

.....
..... E APROVADA PE
COMISSÃO JULGADORA EM 13/02/04.

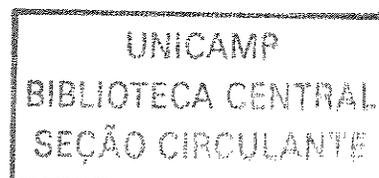

ORIENTADOR

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

**Obtenção e caracterização de novas ligas Al-Si-
Mg para tixotomização**

Autor: **Marcelo Paes**
Orientador: **Eugênio José Zoqui**

05/2004



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

Obtenção e caracterização de novas ligas Al-Si-Mg para tixotomização

Autor: **Marcelo Paes**

Orientador: **Eugênio José Zoqui**

Curso: Engenharia Mecânica

Área: Materiais e Processos de Fabricação

Tese de doutorado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2004
S.P.- Brasil

UNIDADE	BC
Nº CHAMADA	P1380
V	EX
TOMBO BC/	52954
PROC.	16-117-04
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	15/07/04
Nº CPD	

CM00198298-0

Bib. d: 317665

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

P138o Paes, Marcelo
Obtenção e caracterização de novas ligas Al-Si-Mg para tixotomografia / Marcelo Paes.--Campinas, SP: [s.n.], 2003.

Orientador: Eugênio José Zoqui.
Tese (Doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Alumínio. 2. Fundição. 3. Tratamento térmico. 4. Reologia. 5. Viscosidade. I. Zoqui, Eugênio José. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

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

TESE DE DOUTORADO

Obtenção e caracterização de novas ligas Al-Si-Mg para tixotomização

Autor: Marcelo Paes

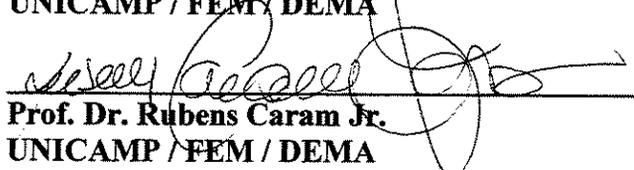
Orientador: Eugênio José Zoqui



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



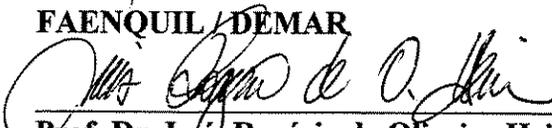
Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos
UNICAMP / FEM / DEMA



Prof. Dr. Rubens Caram Jr.
UNICAMP / FEM / DEMA



Prof. Dr. Carlos Antônio Reis Pereira Baptista
FAENQUIL / DEMAR



Prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein
UNESP / FEG

Campinas, 13 de fevereiro de 2004.

Dedicatória:

Dedico esse trabalho à minha mãe Sonia Maria Poletti Paes que superou com bravura o maior obstáculo que enfrentou em sua vida.

Agradecimentos

À minha esposa Zenilda, aos meus pais, à minha irmã e a toda minha família pelo apoio em todos momentos da minha vida,

Aos meus amigos da UNICAMP e da CBA pela ajuda nas discussões desse trabalho,

Ao Prof. Eugênio Zoqui pela oportunidade da realização desse trabalho.

*“As palavras mais calmas são aquelas que
trazem a tempestade, pensamentos que se
aproximam em passos de pomba dirigem o mundo...”*

Friedrich Nietzsche

Resumo

PAES, Marcelo, Obtenção e caracterização de novas ligas Al-Si-Mg para tixoconformação, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2004, 154p. Tese (Doutorado).

