90s	1,17	0,63	0,54	0,02	0,64	1,59
	210s	1,15	0,62	0,54	0,02	0,77	2,01

Como visto anteriormente para a liga AA 2011, o fato da viscosidade não se manter constante até o término da maioria dos ensaios se deve a dois fatores:

1º) Como resultado do agrupamento sólido-sólido ao final do processo de compressão, fenômeno dependente do tamanho dos grãos (resultante da temperatura final do reaquecimento, tempo de espera e da taxa de aquecimento);

2º) Como resultado do “efeito areia”, causado pela existência de partículas de alumina nas amostras.

No caso da presente liga, esta não apresentou alumina agregada aos grãos nas amostras analisadas do material como fornecido. Porém, como se pôde constatar nas análises feitas na liga AA 2011, alumina pode surgir dentro dos poros por reações de óxido-redução com os óxidos dos componentes fundidos Fe, Si, Cu e Mn junto ao alumínio, também fundido, devido ao ar retido nos interstícios do material e liberado quando nos reaquecimentos (a porosidade média do material como fornecido é da ordem de 12% e passa a ser de até 16% após os reaquecimentos).



Figuras 4.37: Fotografias via MEV de poros de amostra da liga AA 2014 reaquecidas à 614°C com ênfase nos grãos de alumina em seu interior: a/b) poros de amostras apenas reaquecidas; c/d) poros de amostras após ensaios de compressão à quente.

Como feito anteriormente para a liga AA 2011, para se avaliar a ocorrência de alumina nos poros das amostras, foram analisadas 4 amostras da matéria prima como fornecida, 10 somente reaquecidas e cerca de 30 após o processo de compressão à quente. Todas apenas lixadas até 1500 mesh, para serem evitadas possíveis contaminações dentro dos poros pela solução de alumina utilizada no polimento. Como resultado, nenhum poro das amostras do material como fornecido apresentou alumina no interior, cerca de 40% dos poros examinados de parte das amostras apenas reaquecidas apresentaram alumina em várias proporções e, em algumas amostras comprimidas, este valor chegou a 60% (devido ao arraste, como mostrado na Figuras 4.16 a/b).

De acordo com os resultados obtidos via MEV e análises EDS (vide Anexo C), não foi encontrada alumina na forma de “plaquetas” soltas nas amostras já comprimidas, o que corrobora

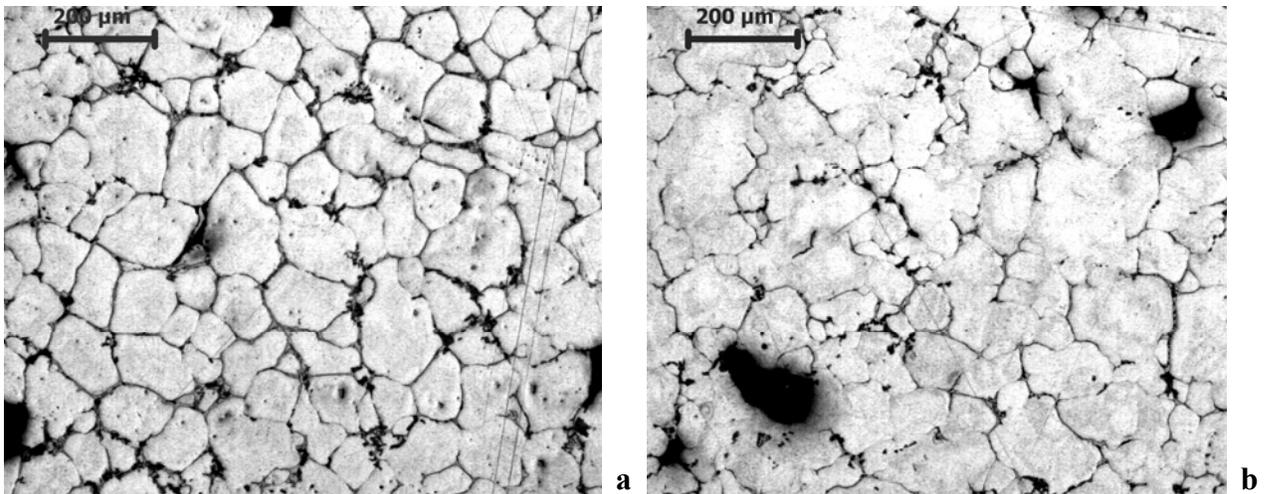
com as observações anteriores do material fornecido não conter esta impureza. Mas, foram encontradas semelhantes a “aglomerados” nas amostras apenas reaquecidas (Figuras 4.37 a/b) e em “formações de cordas” e “bastonetes” nas amostras comprimidas (Figuras 4.37 c/d).

Exemplos sobre as variações na viscosidade sob a influência da alumina formada nos poros após os reaquecimentos já foram discutidos para a liga anterior e se repete semelhantemente para a presente liga. Contudo, o outro fator (a variação da taxa de aquecimento) para a elevação das curvas viscosidade x tensão de cisalhamento da fs 60% e para a grande diferença entre os valores encontrados para as viscosidades da fs 45% e 60% será melhor discutido.

Como visto para a liga AA 2011, se o equipamento para os ensaios de compressão à quente apresentasse pequenas variações na taxa de aquecimento, havia uma conseqüente pequena variação na viscosidade aparente calculada. O problema maior estava para baixas taxas de aquecimento, uma vez que proporcionavam um aumento considerável no tamanho dos grãos (como mostrado nas Figs 4.19 e 4.20). No caso da liga AA 2014, devido ao tipo de roseta inicial (grande, de poucos braços e largos em sua maioria), a quantidade de energia concedida para a decomposição da estrutura se torna importante. Ou seja, se a taxa é alta, não há tempo suficiente para que os processos de Ostwald Ripening possam atuar de forma eficaz e o processo de coalescência posterior durante os tempos de espera atuará sobre grãos mal formados, não atingindo uma esferiodização adequada. O resultado para tal ensaio será uma viscosidade alta. Para baixas taxas de reaquecimento, não haverá a concessão de energia em tempo adequado para possibilitar os fenômenos de Ostwald Ripening em grande medida, mas sim possibilitará a coalescência. Portanto, dependendo da relação tempo / energia / reorganização microestrutural, a amostra ficará mal formada ou poderá coalescer em grandes proporções, acarretando num valor muito alto de viscosidade.

Como o equipamento utilizado para os ensaios de compressão à quente não proporciona um sistema de equilíbrio num grau de acuidade suficiente para a taxa de aquecimento durante todo o período de experimentos, foi necessário repetir três vezes os testes para a fs 60%, sendo que cada um deles continha três ensaios para um mesmo tempo de espera. Análises metalográficas posteriores e fotografias MEV comparativas mostraram que os resultados para altos valores de viscosidade continham como problemática um dos fatores citados (formação de alumina ou grãos mal globularizados), ou mesmo uma combinação deles, sendo ainda difícil a seleção de curvas para compor os gráficos das Figuras 4.36 c/d, mesmo com nove ensaios disponíveis para cada

uma. Lembrar que as amostras para estes ensaios foram retiradas de regiões aleatórias do lingote, ou seja, ainda existirá a interferência da diferença nas porcentagens de constituintes e do tamanho de grão inicial como mais uma fonte de variações sobre o quanto de energia será necessário para acontecer a segregação de soluto e esferiodizar as rosetas do material como fornecido. Em paralelo, ainda temos as variações no valor das viscosidades medidas como decorrência da diferença do tamanho dos grãos (resposta aos tempos de espera e variações na taxa de aquecimento, como já discutido para a liga AA 2011). As Figuras 4.38, 4.39, 4.40 ilustram três exemplos destas variações sobre a microestrutura. De acordo com as observações feitas diante do número de testes realizados, constatou-se por fim que os melhores resultados foram obtidos dentro de uma específica faixa de taxa de aquecimento, de acordo com a temperatura final de rea aquecimento. Um estudo mais acurado sobre esta influência será executado em trabalhos futuros.

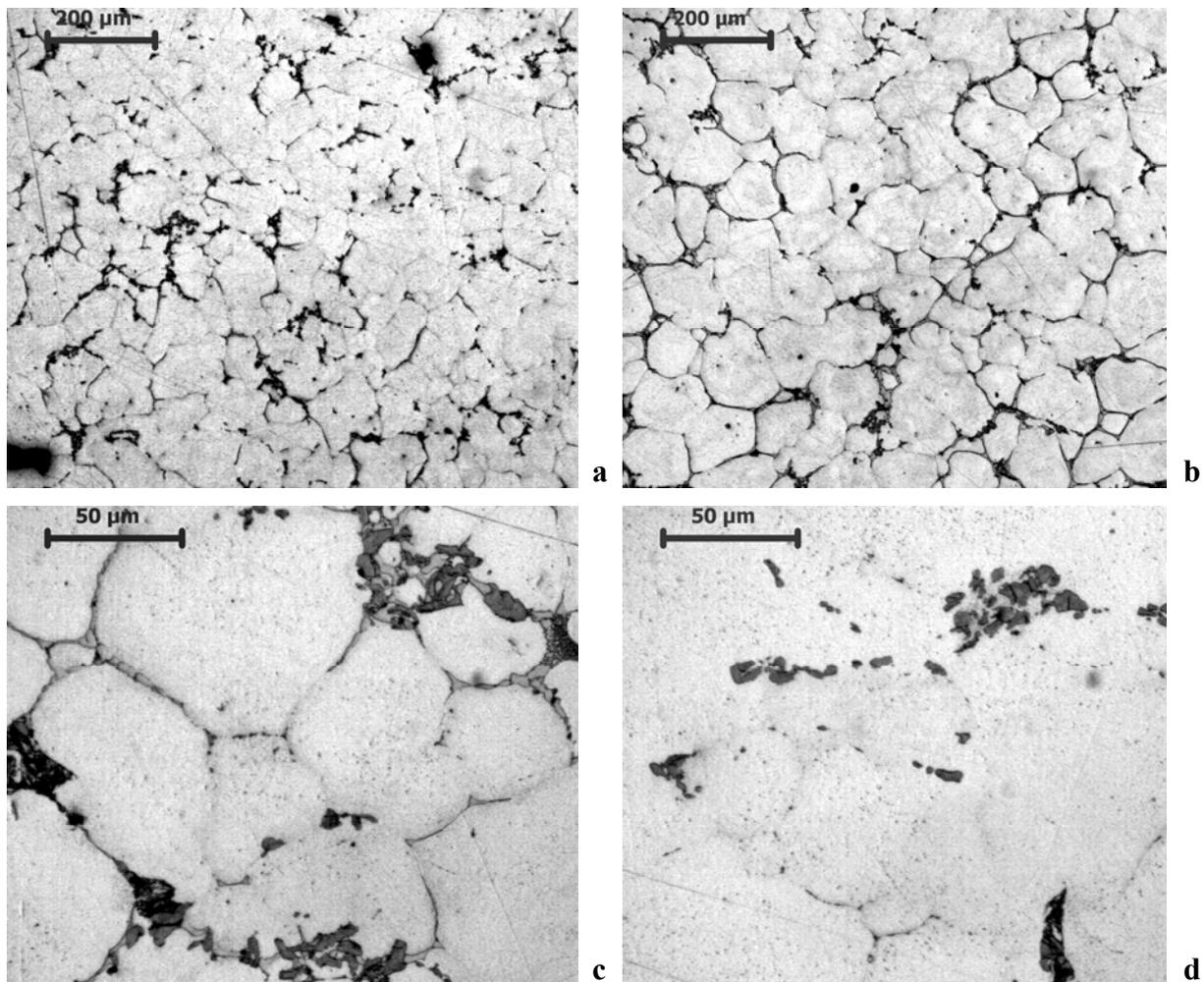


Figuras 4.38 a/b: Amostras da liga AA 2014 após ensaios de compressão à quente e ataque ácido com HF 1%, fs 60% (614°C), com tempo de espera de 0 s, com taxas de aquecimento de 98°C/min e 113°C/min, com valores na viscosidade aparente já com alguma diferença relevante de $6,5 \times 10^5$ Pa.s e $7,5 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente.

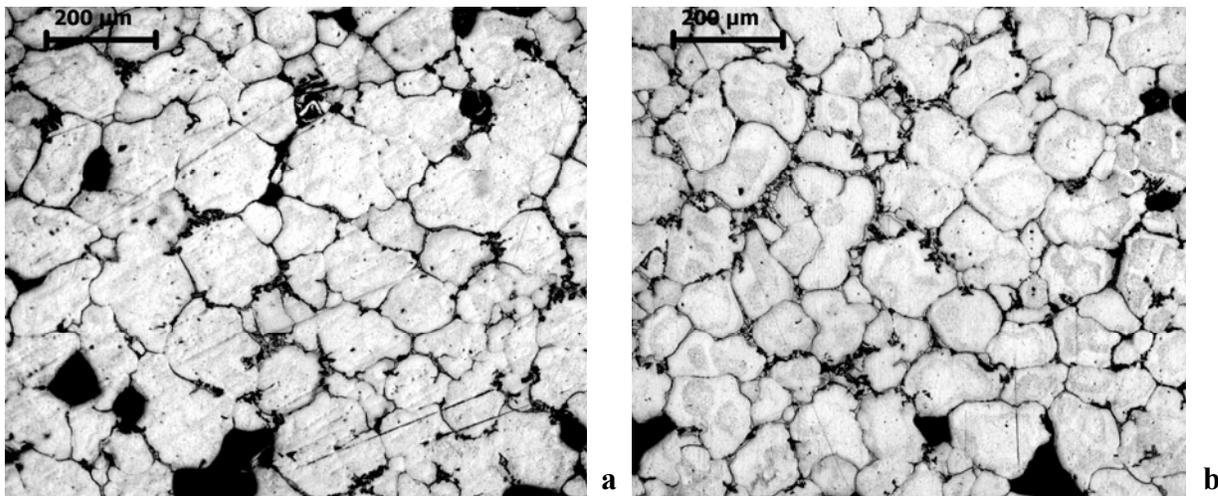
As Figuras 4.38 a/b são amostras na fs 60% (614°C), com tempo de espera de 0 s, com taxas de aquecimento de 98°C/min e 113°C/min, com valores na viscosidade aparente já com alguma diferença relevante de $6,5 \times 10^5$ Pa.s e $7,5 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente. Observar a diferença na microestrutura, como os grãos estão mal esferiodizados na amostra com taxa de aquecimento maior.

As Figuras 4.39 a/b são amostras na fs 60% (614°C), com tempo de espera de 210 s, com taxas de aquecimento de 51°C/min e 94°C/min, com valores de viscosidade aparente de $15,8 \times 10^5$

Pa.s e $3,7 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente, com pouquíssima alumina no interior de seus poros de borda. Observar o grau de coalescência da amostra de taxa menor, com pouquíssimo eutético entre os grãos (o ataque com HF 1% teve de ser feito por um tempo mais prolongado, de forma a conseguir demarcar as parcas limitações) e com os precipitados espremidos em alguns locais, impedindo que a “cola lado a lado” dos grãos pudesse ocorrer ali também, como se pode ver pelas Figuras 4.39 c/d. As Figuras 4.39 a/b são amostras na fs 60% (614°C), com tempo de espera de 90 s, com taxas iguais de aquecimento de 111°C/min, com valores na viscosidade aparente de $7,85 \times 10^5$ Pa.s e $5,92 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente. Quando analisadas via MEV, observou-se que a primeira amostra continha uma porcentagem maior de poros com alumina.