Este trabalho avaliou a influência do teor de silício e magnésio na obtenção, processamento no estado semi-sólido e conseqüente comportamento mecânico final de ligas reofundidas. Foram propostas novas ligas Al-Si-Mg com 1, 4 e 7% de Si e 0,5 e 1% de Mg que foram inicialmente produzidas por ultra-refino através da adição de refinador de grão Al-5Ti-1B. Foram realizados testes de DTA (análise térmica diferencial) para determinação das temperaturas de trabalho de cada liga. As amostras foram reaquecidas ao estado semi-sólido em três diferentes tempos (0, 90 e 210s) para se determinar a evolução macro e microestrutural das ligas. Em seguida, foram realizados testes de compressão a quente simulando um viscosímetro de placas paralelas com os mesmos parâmetros utilizados no reaquecimento. Em função da curva tensão-deformação gerada, calculou-se a viscosidade de todas as ligas propostas. Observou-se um aumento do tamanho de grão com o aumento do teor de Si e de Mg. Da mesma forma, um aumento dos valores de fator de forma e tamanho de glóbulo foi observado. Verificou-se que o Mg tem um efeito deletério em ligas Al-Si-Mg para aplicação em processos de tixoconformação. O Si tem um efeito importante na viscosidade de forma a reduzi-la com ligas de baixo teor de Mg.

Palavras-chave: tixoconformação, ligas alumínio-silício-magnésio, propriedades mecânicas.

Abstract

PAES, Marcelo, Acquisition and characterization of new Al-Si-Mg alloys to thixoforming, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2004, 154p. Tese (Doutorado).

This work evaluated the influence of Mg and Si percentage on acquisition, thixoforming and final mechanical behaviour of rheocast alloys. It was proposed new Al-Si-Mg alloys with 1, 4 and 7% Si and 0,5 and 1%Mg that were produced by ultra-refining using Al-5Ti-1B grain refiner. DTA tests were performed to determine the suitable temperature corresponding to 0,45 solid fraction. Samples were reheated to the semi-solid state with three different holding times (0, 90 and 210s) to determine the macro and microstructural evolution of the alloys. After, compression tests using a parallel plate viscosimeter with the same parameters used in the heat treatment were performed. According to the stress-deformation curve the viscosity in all alloys were calculated. It was observed as the Si and Mg percentage increases the grain size, globule size and shape factor increase either. Magnesium has a harmful effect in Al-Si-Mg alloys for thixoforming applications. Silicon has an important effect on reducing the viscosity with low Mg percentage.

Keywords: thixoforming, aluminum-silicon-magnesium alloys, mechanical properties.

Índice

Lista de figuras	iii
Lista de tabelas	vii
Nomenclatura	ix
1 Apresentação	01
2 Introdução teórica	06
2.1 Reofundição – Conceitos e aplicações	06
2.2 Método de obtenção de estruturas reofundidas	09
2.3 Mecanismos de formação de estruturas reofundidas	10
2.4 Obtenção de reofundidos por ultra-refino químico	14
2.4.1 Fundamentos de nucleação homogênea e heterogênea	14
2.4.2 Mecanismos de refino de grão	17
2.5 Macro e microestruturas reofundidas	22
2.6 Reologia e características de escoamento	30
2.7 Ligas Al-Si e Al-Si-Mg	40
2.7.1 Propriedades das ligas Al-Si-Mg	42
2.7.2 Estruturas de solidificação de ligas alumínio-silício	43
2.8 Tixoconformação	50
2.8.1 Considerações gerais	50
2.8.2 Rota do processamento de semi-sólidos	51
2.8.3 Tixoforjamento	53
2.8.3.1 Conceitos	53
2.8.3.2 Princípios e variáveis operacionais	55
2.8.3.3 Vantagens e aplicações	58

3 Procedimento experimental	60
3.1 Materiais	61
3.2 Produção das ligas	62
3.3 Caracterização metalográfica	64
3.4 Testes de DTA (análise térmica diferencial)	67
3.5 Tratamento térmico de reaquecimento	68
3.6 Testes de compressão e caracterização de viscosidade aparente	71
4 Resultados e discussões	73
4.1 Produção das ligas	73
4.1.1 Análise qualitativa macroestrutural	74
4.1.2 Análise qualitativa microestrutural	75
4.1.3 Análise quantitativa macroestrutural	78
4.1.4 Análise quantitativa microestrutural	80
4.2 Testes de DTA	87
4.3 Tratamento térmico de globularização	88
4.3.1 Análise qualitativa macroestrutural	89
4.3.2 Análise qualitativa microestrutural	89
4.3.3 Análise quantitativa macroestrutural	91
4.3.4 Análise quantitativa microestrutural	105
4.4 Compressão a quente	113
5 Conclusões e Sugestões para trabalhos futuros	135
Referências bibliográficas	139
Anexos	149

Lista de figuras

1.1 Porcentagem das ligas fundidas mais utilizadas para tixotrofia	03
2.1 Representação esquemática do mecanismo de multiplicação cristalina	11
2.2 Ilustração da evolução da estrutura durante a solidificação	12
2.3 Mecanismo de Ostwald Ripening	13
2.4 Ilustração do mecanismo de coalescência	13
2.5 Calota esférica formada sobre um substrato	16
2.6 Micrografia de uma liga Al-5Ti-1B	18
2.7 Diagrama de fase Al-Ti	19
2.8 Relação entre o tamanho de grão e o tempo de contato do refinador de grão com o banho	20
2.9 Influência do teor de Si e Ti no tamanho de grão de ligas Al-Si.	21
2.10 Macroestruturas da liga A356 feitas em estereomicroscópio ótico	23
2.11 Microestrutura da liga A356 reofundida por EMS	24
2.12 Microestruturas da liga Al-4,5Cu	25
2.13 Liga fundida convencionalmente com adição de refinador de grão(a) e com agitação eletromagnética e refinador de grão (b) e somente agitação eletromagnética	25
2.14 Micrografia da liga A356 obtida por agitação eletromagnética a 900W	26
2.15 Evolução microestrutural da liga A356	27
2.16 Micrografias ilustrando uma série de seções sucessivas da liga A356	29
2.17 Cortes sucessivos de 20 em 20µm da liga A356 produzida por EMS	30
2.18 Modelo em 3D da liga A356 produzida por agitação eletromagnética	30
2.19 Variação da viscosidade da liga Pb-15%Sn em função da fração sólida na pasta reofundida para diferentes taxas de cisalhamento	32

2.20 Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento para a liga Al-6,5% Si com 0,4 de fração sólida	33
2.21 Micrografias da liga Al-6,5% Si com uma fração sólida de 0,2 agitada isotermicamente com taxas de (a) $180s^{-1}$ e (b) $900s^{-1}$	33
2.22 Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento de acordo com <i>Power Law</i>	35
2.23 Curva típicas tensão-deformação para semi-sólidos e sólidos	39
2.24 Diagrama esquemático de compressão a quente	40
2.25 Diagrama de fase da liga Al-Si	41
2.26 Propriedades mecânicas versus teor de Si	43
2.27 Diagramas ternários Al-Si-Mg	49
2.28 Fluxograma mostrando a rota para fabricação de semi-sólidos	51
2.29 Variação da tensão de cisalhamento produzida por agitação mecânica durante a solidificação da liga Sn-15%Pb com a fração sólida	54
2.30 Ilustração dos processos de tixoforjamento	55
3.1 Esquematização das etapas de trabalho	61
3.2 Ilustração da lingoteira metálica utilizada	63
3.3 Fotografia do equipamento de fluorescência de raios-x utilizado	64
3.4 Hipótese assumida para o relacionamento entre glóbulo e grão	66
3.5 Equipamento para análise diferencial térmica	68
3.6 Curva de aquecimento da liga Al-4Si-0,5Mg	70
3.7 Aparato montado para realização do tratamento térmico	70
3.8 Ilustração da amostra após teste de compressão	72
4.1 Macroestruturas das ligas obtidas brutas de fusão	76
4.2 Microestruturas das ligas obtidas brutas de fusão	77
4.3 Superfície de resposta do tamanho de grão em função dos elementos de liga estudados	79
4.4 Evolução do tamanho de grão em função do teor de Si e Mg	80
4.5 Superfície de resposta do tamanho de partícula primária em função dos elementos de liga estudados	82
4.6 Superfície de resposta do fator de forma em função dos elementos de liga estudados	82
4.7 Tamanho de partícula primária em função dos teores de Si e Mg	83
4.8 Fator de forma em função dos teores de Si e Mg	84