Figuras 4.39: Amostras da liga AA 2014 após ensaios de compressão à quente e ataque ácido com HF 1%: a/b) fs 60% (614°C), com tempo de espera de 210 s, com taxas de aquecimento de 51°C/min e 94°C/min, com valores de viscosidade aparente de $15,8 \times 10^5$ Pa.s e $3,7 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente; c/d) Ampliações de regiões da Figura 4.38a, com ênfase nos precipitados espremidos em alguns locais, impedindo que a “cola lado a lado” dos grãos pudesse ocorrer.



Figuras 4.40: Amostras da liga AA 2014 após ensaios de compressão à quente e ataque ácido com HF 1%: a/b) fs 60% (614°C), com tempo de espera de 90 s, com taxas iguais de aquecimento de 111°C/min, com valores na viscosidade aparente de $7,85 \times 10^5$ Pa.s e $5,92 \times 10^5$ Pa.s, respectivamente.

Como já discutido anteriormente para a liga AA 2011, lembrar que os ensaios de compressão à quente fornecem apenas uma primeira avaliação sobre a ordem de grandeza da viscosidade aparente do SSM, uma vez que a massa comprimida tem sua borda livre. Ou seja, não há necessariamente um alto grau de compactação (como mostrado nas Figuras 4.22) e as aluminas são arrastadas em sua maioria para os limites externos (como mostrado nas Figuras 4.16 a/b), fornecendo um valor menor de viscosidade medida.

Assim, para uma visualização geral e avaliação primeira da ordem de grandeza da variação da viscosidade da liga AA 2014, a Figura 4.41 mostra as curvas das viscosidades aparentes em várias temperaturas de reaquecimento para tempo de espera de 0 s. Observa-se que há a possibilidade de viscosidades razoáveis para tixoconformação para a liga AA 2014 até a temperatura de 609°C, uma vez que se pode obter valores inferiores para tempos de espera maiores, como mostrado pelas análises metalográficas feitas nas temperaturas de 625°C e 614°C, além da possibilidade da variação na taxa de compressão. Estas hipóteses deverão ser melhor avaliadas em estudos futuros, devido às várias influências já apresentadas.

Outra forma de visualizar a distribuição de temperaturas com relação à viscosidade pode ser vista pela linha de tendência no gráfico da Figura 4.42, gerado a partir das médias das viscosidades calculadas (excluiu-se resultados extrapolados) nos ensaios feitos para o tempo de espera de 0s. Como se pode observar a partir deste gráfico, obtém-se uma segunda avaliação sobre a tixoconformabilidade da liga AA 2014: uma faixa ampla de temperatura (de 609 a 625°C) para uma faixa razoavelmente estreita de variação de viscosidade ($7,7 \times 10^5$ a $2,9 \times 10^5$ Pa.s,

respectivamente), o que permite aos processos industriais terem uma maior flexibilidade no controle de produção, lembrando que se pode obter valores de viscosidade inferiores para tempos de espera maiores. Contudo, deve-se salientar também que os melhores resultados de viscosidade ocorrem dentro de uma estreita faixa de taxa de aquecimento.

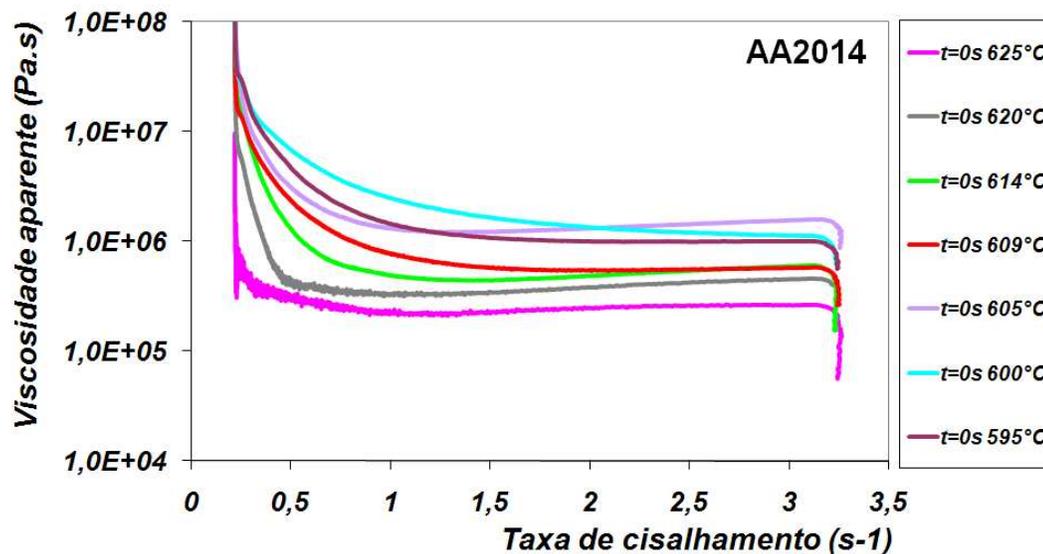


Figura 4.41: Curvas de viscosidade *versus* taxa de cisalhamento para a liga AA 2014 para várias temperaturas de reaquecimento e tempo de espera de 0 s.

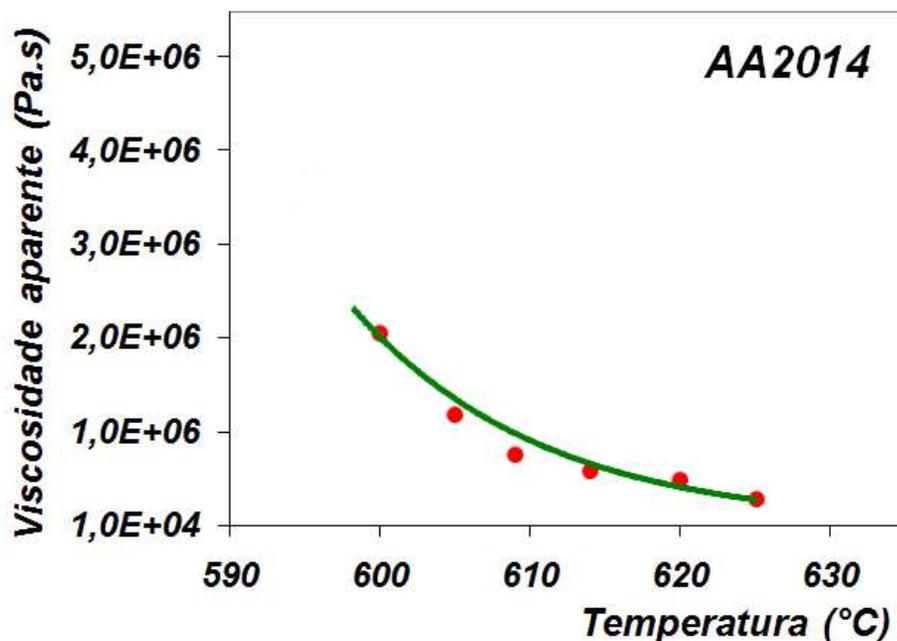


Figura 4.42: Viscosidade *versus* temperatura para a liga AA 2014. Médias dos valores encontrados para três ensaios de compressão à quente feitos no tempo de espera de 0 s para cada temperatura.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O objetivo deste trabalho foi executar uma primeira avaliação para se determinar se as ligas AA 2011 e AA 2014 fornecidas pela empresa Alcoa apresentam condições para tixoconformação. Para tal, foram feitas análises de caracterização composicional e térmica, caracterização de progressão morfológica macro/microestrutural nas temperaturas escolhidas e nos tempos de espera determinados, e testes de compressão à quente para a determinação das viscosidades aparentes nas condições selecionadas.

Com base nas análises dos resultados obtidos neste trabalho, pôde-se concluir que:

- 1) O material das duas ligas já apresenta uma microestrutura homogênea na forma de rosetas (devido aos tratamentos térmicos recebidos e ao uso de Ti como nucleador de grãos pela Alcoa), o que diminui o trabalho posterior de globularização necessário para se obter uma pasta adequada à tixoconformação. Contudo, o “esqueleto dendrítico” inicial ainda possui grande dimensão;
- 2) As duas ligas apresentaram pouca variação de composição ao longo da seção transversal dos lingotes fornecidos e uma pequena variação no tamanho de grão para a liga AA 2014 (grãos um pouco maiores mais próximos ao centro do lingote). Estas pequenas diferenças resultaram em variações nas medidas das temperaturas de fusão do material efetuadas em pequenas amostras, tornando-se imprecisas as definições da porcentagem de fração sólida efetiva pelos sistemas de cálculos existentes nas temperaturas determinadas;
- 3) As duas ligas apresentaram uma faixa de temperatura de transição *solidus/liquidus* suficientemente larga (da ordem de 60°C), o que permite definição de uma temperatura escolhida e facilita o controle para um processo de tixoconformação industrial;
- 4) A liga AA 2011 apresentou regiões aleatórias com contaminação de cristais de alumina agregados aos grãos, o que provoca o “efeito areia”, aumentando muito os

valores de viscosidade do material utilizado dessas regiões, o que seria prejudicial à eficiência da tixoconformação;

- 5) Em ambas as ligas, houve a formação de “regiões dendríticas” (principalmente para a liga AA 2014) devido ao rápido resfriamento imposto, o que poderá ser prejudicial às propriedades mecânicas do material já tixoconformado, se utilizado este método de resfriamento;
- 6) A matéria prima de ambos os lingotes possui uma quantidade de poros alta (da ordem de 12%) e produz um pouco mais sob o reaquecimento posterior (chegando até a 16%), o que corresponde à possibilidade de uma considerável retenção de ar nos interstícios dendríticos e inter-granulares com a conseqüente formação de diversos óxidos e, por fim, com produção de alumina. Isso implica num aumento da probabilidade de se obter uma viscosidade alta (devido ao “efeito areia”), prejudicando a eficiência da tixoconformação;
- 7) Ambas as ligas responderam bem a determinados processos de reaquecimento / tempos de espera, uma vez que ocorreu uma relevante redução do “esqueleto dendrítico” anteriormente existente em alguns deles e as rosetas foram globularizadas em sua grande maioria. Observou-se, portanto, uma evolução tanto do RQI quanto da relação tamanho de grão / tamanho de glóbulo. Mas, esta evolução não pode ser considerada como definitiva, se for levado em consideração os desvios padrões associados a estas medições. Na prática, pode-se dizer que, uma vez o material reaquecido e globularizado, a estrutura se torna estável (ao menos, até o tempo de espera de 210 s). Assim, dependendo do equipamento industrial disponível, deve-se fazer a escolha levando em conta os custos com energia para se definir qual esquema será de melhor produção;
- 8) Como um todo, a liga AA 2011 apresentou melhores características e respostas aos testes executados, se em comparação à liga AA 2014. Contudo, para ambas as ligas, foi mostrado que é possível obter valores adequados de viscosidade da pasta para tixoconformação até a temperatura da ordem de 610°C (de acordo com as escolhas de tempo de espera e taxas de aquecimento para uma melhor globularização), proporcionando uma vasta faixa de escolha operacional e de menor consumo de energia para os processos industriais. Porém, de maneira a

minimizar os efeitos negativos da possibilidade da presença aleatória ou da formação de alumina, como também evitar problemas de globularização deficiente devido a variações na taxa de aquecimento (especialmente para a liga AA 2014), se torna mais eficiente trabalhar nas temperaturas mais altas para que seja possível uma reprodutividade de qualidade do material tixoconformado.

Sugestões para trabalhos futuros

- Complementar os estudos com as caracterizações macro / microestruturais e de viscosidade sob variações nos tempos de espera, taxas de aquecimento e taxas de compressão até a temperatura de 610°C;
- Executar testes de tixoconformação em prensa excêntrica e hidráulica nas temperaturas, taxas de aquecimento e tempos de espera escolhidos;
- Realizar testes de tração no material já tixoconformado com posterior avaliação da microestrutura e porosidade resultantes;
- Analisar a formação das “regiões dendríticas” durante o rea aquecimento e posterior resfriamento de amostras nas temperaturas determinadas e tempos de espera pela via da radiação síncrotron;
- Definir a fração sólida real existente nas temperaturas escolhidas pela via da radiação síncrotron, uma vez que é possível escanear as amostras por este método sem resfriá-las para compor uma imagem tridimensional por reconstrução computacional. Obtêm-se, assim, a porcentagem de líquido presente, distribuição e tamanho efetivo dos grãos, além de outros defeitos estruturais como porosidades e particulados.

Referências Bibliográficas

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

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

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

BRABAZON, D., BROWNE, D.J., CARR, A.J. Experimental investigation of the transient and steady state rheological behaviour of Al-Si alloys in the mushy state. **Materials Science and Engineering A**, v.356, p. 69-80, 2003.

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

CHIARMETTA, G. Why Thixo? In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITES, 6., 2000, Turim. **Proceedings...** Italia, 2000. p. 15-21.

DAOUD, A., REIF, W. Influence of Al₂O₃ particulate on the aging response of A356 Al-based composites. **Jornal of Materials Processing Technology**, v.123, p. 313-318, 2002.

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

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

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

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

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

GENG, L. et al. Aging behavior of Al₂O₃ short fiber reinforced Al-Cu alloys composites. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v.17, p. 1018-1021, 2007.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ROBERT, M.H. **Proposição de um novo processo para a obtenção de pastas metálicas reofundidas**. 1989. Tese (Livre Docência) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

ROVIRA, M.M.M. **Forjamento da liga AA 2011 no estado semi-sólido: estudo do processo e do produto**. 2001. 215p. Tese (doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

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

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 AA 7075 e AA 7004**. 2009. 121p. Dissertação (mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

VAN HOM, K.R. **Aluminium**. Local de publicação: American Society for Metals, 1967. vol. 1, p. 123.