4.9 Tamanho de partícula primária em função dos tamanho de grão	85
4.10 Eficiência das ligas estudadas medidas pelo Rheocast Quality Index	87
4.11 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 0s	92
4.12 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 90s	93
4.13 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 210s	94
4.14 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 0s (40X)	95
4.15 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 90s (40X)	96
4.16 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 210s (40X)	97
4.17 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 0s (100X)	98
4.18 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 90s (100X)	99
4.19 Modificações estruturais das ligas estudadas com o tempo de globularização de 210s (100X)	100
4.20 Superfície de resposta da influência do tempo de globularização e do teor de Si no tamanho de grão	101
4.21 Superfície de resposta da influência do tempo de globularização e do teor de Mg no tamanho de grão	102
4.22 Evolução do tamanho de grão em função do tempo de globularização	102
4.23 Evolução do tamanho de grão com o tempo de globularização segundo a lei de LSW	105
4.24 Superfície de resposta da influência do tempo de globularização e do teor de Si no tamanho de glóbulo	106
4.25 Superfície de resposta da influência do teor de Mg e do tempo de globularização no tamanho de glóbulo	107
4.26 Superfície de resposta da influência do tempo de globularização e do teor de Si no fator de forma	108
4.27 Superfície de resposta da influência do teor de Mg e do tempo de globularização no fator de forma	108
4.28 Evolução do tamanho de glóbulo e fator de forma em função do tempo de globularização	109
4.29 Evolução do tamanho de grão de acordo com a lei de LSW	111
4.30 Evolução da taxa de crescimento de grão (macro K) e da taxa de crescimento de glóbulo (micro K) com o RQI	112
4.31 Curvas força versus deslocamento para as ligas Al-Si com (a) 0,5% Mg e (b) 1,0%Mg nos seguintes tempos de globularização (1) 0s; (2) 90s e (3) 210s	114
4.32 Curvas força versus deslocamento para as ligas (1) Al-7%Si; (2) Al-4%Si e (3) Al-1%Si com 0,5%Mg e 1%Mg	115
4.33 Curvas tensão versus deformação para as ligas Al-Si com (a) 0,5% Mg e (b) 1,0%Mg nos seguintes tempos de globularização (1) 0s; (2) 90s e (3) 210s	119

4.34	Curvas tensão versus deformação para as ligas (1) Al-7%Si; (2) Al-4%Si e (3) Al-1%Si com 0,5%Mg e 1%Mg	120
4.35	Tensão de escoamento em função do tamanho de grão para todas as ligas testadas	123
4.36	Tensão de escoamento em função do tamanho de glóbulo para todas as ligas testadas	123
4.37	Tensão de escoamento em função do fator de forma para todas as ligas testadas	124
4.38	Tensão máxima em função do tamanho de grão para todas as ligas testadas	125
4.39	Tensão máxima em função do tamanho de glóbulo para todas as ligas testadas	125
4.40	Tensão máxima em função do fator de forma para todas as ligas testadas	126
4.41	Evolução dos parâmetros do teste de tração de acordo com a liga e o tempo de globularização	126
4.42	Curvas viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento para as ligas Al-Si com (a) 0,5% Mg e (b) 1,0%Mg nos seguintes tempos de globularização (1) 0s; (2) 90s e (3) 210s	128
4.43	Curvas viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento para as ligas (1) Al-7%Si; (2) Al-4%Si e (3) Al-1%Si com 0,5%Mg e 1%Mg	129
4.44	Viscosidade aparente em função do tamanho de grão para as ligas estudadas	131
4.45	Viscosidade aparente em função do tamanho de glóbulo para as ligas estudadas	131
4.46	Viscosidade aparente em função do fator de forma para as ligas estudadas	132
4.47	Evolução da viscosidade aparente com o tempo de globularização	133