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

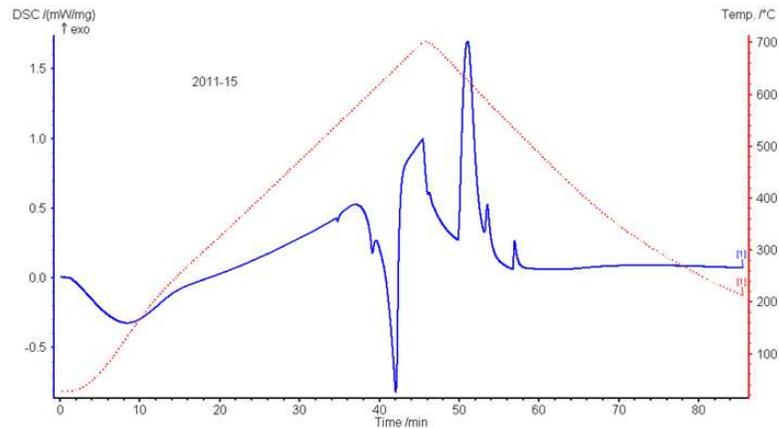
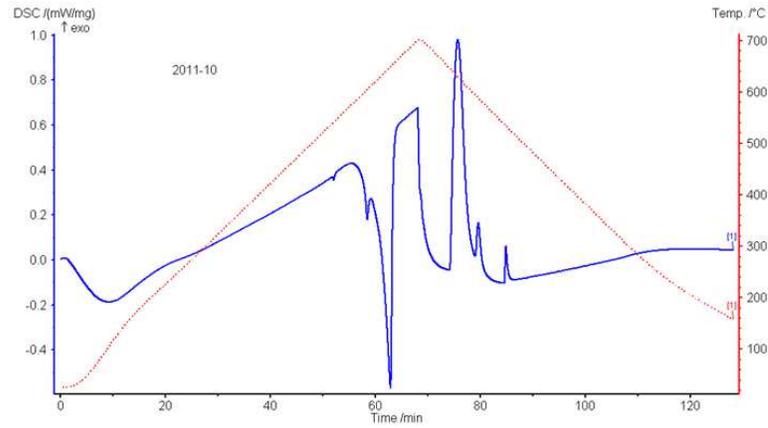
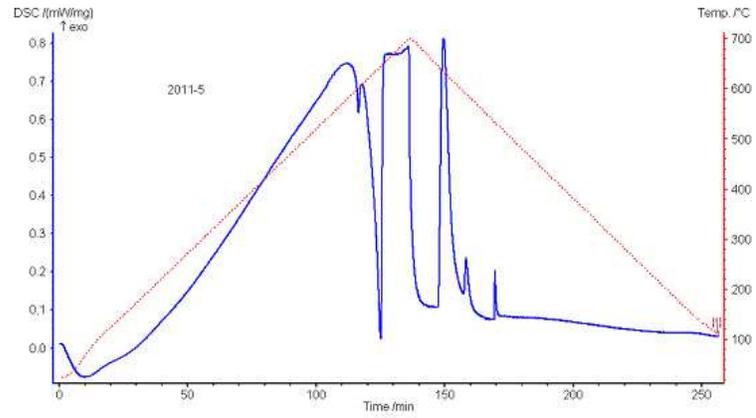
ZOQUI, E.J. Morphological analysis of SSM Al–4.5 wt.% Cu measured by the rheocast quality index. **Journal of Materials Processing Technology**, v.143–144, p.195–201, 2003.

<http://www.abal.org.br/aluminio/ligas.asp>. Acesso em: 22 maio 2008

www.alcoa.com/gcftp. Acesso em: 22 maio 2008

ANEXO A – GRÁFICOS DE TEMPERATURAS

GRÁFICOS DSC DA LIGA AA 2011



GRÁFICOS DSC DA LIGA AA 2014

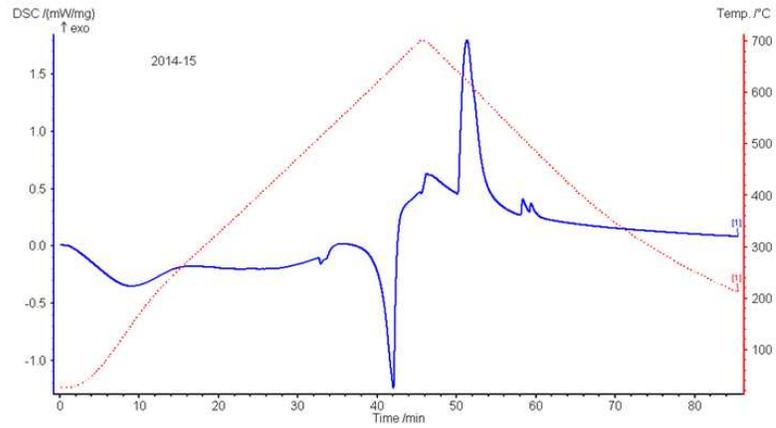
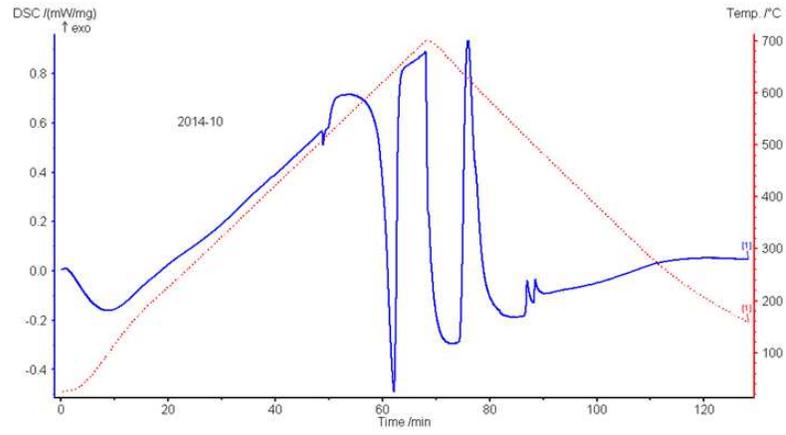
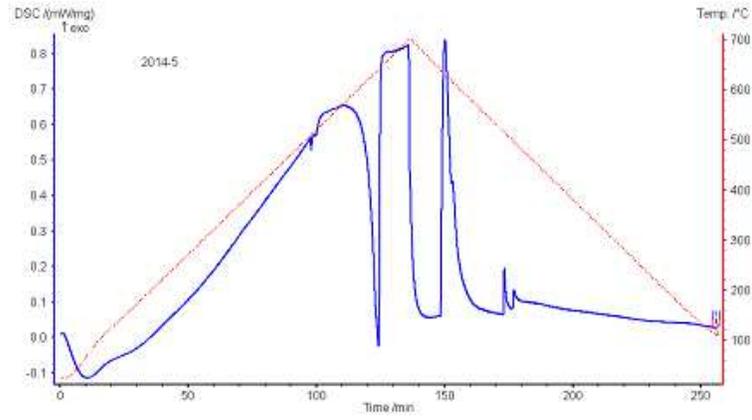


GRÁFICO TERMO-CALC DA LIGA AA 2011

THERMO-CALC (2009.06.03:10.34) :
DATABASE:TTAL5

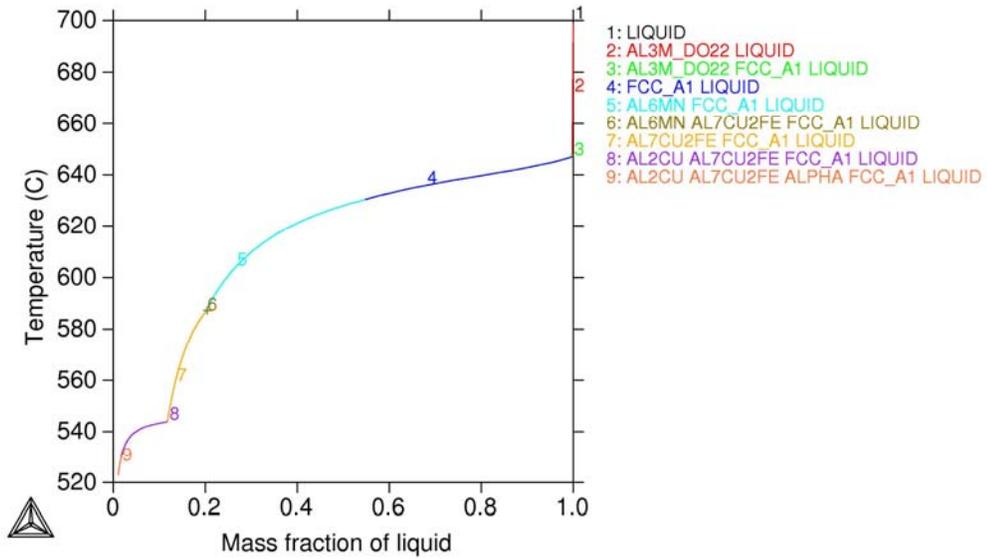
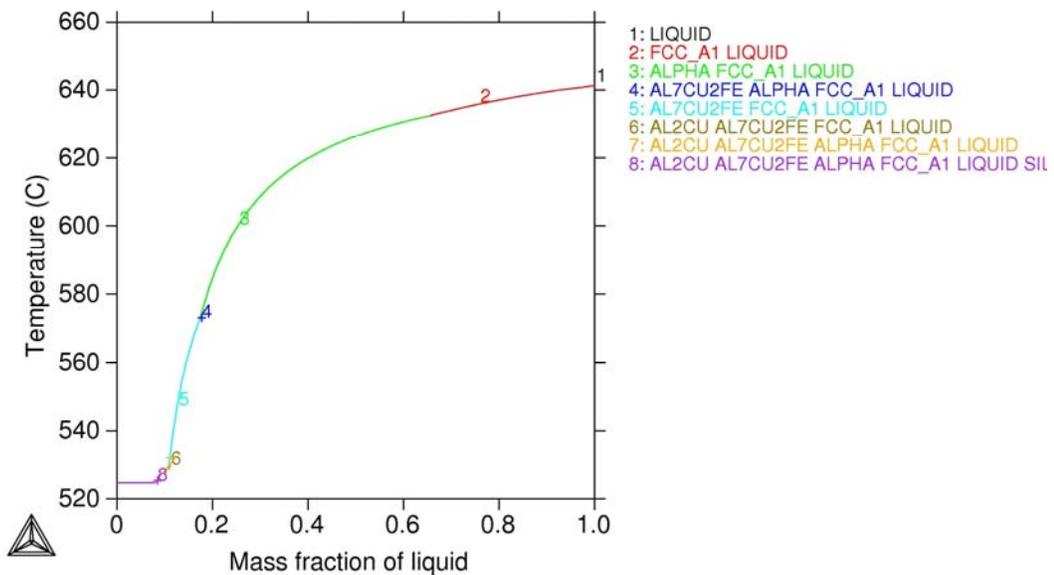
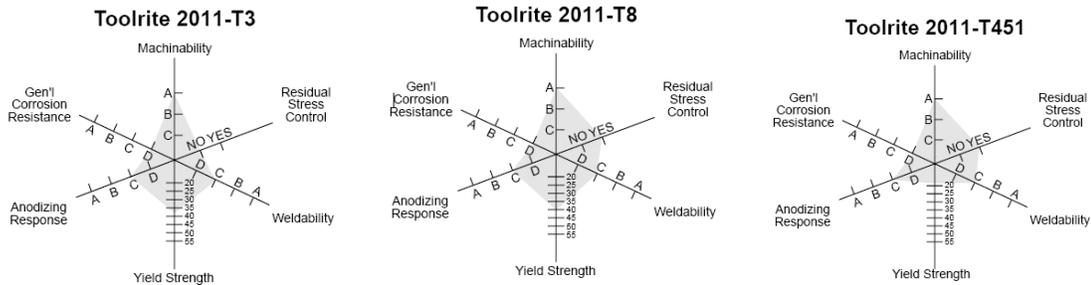


GRÁFICO TERMO-CALC DA LIGA AA 2014

THERMO-CALC (2009.06.03:11.25) :
DATABASE:TTAL5



ANEXO B – DADOS TÉCNICOS ALCOA



Toolrite 2011® Chemical Analysis													
Liquidus Temperature: 637,8°C Solidus Temperature: 540,6°C Density: 0.102 lb./in. ³													
Percent Weight	Elements												
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Pb	Bi	Others Each	Others Total	Aluminum
Minimum	—	—	5.0	—	—	—	—	—	.20	.20	—	—	
Maximum	.40	.7	6.0	—	—	—	.30	—	.6	.6	.05	.15	Remainder

Toolrite 2011® Global Cold Finished Products Capabilities and Mechanical Property Limits							
Temper	Specified Section or Wall Thickness ² (inches)	Tensile Strength (ksi)		Elongation ³ Percent Min. in 2 inch or 4D ⁴	Typical Brinell Hardness (500 kg load/10 mm ball)	Typical Ultimate Shearing Strength (ksi)	Typical Electrical Conductivity (%IACS)
		Ultimate	Yield (0.2% offset)				
		Min.	Min.				
Standard Tempers¹							
T3	—	45.0	38.0	10	80	30	45
	.125-1.500	45.0	38.0	10	80	30	45
	1.501-2.000	43.0	34.0	10	80	30	45
	2.001-4.000	42.0	30.0	10	80	30	45
T451 ⁵	—	40.0	18.0	16	95	32	39
	.500-8.000	40.0	18.0	16	95	32	39
T8	—	54.0	40.0	12	100	35	—
	.125-3.250	54.0	40.0	12	100	35	—

Alloy	Temper	Relative Density	Co-efficient or Linear Expansion (20°C - 100°C) 10 ⁻⁴ /°C	Thermal Conductivity (0-100°C) W/m°C	Electrical Resistivity (20°C) micro-ohm cm	Melting Range °C	Young's Modulus (GPa)
2014A	T651	2.81	22.0	159	4.5	530-610	74

ANEXO C – ANÁLISES EDS

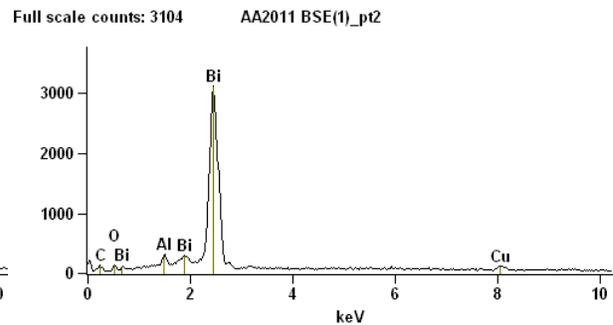
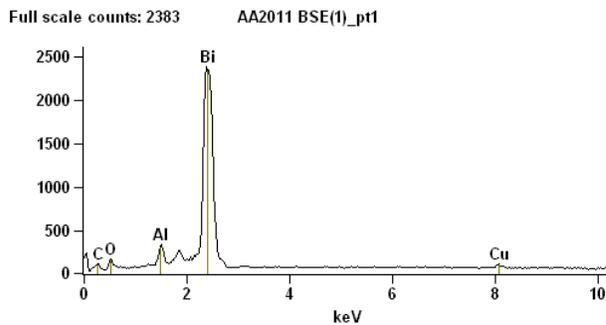
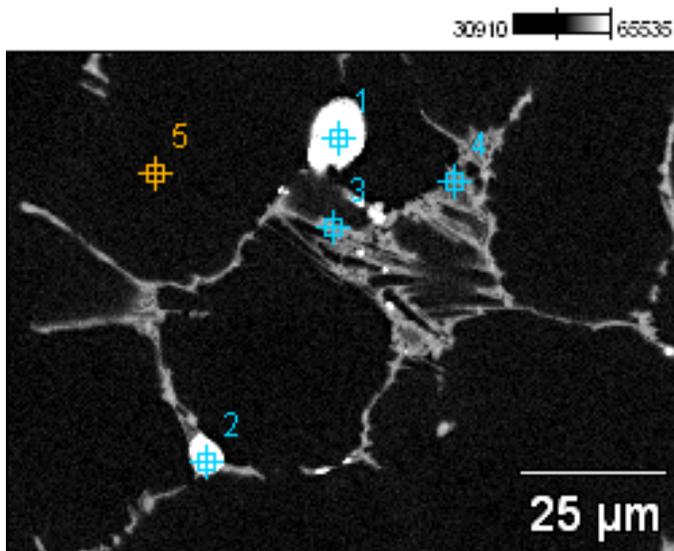
Micro-análise por EDS (Energy Dispersive Spectroscopy – Noran), resultados obtidos via microscópio eletrônico de varredura (Jeol – JXA 840 A), software System SIX. Foram selecionados apenas alguns exemplos representativos de cada categoria.

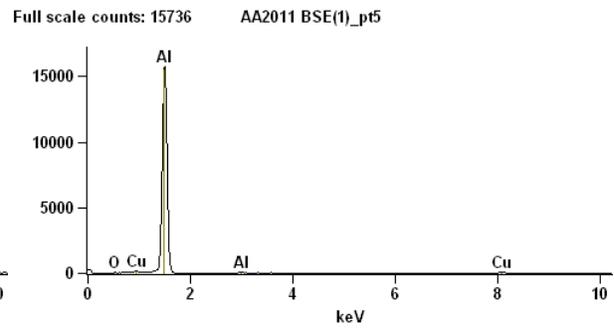
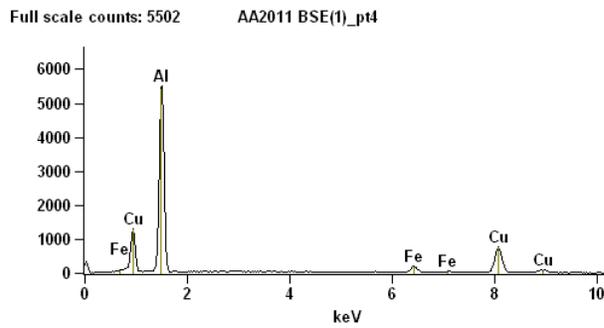
- **PRECIPITADOS**

Liga AA2011

Liga AA 2011 como fornecida

AA2011 BSE(1)

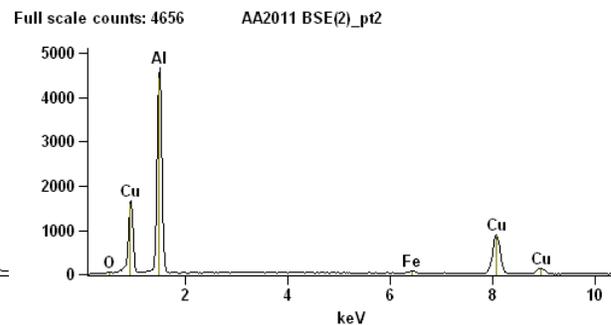
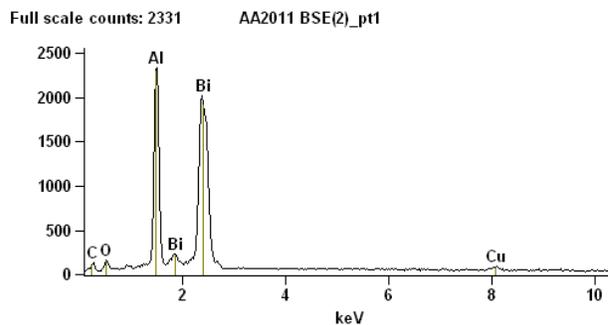
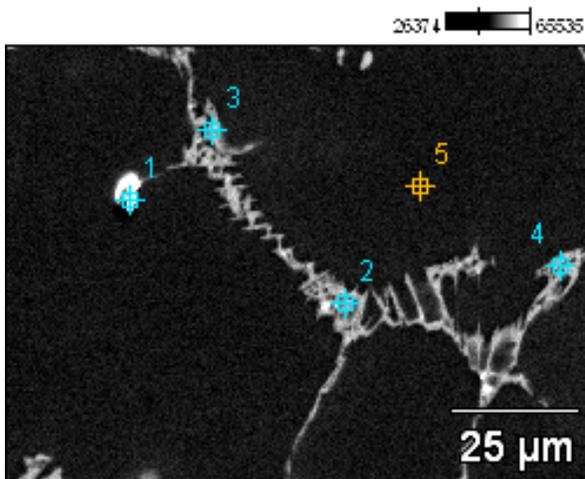




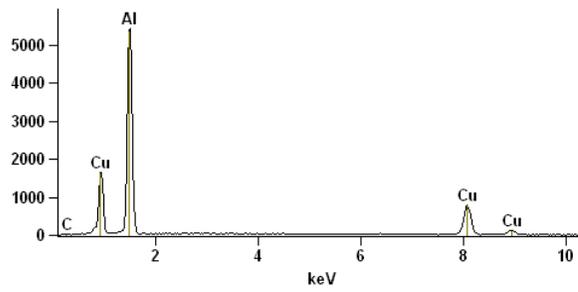
	Weight %			
	<i>Al-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Bi-L</i>
AA2011 BSE(1)_pt1	14.73		9.07	76.20
AA2011 BSE(1)_pt2	2.58		2.42	94.99
AA2011 BSE(1)_pt3	67.15	1.02	31.83	
AA2011 BSE(1)_pt4	64.80	4.57	30.63	
AA2011 BSE(1)_pt5	98.16		1.84	

Liga AA 2011 como fornecida

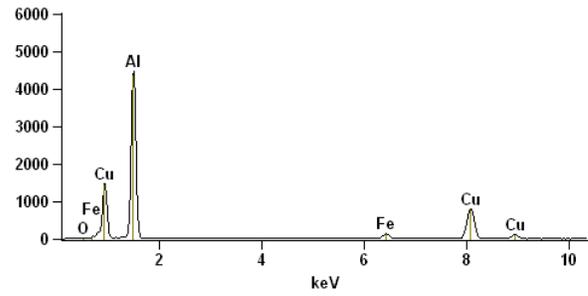
AA2011 BSE(2)



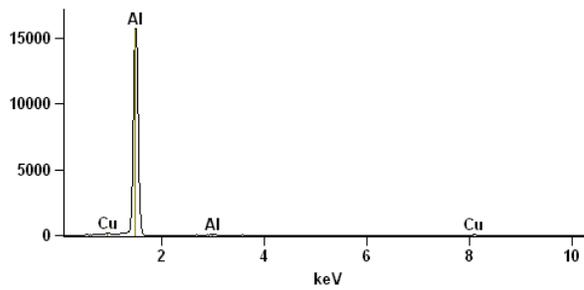
Full scale counts: 5418 AA2011 BSE(2)_pt3



Full scale counts: 4473 AA2011 BSE(2)_pt4



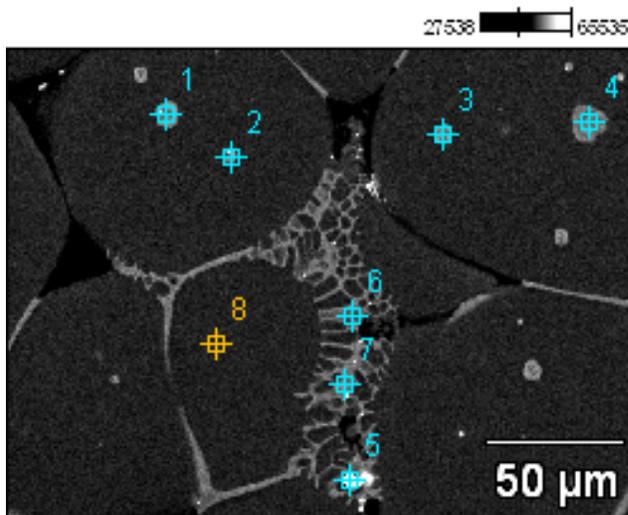
Full scale counts: 15664 AA2011 BSE(2)_pt5

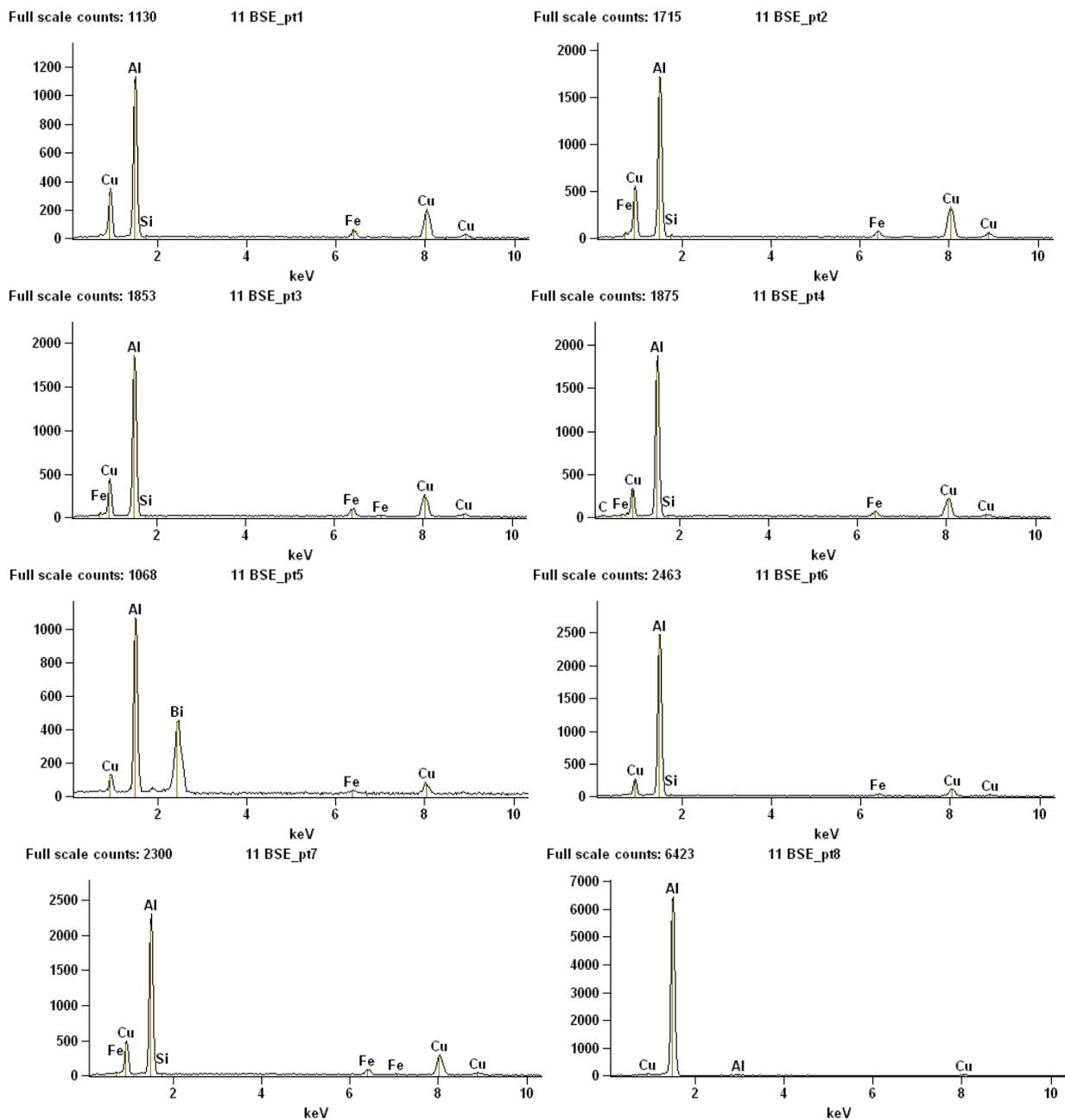


	Weight %			
	<i>Al-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Bi-L</i>
<i>AA2011 BSE(2)_pt1</i>	67.13		7.38	25.49
<i>AA2011 BSE(2)_pt2</i>	59.98	1.17	38.85	
<i>AA2011 BSE(2)_pt3</i>	66.24		33.76	
<i>AA2011 BSE(2)_pt4</i>	60.47	2.83	36.71	
<i>AA2011 BSE(2)_pt5</i>	98.57		1.43	

Liga AA 2011 reaquecida à 621°C com tempo de espera de 210s

11 BSE

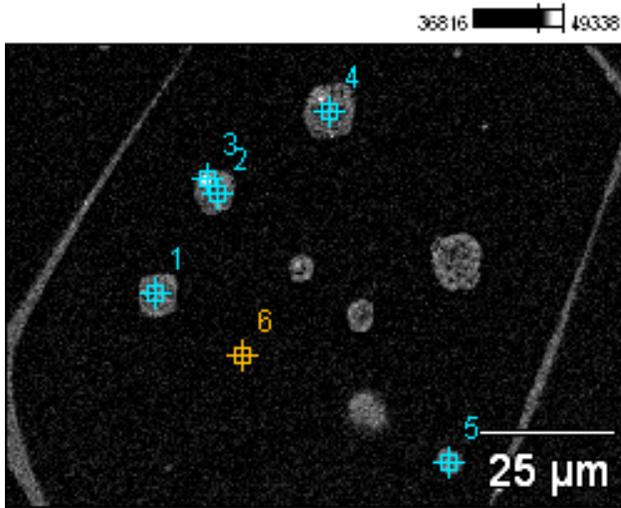




	Weight %				
	Al-K	Si-K	Fe-K	Cu-K	Bi-L
11 BSE_pt1	59.90	0.93	4.77	34.41	
11 BSE_pt2	56.91	0.97	4.64	37.48	
11 BSE_pt3	62.01	0.88	6.80	30.32	
11 BSE_pt4	63.93	0.75	5.10	30.22	
11 BSE_pt5	30.57		1.69	6.46	61.28
11 BSE_pt6	79.00	1.07	2.67	17.27	
11 BSE_pt7	63.44	1.05	4.48	31.03	
11 BSE_pt8	97.45			2.55	

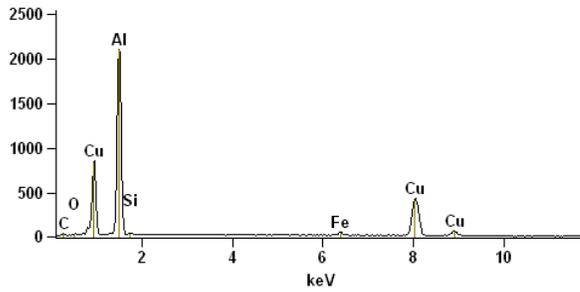
Liga AA 2011 reauecida à 621°C com tempo de espera de 210s