Lista de tabelas

1.1 Distribuição do maquinário para tixoconformação no mundo	02
1.2 Produtores comerciais no mundo	02
2.1 Tamanhos de grão e tempos de contato ótimos de ligas de alumínio	21
2.2 Solubilidade sólida de silício no alumínio	41
2.3 Composição das ligas alumínio-silício mais comuns	44
2.4 Características de alguns produtos de ligas Al-Si	45
2.5 Propriedades mecânicas da liga A356, produzidas por diferentes rotas	57
2.6 Propriedades mecânicas da liga A357 reofundida	57
3.1 Composição química conforme fabricante	62
3.2 Especificações químicas das ligas a serem produzidas	62
3.3 Proporções utilizadas para a produção das ligas	63
3.4 Valores do coeficiente de partição em função das ligas	68
3.5 Tabela de ensaios	69
4.1 Composição química das ligas produzidas	74
4.2 Resultados estatísticos para o tamanho de grão	78
4.3 Tamanho de grão das ligas estudadas	80
4.4 Resultados estatísticos para o tamanho de partícula primária	81
4.5 Resultados estatísticos para o fator de forma	83
4.6 Parâmetros microestruturais das ligas estudadas	85
4.7 Resultados das temperaturas <i>liquidus</i> obtidos por testes de DTA	88
4.8 Temperaturas de trabalho ($f_s=0,45$)	88
4.9 Resultados estatísticos para o tamanho de grão	101
4.10 Parâmetro macroestruturais das ligas estudadas	104

4.11 Resultados estatísticos para o tamanho de glóbulo	106
4.12 Resultados estatísticos para o fator de forma	107
4.13 Parâmetros microestruturais das ligas estudadas	110
4.14 Parâmetros estruturais das ligas estudadas	112
4.15 Resultados do ensaio de compressão das ligas estudadas	122
4.16 Resultados de viscosidade do ensaio de compressão	130

Nomenclatura

Letras latinas

r – raio da calota
 r_C ou R_C - raio crítico da calota
 e – deformação de engenharia
 F ou f – força ou carga

Letras gregas

μ - viscosidade aparente [Pa.s]
 $\dot{\gamma}$ - taxa de cisalhamento [s⁻¹]
 μ_P – patamar de viscosidade [Pa.s]

Abreviações

SSP – SemiSolid Process (processo semi-sólido)
E.U.A. – Estados Unidos da América
E.M.S – Electromagnetic Stirring (agitação eletromagnética)
D.C. – Direct chill (resfriamento contínuo)
DTA – Differential thermal analysis
RQI – rheocast quality index
GLS – tamanho de glóbulo
GS – tamanho de grão
SF – fator de forma

Siglas

3D – três dimensões
2D – duas dimensões

Capítulo 1

Apresentação

Estudos para produção de partes *near-net-shape* (componentes próximos à forma final), têm progredido conjuntamente com os estudos para redução do peso dos materiais em linhas de produção das indústrias automotivas e aeronáuticas. Entre eles, a área de aplicação de tecnologia de tixoforjamento, tem sido expandida devido aos seus diversos méritos quando comparados com processos de conformação convencionais tais como fundição e fundição sob pressão. Dentre os chamados méritos do processo, podemos citar a economia de energia, a redução de etapas de produção, o aumento da produtividade e da qualidade em geral.

O forjamento no estado semi-sólido (ou tixoforjamento) ocorre quando um material no estado semi-sólido (coexistência de fase sólida e fase líquida), apresenta uma estrutura globular devido a um tratamento térmico. Nessas condições, o material é injetado sob pressão sobre uma matriz de forjamento, tomando sua forma final. O produto final apresenta uma alta homogeneidade estrutural, boas propriedades mecânicas, baixas segregação e porosidade.