11 BSE(1)



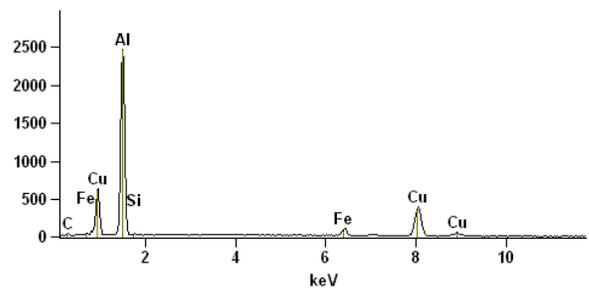
Full scale counts: 2098

11 BSE(1)_pt1



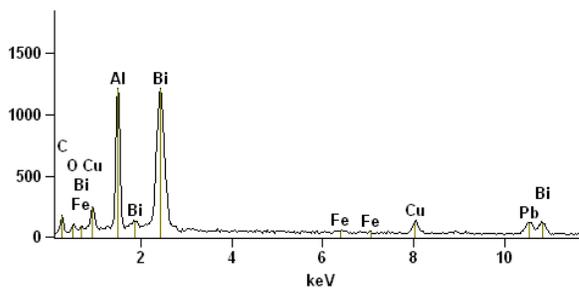
Full scale counts: 2462

11 BSE(1)_pt2



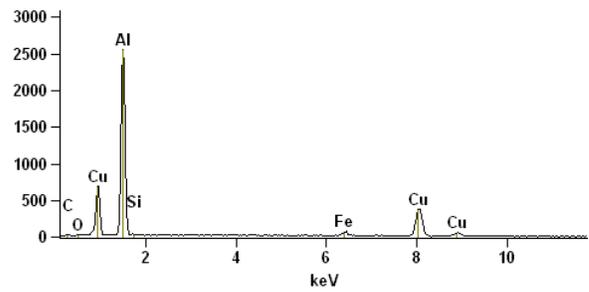
Full scale counts: 1211

11 BSE(1)_pt3



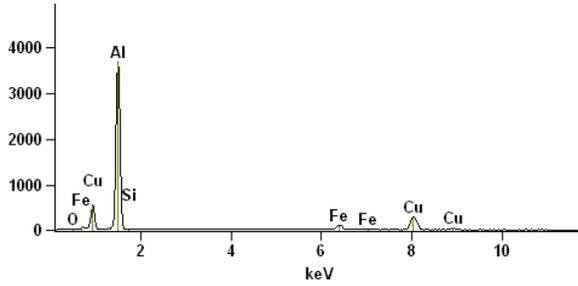
Full scale counts: 2553

11 BSE(1)_pt4



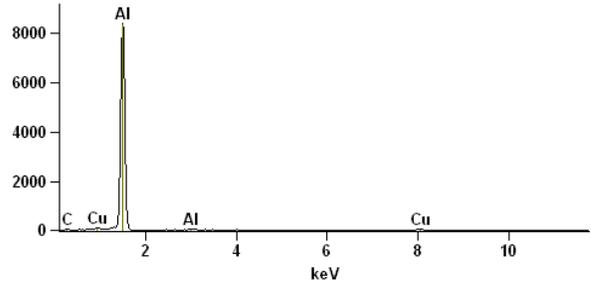
Full scale counts: 3665

11 BSE(1)_pt5



Full scale counts: 8355

11 BSE(1)_pt6

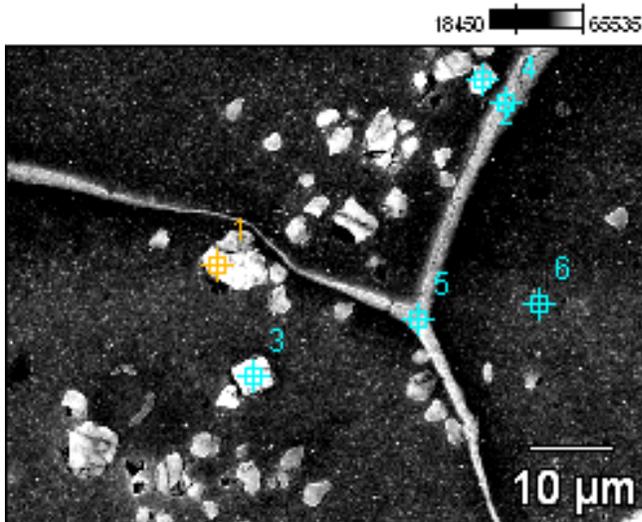


Weight %

	<i>Al-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Pb-L</i>	<i>Bi-L</i>
<i>11 BSE(1)_pt1</i>	56.92	1.19	1.86	40.04		
<i>11 BSE(1)_pt2</i>	60.70	1.26	4.62	33.42		
<i>11 BSE(1)_pt3</i>	17.37		0.42	4.51	38.62	39.08
<i>11 BSE(1)_pt4</i>	61.94	0.95	2.82	34.29		
<i>11 BSE(1)_pt5</i>	69.87	0.80	5.26	24.07		
<i>11 BSE(1)_pt6</i>	97.83			2.17		

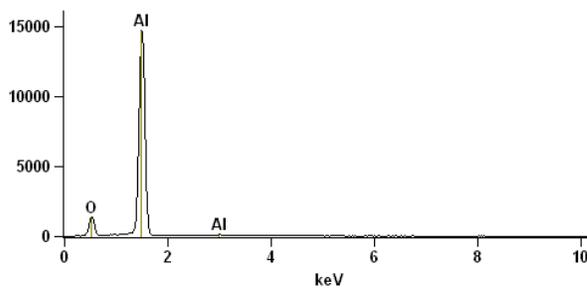
Liga AA 2011 reauecida à 630°C com tempo de espera de 30s (grãos de alumina)

1(2)



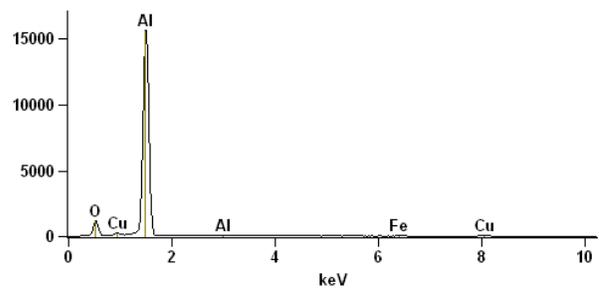
Full scale counts: 14686

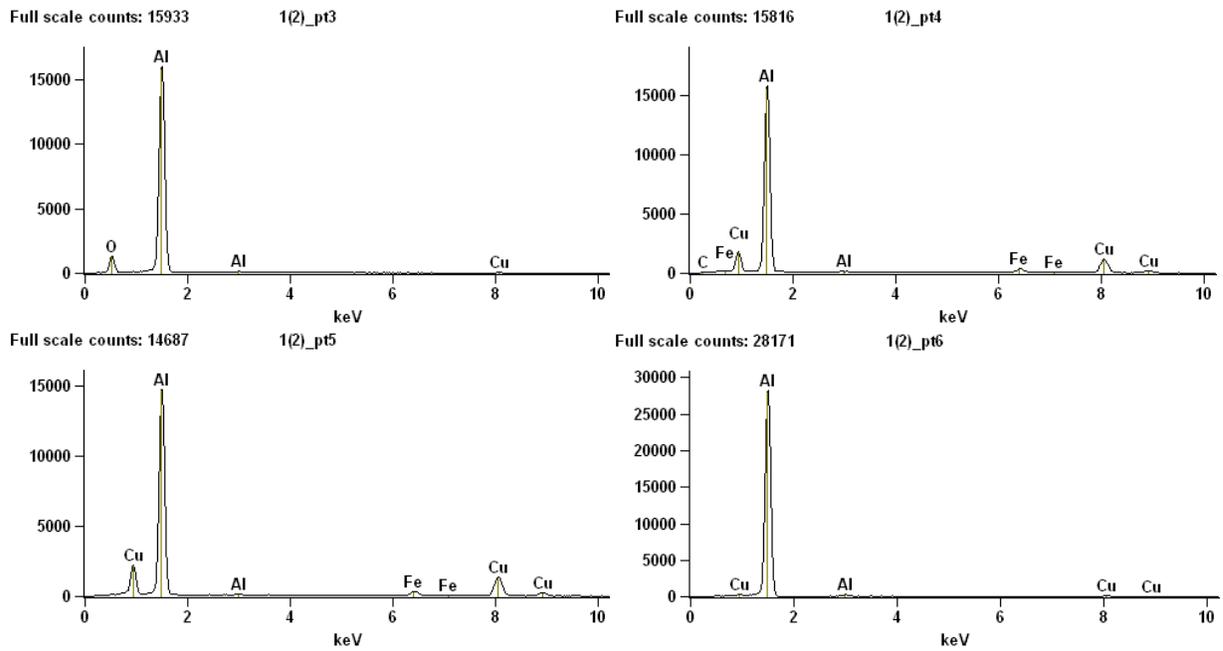
1(2)_pt1



Full scale counts: 15551

1(2)_pt2

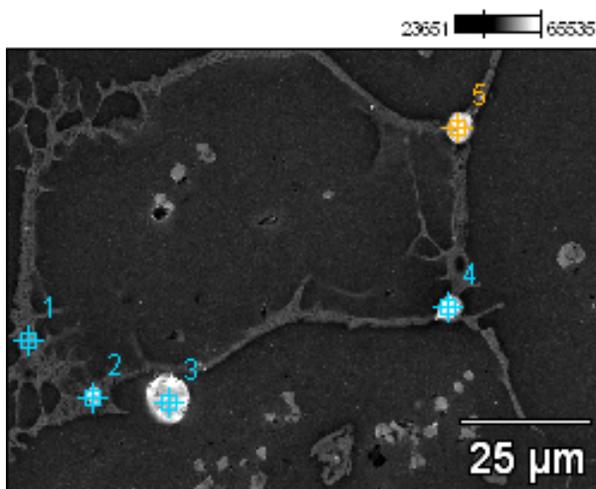


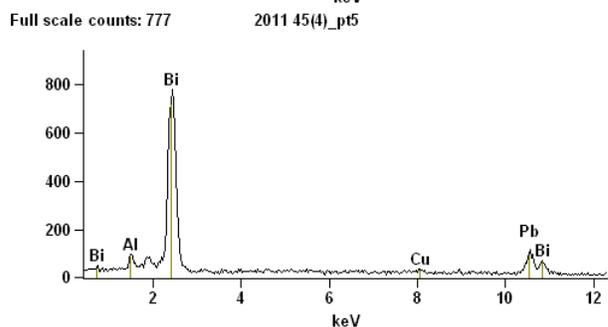
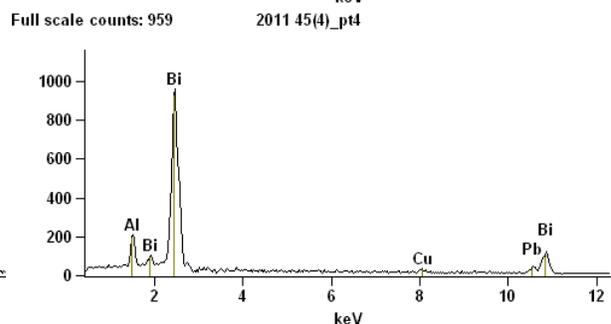
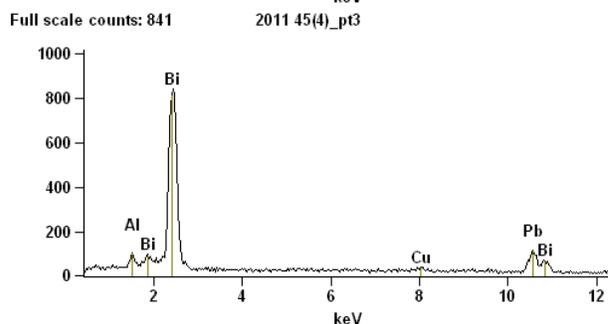
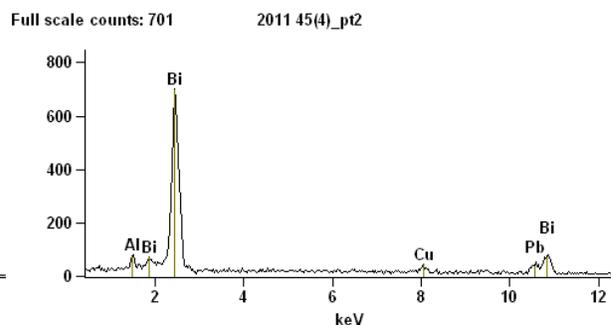
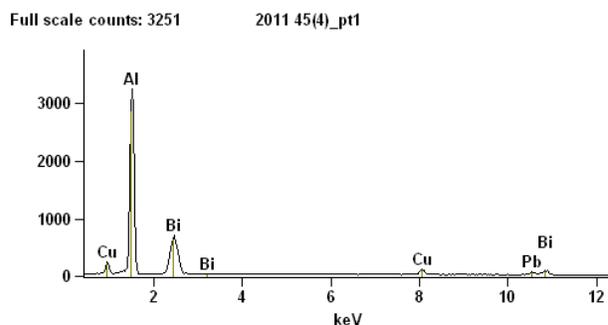


	Weight %			
	<i>O-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>
<i>1(2)_pt1</i>	40.43	59.57		
<i>1(2)_pt2</i>	33.90	64.24	0.35	1.51
<i>1(2)_pt3</i>	36.93	62.48		0.59
<i>1(2)_pt4</i>		73.96	4.20	21.84
<i>1(2)_pt5</i>		70.89	3.37	25.74
<i>1(2)_pt6</i>		98.11		1.89

Liga AA 2011 reaquecida à 630°C com tempo de espera de 30s

2011 45(4)





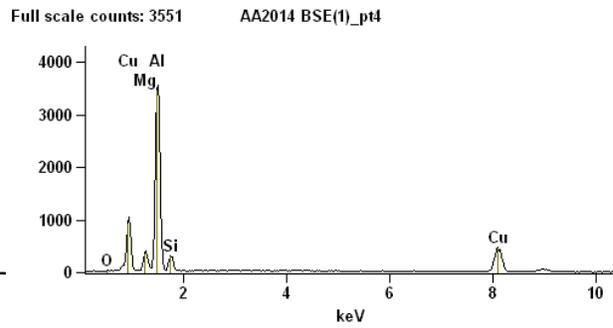
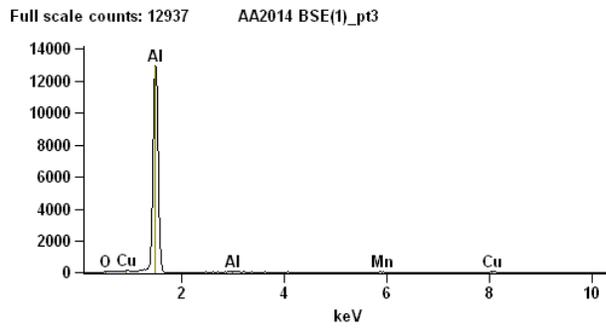
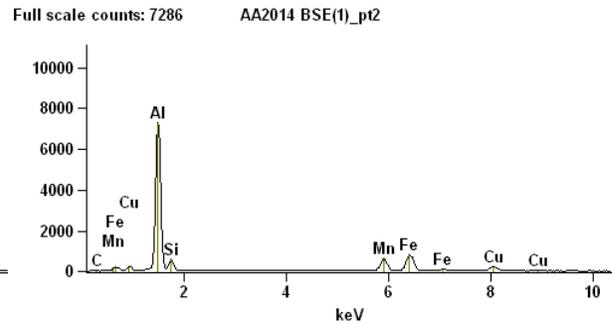
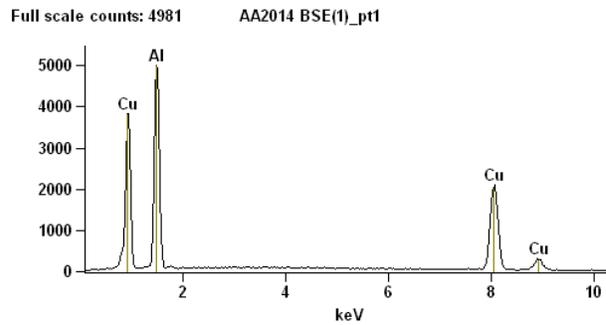
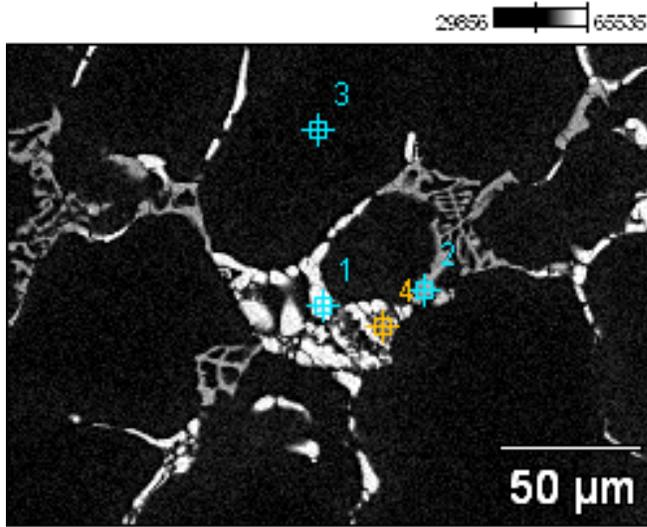
Weight %