Se compararmos a tecnologia de tixoconformação com as outras convencionais, vemos que os processos que utilizam material semi-sólido estão crescendo em número e alcançando os processos convencionais. A tabela 1.1 a seguir apresenta e compara o número de máquinas de tixoconformação e de fundição sob pressão, em todo o mundo até o ano 2000. É possível observar então, que nos países ocidentais essa tecnologia parece estar mais disseminada,

principalmente na Europa e E.U.A., tendo em vista a presença de grandes empresas que trabalham com semi-sólidos.

Tabela 1.1. Distribuição do maquinário para tixoconformação no mundo.

E.U.A. + América	Europa	Japão + Ásia
35 máquinas de tixoconformação (33 nos E.U.A.)	24 máquinas de tixoconformação (9 na Itália)	7 máquinas de tixoconformação
44 máquinas de fundição sob pressão	24 máquinas de fundição sob pressão (10 na Itália)	178 máquinas de fundição sob pressão

Fonte: (Chiarmetta, 2000)

A tabela 1.2 apresenta algumas das empresas que trabalham direta ou indiretamente com material semi-sólido no mundo. Como pode ser observado, as indústrias de auto peças e automotivas são grandes consumidoras de materiais semi-sólidos.

Tabela 1.2. Produtores comerciais no mundo.

Produtores de equipamentos	Produtores de matéria-prima	Produtores da peça final
Buhler (Suécia)	Alusuisse (Suíça)	Stampal (Itália)
Idra (Itália)	SAG (Áustria)	Fiat (Itália)
Italpresse (Itália)	EFU (Alemanha)	Pechiney (França)
THT Presses (E.U.A)	Pechiney (França)	Magneti-Marelli (E.U.A)
Toshiba Machine Co. (Japão)	AEMP (E.U.A)	V-Forge Inc. (E.U.A)
UBE Machine Services (Japão)	Dow Chemical Co. (E.U.A)	General Motors (E.U.A)
Freche GmbH (Alemanha)	Ormet Corp. (E.U.A)	Alucast Products (Holanda)
Servotest LTD. (Reino Unido)	Magneti-Marelli (Itália)	Aluthix BV (Holanda)
HPM (E.U.A)	Alcan Int.	Lindberg Corp. (E.U.A)
Prince Machine (E.U.A)	Osprey Metals LTD. (Reino Unido)	Alusuisse (Suíça)

Fonte: Kapranos, 2001.

Quanto à matéria-prima produzida, as ligas de alumínio são realmente as de maior aplicação da tecnologia de tixoconformação. No entanto, as ligas alumínio-sílcio apresentam

destaque quando comparada com outras. A figura 1.1 mostra a produção em porcentagem das ligas utilizadas para esta tecnologia.

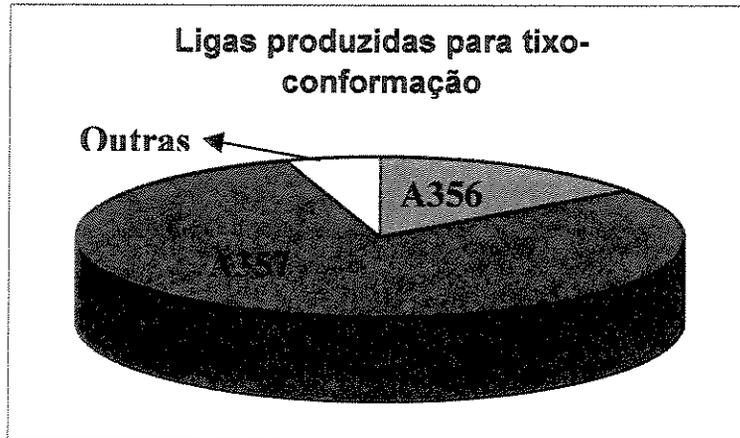


Figura 1.1 Porcentagem das ligas fundidas mais utilizadas para tixoconformação. (Chiarmetta, 2000)

Pode-se concluir então que as ligas Al-Si representam 95% do total de matéria prima produzido para tixoconformação. A liga A357 representa 80% e a A356 representa 15%, enquanto que todas as outras somadas representam somente 5%. O uso extensivo dessas ligas se deve principalmente à sua boa fluidez e boa resistência mecânica (Chiarmetta, 2000).