	<i>Al-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Pb-L</i>	<i>Bi-L</i>
<i>2011 45(4)_pt1</i>	41.03	3.58	19.49	35.89
<i>2011 45(4)_pt2</i>	1.56	2.51	28.04	67.89
<i>2011 45(4)_pt3</i>	1.76	0.72	61.24	36.28
<i>2011 45(4)_pt4</i>	4.74	1.52	22.01	71.73
<i>2011 45(4)_pt5</i>	1.76	1.45	59.49	37.30

Liga AA2014

Liga AA 2014 como fornecida

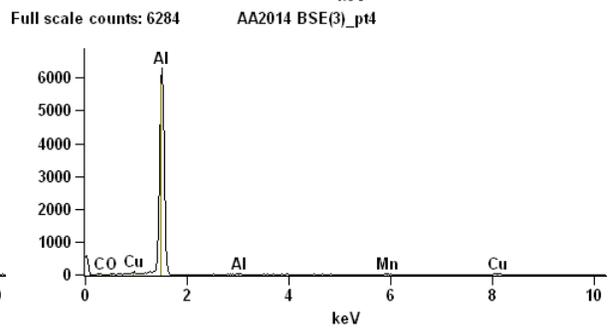
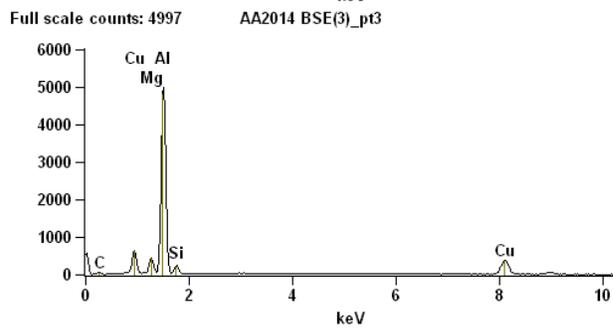
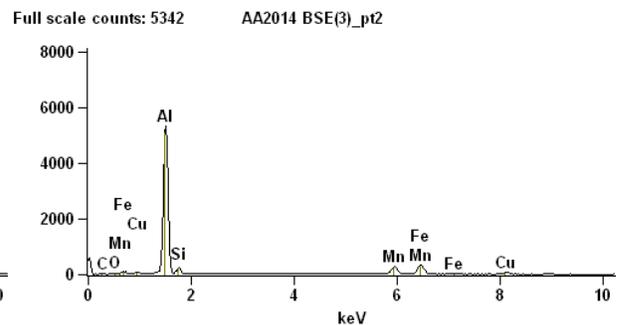
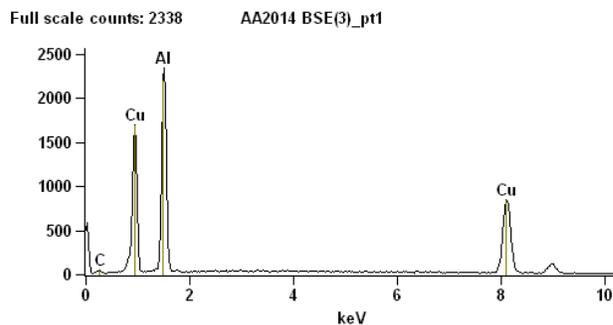
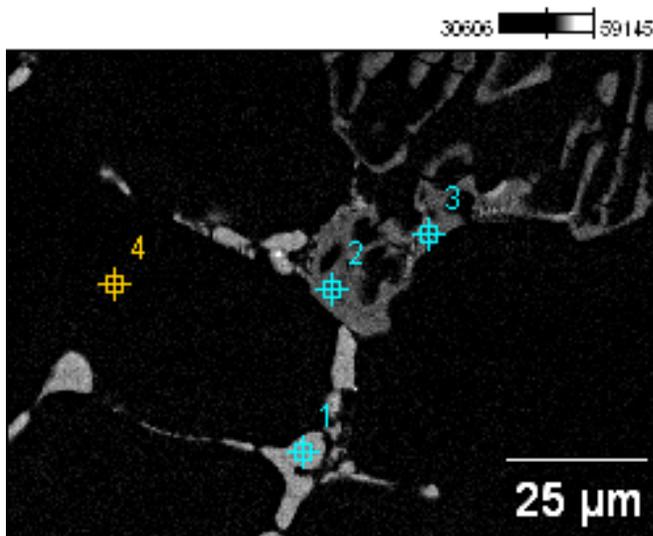
AA2014 BSE(1)



	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	Weight %			
			<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>
<i>AA2014 BSE(1)_pt1</i>		48.02				51.98
<i>AA2014 BSE(1)_pt2</i>		58.85	7.62	10.74	15.35	7.45
<i>AA2014 BSE(1)_pt3</i>		97.77		0.59		1.64
<i>AA2014 BSE(1)_pt4</i>	6.06	57.56	8.29			28.10

Liga AA 2014 como fornecida

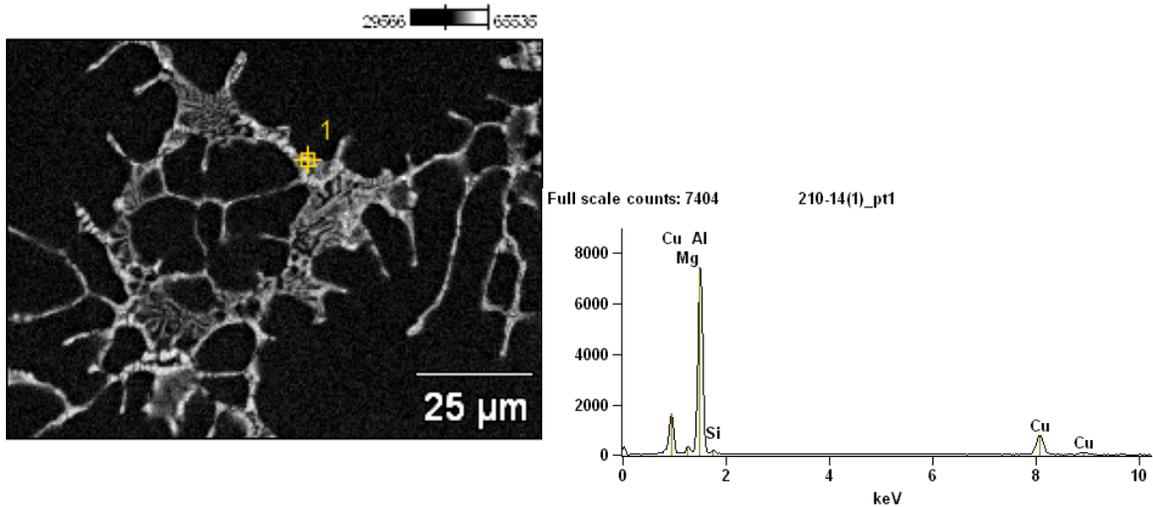
AA2014 BSE(3)



	Weight %					
	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>
<i>AA2014 BSE(3)_pt1</i>		48.92				51.08
<i>AA2014 BSE(3)_pt2</i>		67.05	6.67	9.65	11.71	4.92
<i>AA2014 BSE(3)_pt3</i>	5.24	65.65	6.35			22.75
<i>AA2014 BSE(3)_pt4</i>		96.55		0.85		2.60

Liga AA 2014 reauecida à 625°C com tempo de espera de 210s

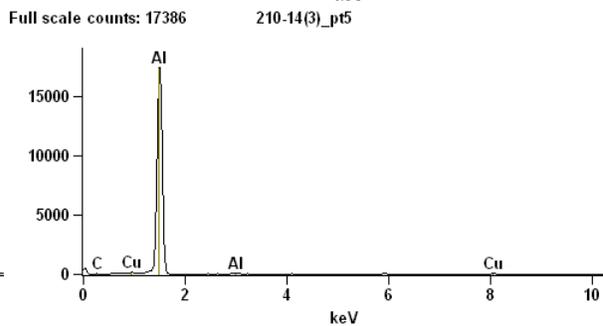
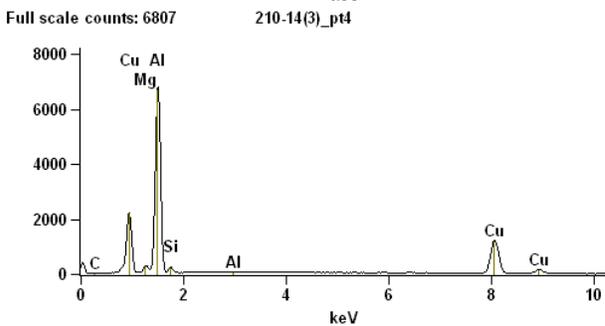
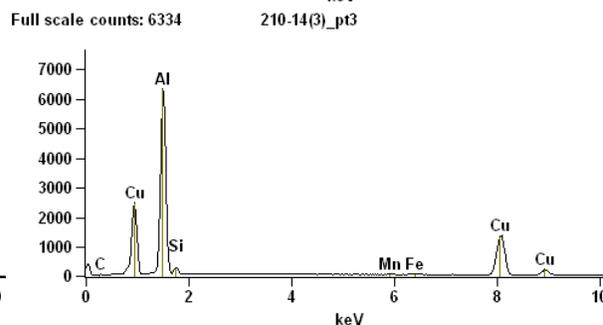
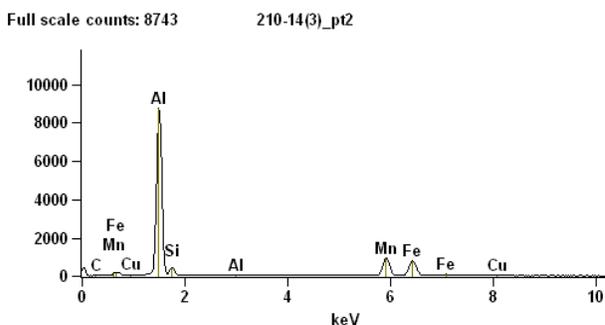
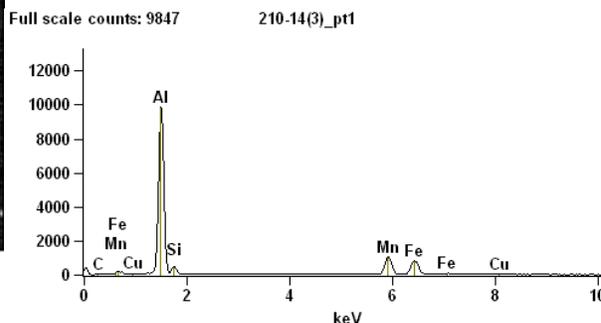
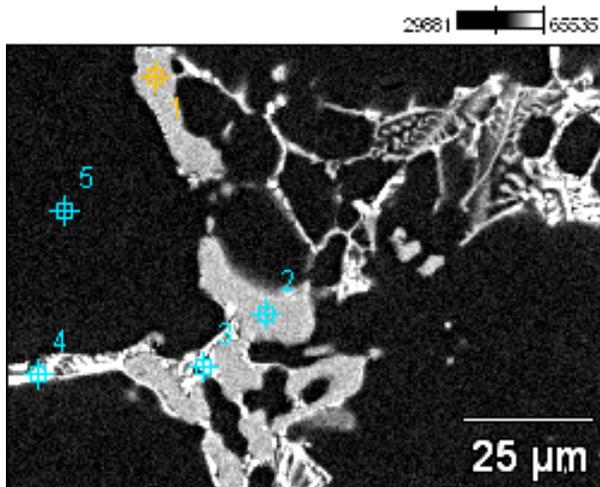
210-14(1)



	Weight %			
	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Cu-K</i>
<i>210-14(1)_pt1</i>	2.31	67.31	3.30	27.08

Liga AA 2014 reauecida à 625°C com tempo de espera de 210s

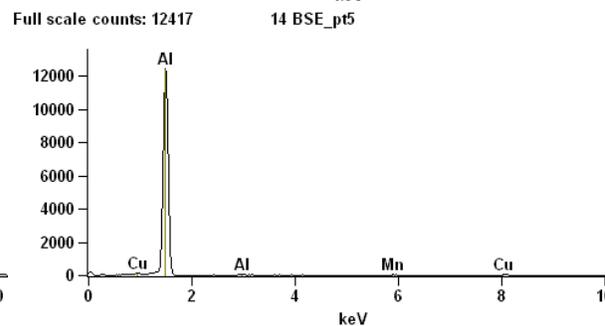
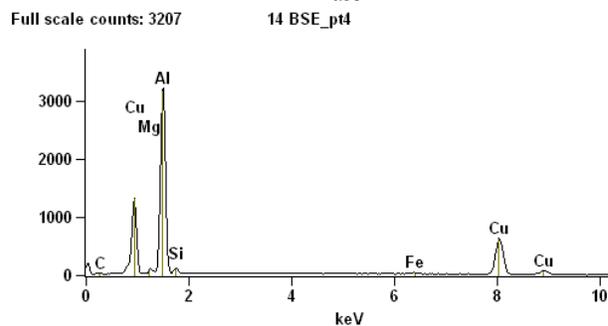
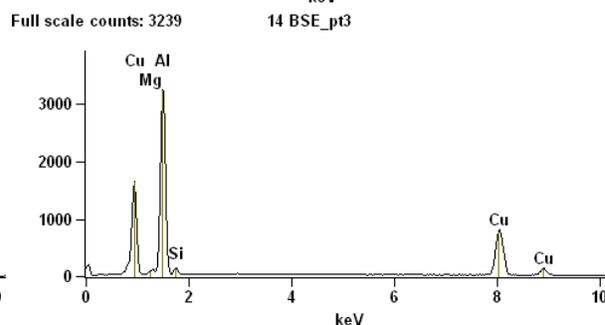
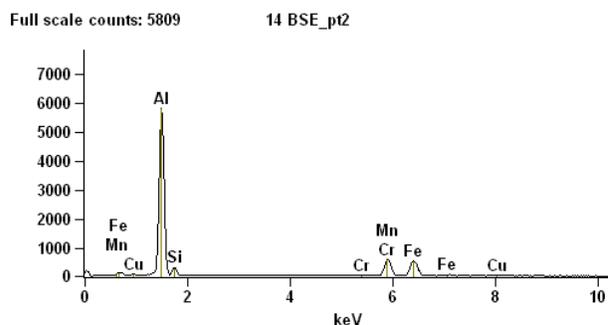
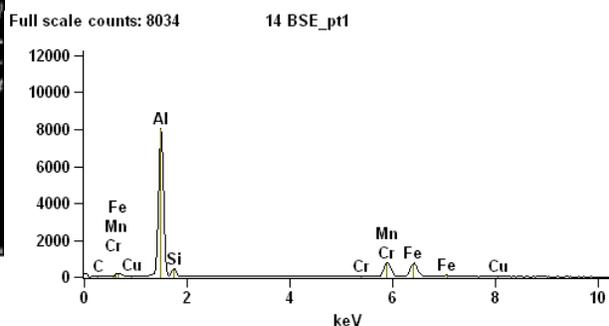
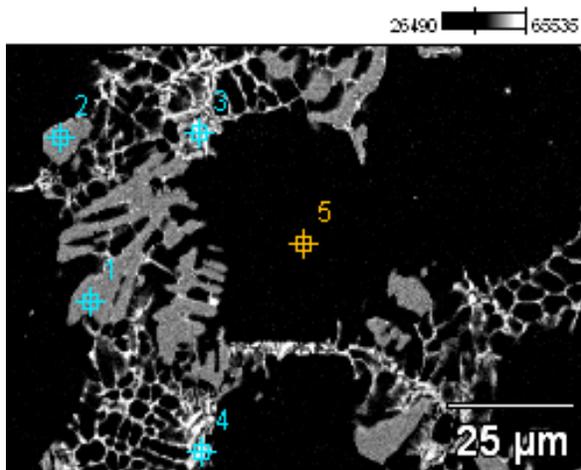
210-14(3)



	Weight %					
	Mg-K	Al-K	Si-K	Mn-K	Fe-K	Cu-K
210-14(3)_pt1		62.40	4.94	17.10	14.10	1.47
210-14(3)_pt2		62.43	5.08	16.23	13.92	2.33
210-14(3)_pt3		57.03	2.83	0.51	0.58	39.05
210-14(3)_pt4	2.28	60.24	2.41			35.07
210-14(3)_pt5		98.32				1.68

Liga AA 2014 reauecida à 614°C com tempo de espera de 210s

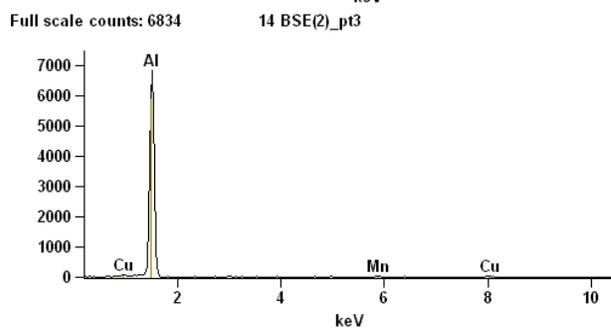
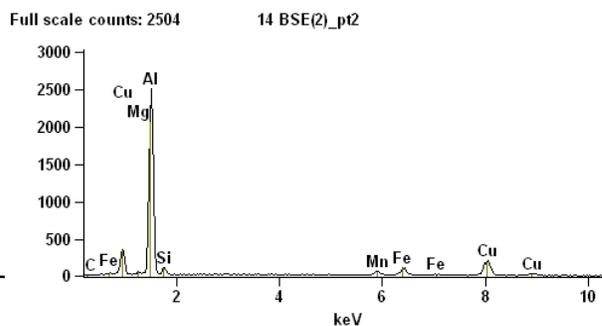
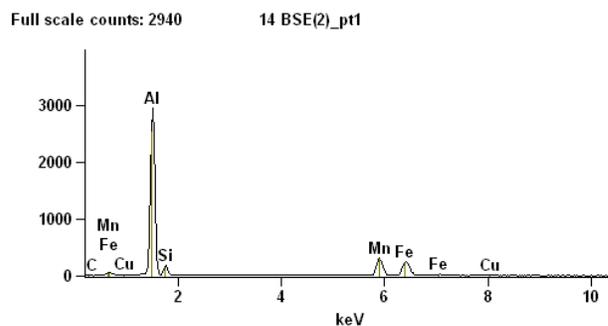
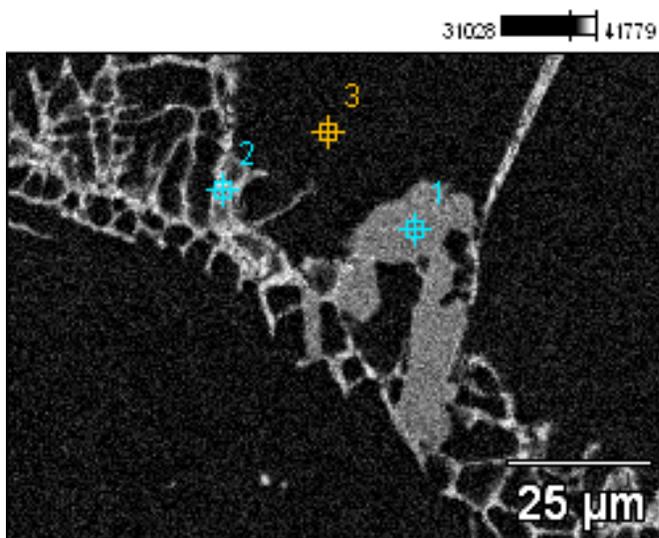
14 BSE



	Weight %						
	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Cr-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>
<i>14 BSE_pt1</i>		61.08	5.94	0.36	15.25	15.37	2.00
<i>14 BSE_pt2</i>		61.54	5.56	0.32	15.50	14.74	2.34
<i>14 BSE_pt3</i>	1.06	54.99	2.28				41.68
<i>14 BSE_pt4</i>	1.09	58.34	2.70			1.18	36.69
<i>14 BSE_pt5</i>		97.55			0.57		1.88

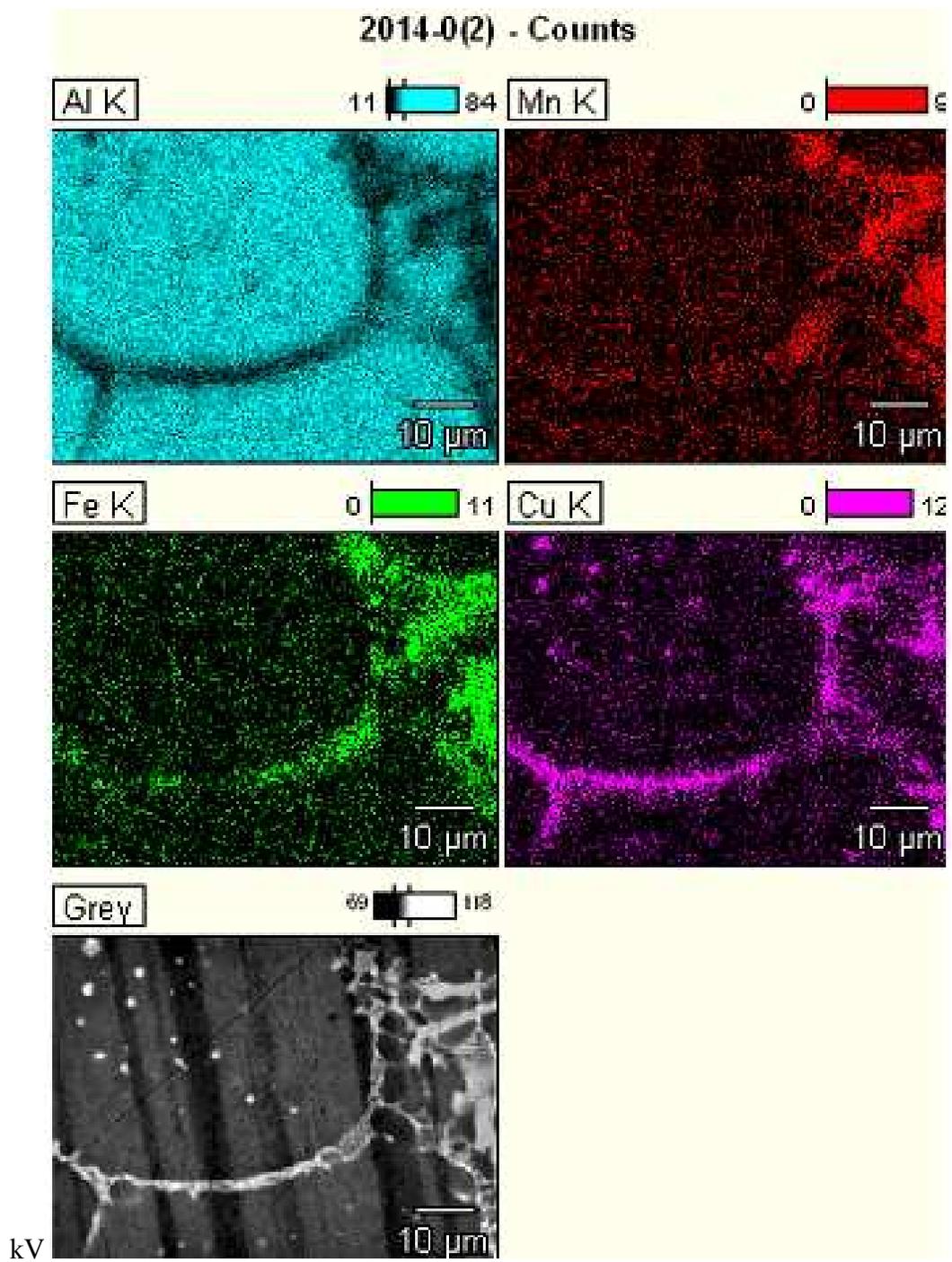
Liga AA 2014 reauecida à 614°C com tempo de espera de 210s

14 BSE(2)



	Weight %					
	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>
<i>14 BSE(2)_pt1</i>		61.12	6.25	15.54	15.13	1.96
<i>14 BSE(2)_pt2</i>	0.56	64.22	5.12	3.01	5.96	21.12
<i>14 BSE(2)_pt3</i>		97.09		0.79		2.12

Liga AA 2014 como fornecida

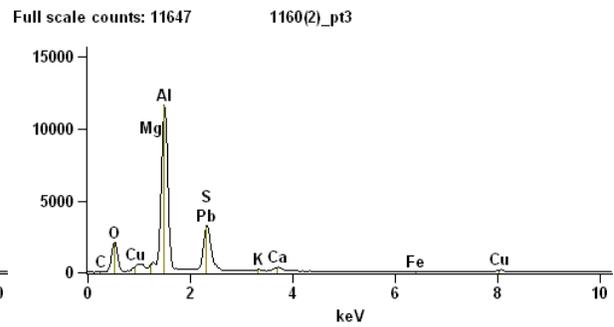
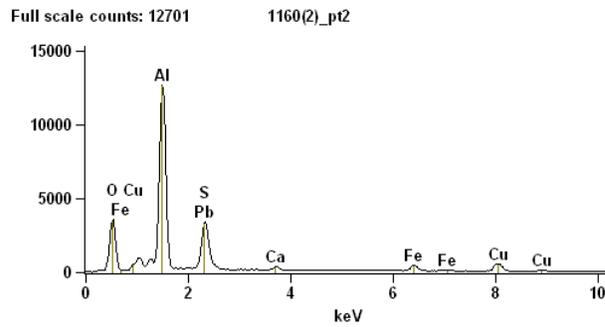
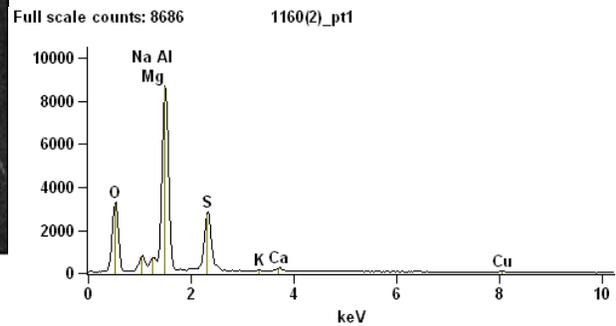
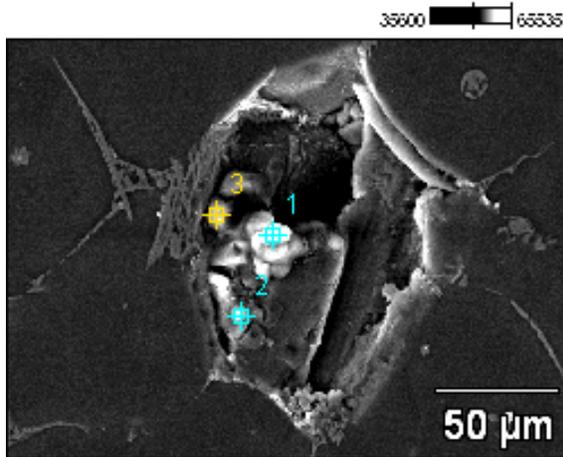


- ALUMINA

LIGA AA 2011

Liga AA 2011 comprimida à 621°C com tempo de espera de 0s

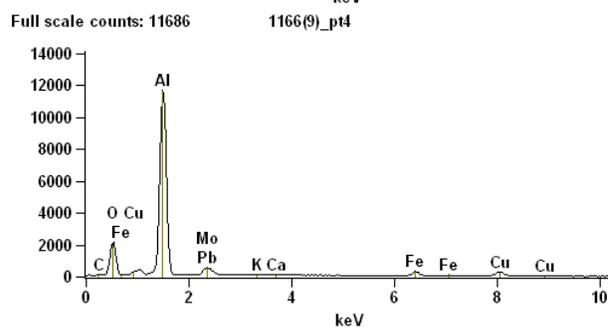
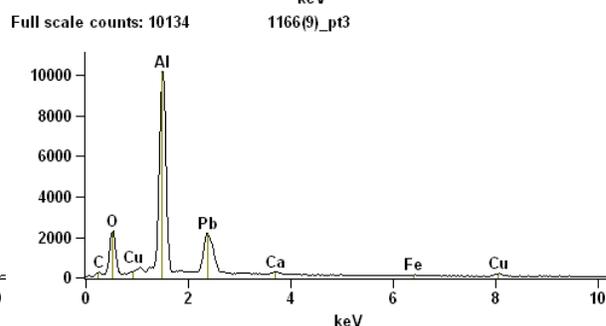
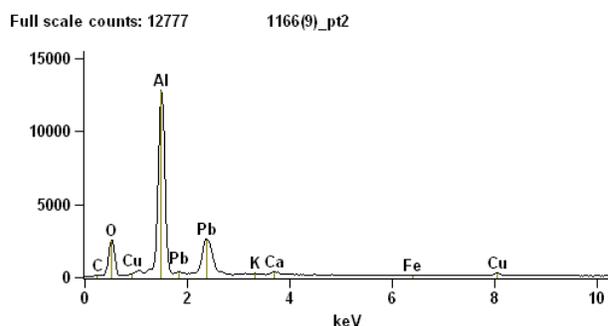
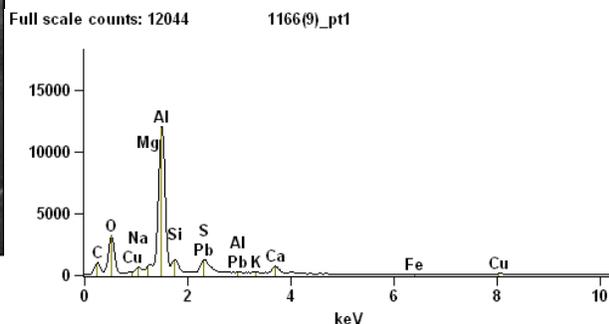
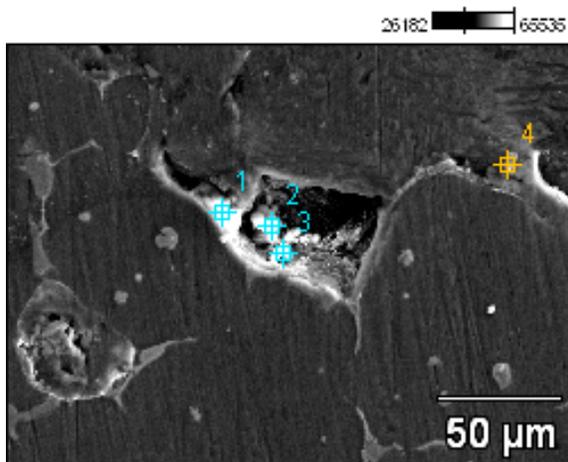
1160(2)



	Weight %									
	<i>O-K</i>	<i>Na-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>S-K</i>	<i>K-K</i>	<i>Ca-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Pb-L</i>
<i>1160(2)_pt1</i>	55.53	4.96	1.18	26.38	10.86	0.10	0.53		0.47	
<i>1160(2)_pt2</i>	49.55			29.69	8.68		0.77	2.33	5.27	3.72
<i>1160(2)_pt3</i>	47.35		0.92	33.66	11.84	0.22	1.05	0.41	1.84	2.72

Liga AA 2011 comprimida à 615°C com tempo de espera de 0s

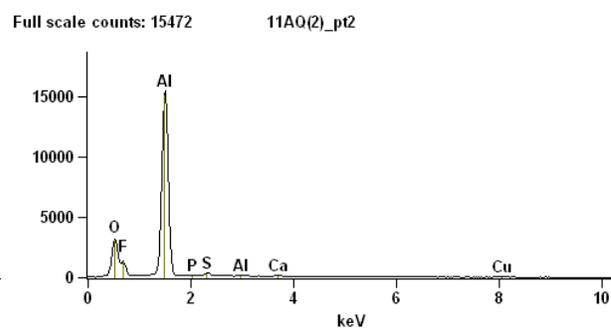
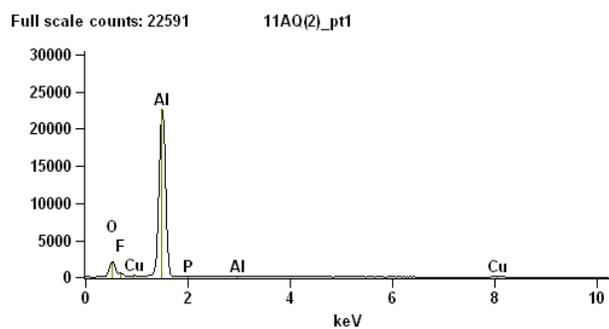
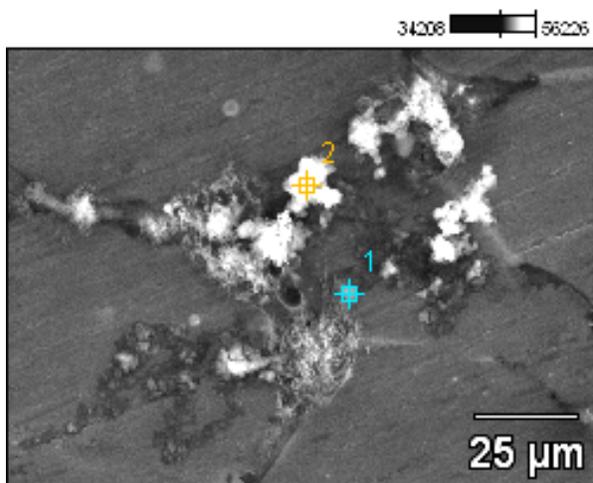
1166(9)



	Weight %											
	O-K	Na-K	Mg-K	Al-K	Si-K	S-K	K-K	Ca-K	Fe-K	Cu-K	Mo-L	Pb-L
1166(9)_pt1	44.51	1.93	1.15	33.34	3.47	3.54	0.30	2.67	0.33	1.92		6.86
1166(9)_pt2	28.63			25.49			0.17	0.64	0.21	2.28		42.57
1166(9)_pt3	35.89			28.88				0.52	0.37	1.91		32.44
1166(9)_pt4	35.56			41.22			0.16	0.41	4.00	7.25	1.60	9.82

Liga AA 2011 somente reauecida à 621°C com tempo de espera de 0s

11AQ(2)

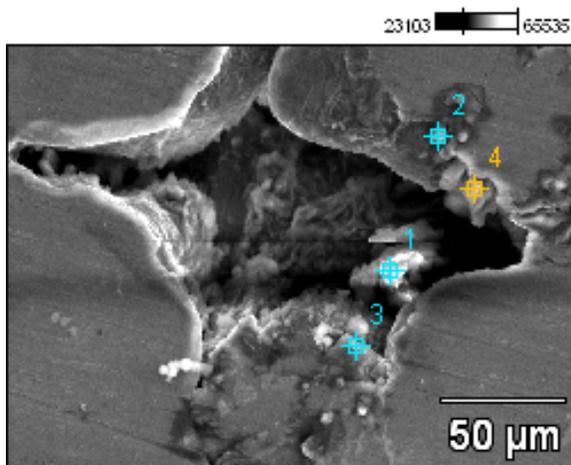


	Weight %						
	<i>O-K</i>	<i>F-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>P-K</i>	<i>S-K</i>	<i>Ca-K</i>	<i>Cu-K</i>
<i>11AQ(2)_pt1</i>	28.52	8.99	60.39	0.15			1.96
<i>11AQ(2)_pt2</i>	33.08	23.67	40.67	0.13	1.20	0.35	0.89

LIGA AA 2014

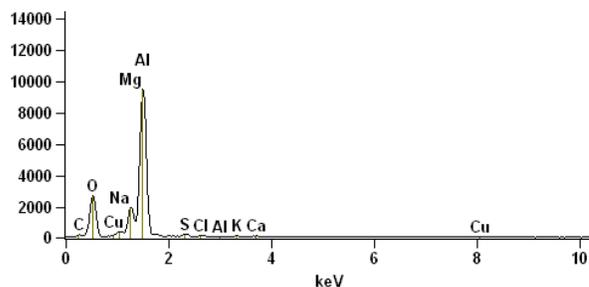
Liga AA 2014 comprimida à 614°C com tempo de espera de 0s

1460



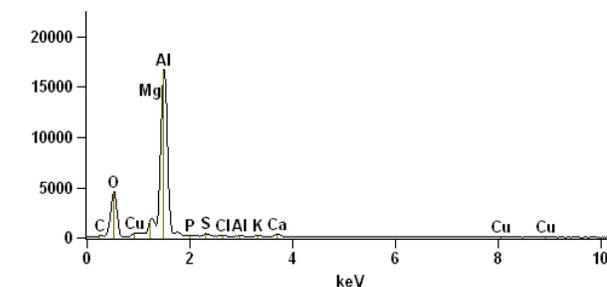
Full scale counts: 9488

1460_pt1



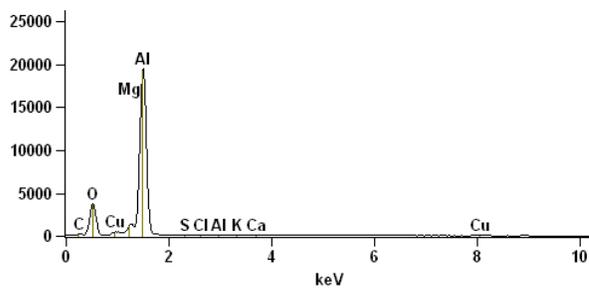
Full scale counts: 16669

1460_pt2



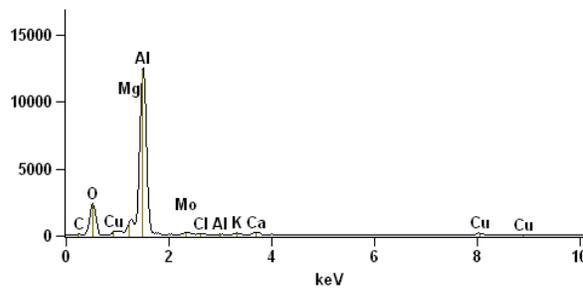
Full scale counts: 19466

1460_pt3



Full scale counts: 12495

1460_pt4

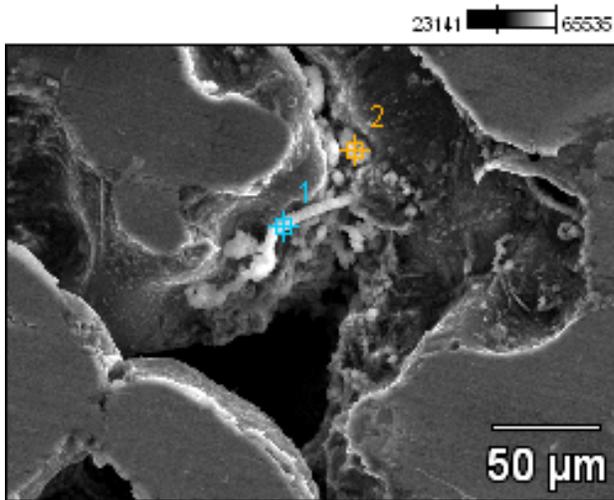


Weight %

	<i>O-K</i>	<i>Na-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>P-K</i>	<i>S-K</i>	<i>Cl-K</i>	<i>K-K</i>	<i>Ca-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Mo-L</i>
<i>1460_pt1</i>	46.56	1.65	7.04	40.08		0.85	0.48	0.49	0.52	2.35	
<i>1460_pt2</i>	50.08		2.84	42.37	0.24	0.73	0.18	0.54	0.88	2.13	
<i>1460_pt3</i>	45.41		2.02	49.51		0.31	0.16	0.26	0.49	1.82	
<i>1460_pt4</i>	42.97		2.81	46.47			0.25	0.69	1.02	4.61	1.19

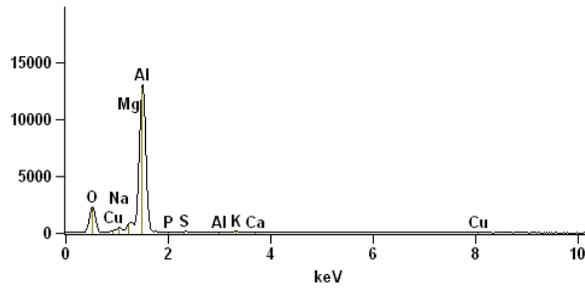
Liga AA 2014 comprimida à 614°C com tempo de espera de 0s

1460(6)



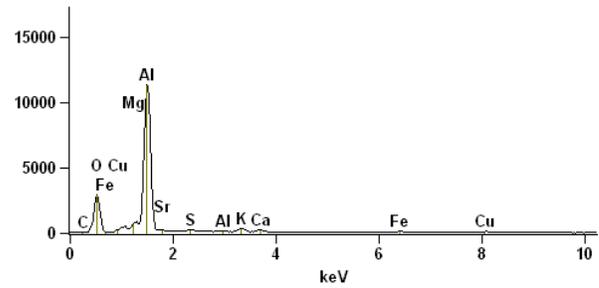
Full scale counts: 13061

1460(6)_pt1



Full scale counts: 11369

1460(6)_pt2

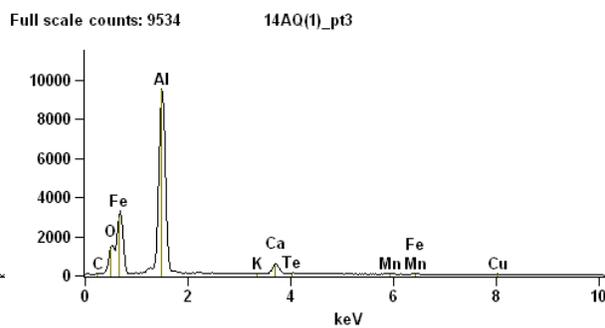
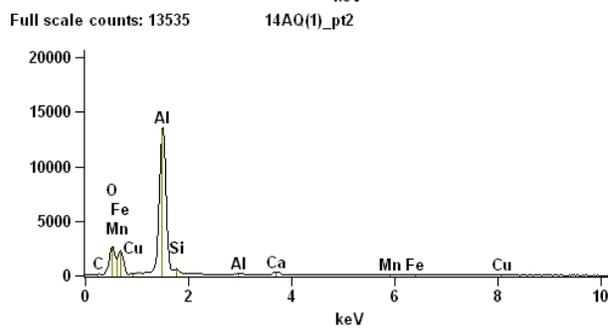
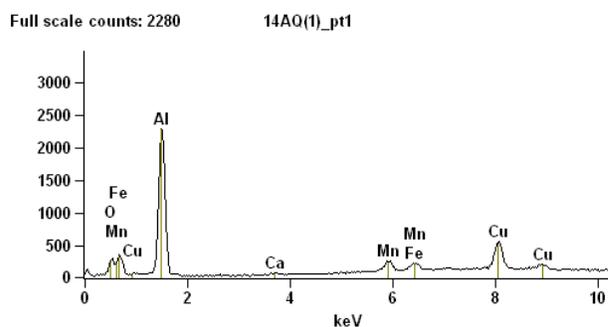
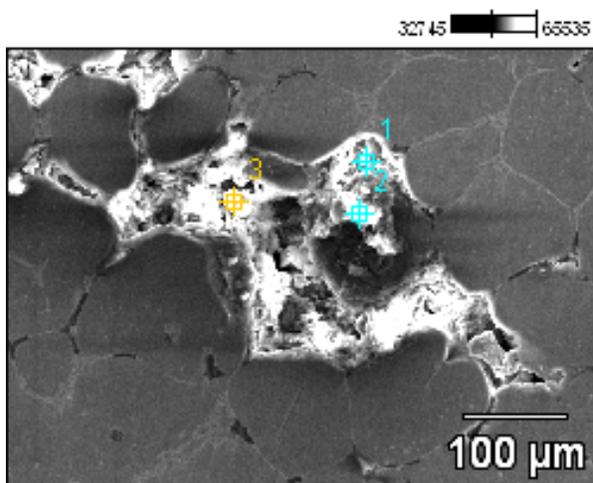


Weight %

	<i>O-K</i>	<i>Na-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>P-K</i>	<i>S-K</i>	<i>K-K</i>	<i>Ca-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Sr-L</i>
<i>1460(6)_pt1</i>	41.25	1.93	2.15	50.34	0.18	0.41	0.87	0.25		2.62	
<i>1460(6)_pt2</i>	48.48		0.80	42.86		0.56	1.40	0.59	1.71	3.47	0.13

Liga AA 2014 somente reauecida à 614°C com tempo de espera de 0s

14AQ(1)



	Weight %								
	<i>O-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>Si-K</i>	<i>K-K</i>	<i>Ca-K</i>	<i>Mn-K</i>	<i>Fe-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>Te-L</i>
<i>14AQ(1)_pt1</i>	10.85	40.68			1.01	6.52	4.97	35.97	
<i>14AQ(1)_pt2</i>	40.68	51.94	1.89		2.05	1.00	0.81	1.63	
<i>14AQ(1)_pt3</i>	36.26	54.42		0.29	5.91	0.64	0.78	1.50	0.20