Em geral, as ligas A356 são utilizadas onde são requeridas alta fluidez, soldabilidade, boa resistência à corrosão e resistência à compressão. As aplicações específicas são:

- partes de turbina de avião
- transmissão de automóveis
- engrenagens
- cilindros de resfriamento
- instalação de energia nuclear

As ligas A357 têm aplicações em situações onde seja necessária a capacidade de tratamento térmico e que combine boa soldabilidade, alta resistência e ductilidade. Suas aplicações específicas são:

- partes de tacos de golfe

- braços de leitura de computadores
- penas de canetas tinteiro
- polias de automóveis
- caixa de air-bags

Como aplicação das ligas Al-Si-Mg pode-se ainda citar a fabricação de braços de balancim, berço de motor, polias, cilindro de freio, cilindro de embreagem, engrenagens, braços de suspensão, rodas, pistões e camisa do motor. Atualmente, as aplicações da ligas Al-Si Mg para tixoconformação restringem-se às duas citadas: A356 e A357. Estas ligas, no entanto, foram desenvolvidas a princípio para a fundição e não para tixoconformação. Assim, existe uma carência de novas ligas específicas para tixoconformação. (Choi, 2000; Giordano, 2000; Saito, 2001)

Desta maneira, pode-se definir os objetivos da realização deste trabalho:

- *Objetivo geral*: uma contribuição ao estudo macro e microestrutural e reológico de ligas Al-Si e Al-Si-Mg obtidas por ultra-refino e processadas no estado semi-sólido.

- *Objetivos específicos*: analisar o efeito do teor de silício e magnésio, em todas as etapas de produção de um reofundido: desde a matéria-prima até a confecção do produto final; desenvolver novas ligas para aplicação em tixoconformação; aprimorar a metodologia de caracterização de ligas Al-Si-Mg reofundidas, processamento de ligas com pequeno intervalo de temperatura *solidus/liquidus* e por fim, determinar a melhor combinação composição-processamento-propriedades das ligas propostas.

Duas hipóteses serão testadas neste trabalho:

- *Hipótese 1*: Ligas de alumínio reofundidas com baixo teor de silício, apresentam comportamento reológico similar a ligas com maiores teores de silício.
- *Hipótese 2*: A presença de baixos teores de Mg em ligas Al-Si reofundidas não alteram o comportamento reológico.

As hipóteses foram formuladas da expectativa de que o RQI (índice de análise da qualidade da fase sólida) possa superar o efeito da falta de silício em algumas ligas. Da mesma forma, o objetivo de aumentar a quantidade de magnésio é melhorar as propriedades mecânicas do componente final.

Para tanto, o capítulo 2 aborda conceitos de solidificação, reofundição, métodos de obtenção, macro e microestruturas de reofundidos, uma revisão sobre ligas Al-Si-Mg com propriedades e estruturas, caracterização reológica de materiais semi-sólidos e conceitos de tixoonformação. O capítulo 3 apresenta a metodologia do trabalho com as ligas utilizadas, parâmetros de tratamento térmico e dos testes de compressão. O capítulo 4 aborda os resultados obtidos e discutidos com relação às estruturas brutas de fusão, tratadas termicamente e conformadas no estado semi-sólido através de ensaio de compressão.

Capítulo 2

Introdução teórica

2.1. Reofundição- Conceitos e aplicações

A reofundição é uma tecnologia emergente que se aplica à obtenção de componentes a partir da conformação de ligas no estado semi-sólido. São inúmeras as vantagens apresentadas pelo método: menor consumo de energia, possibilidade de uso de diversas ligas e formas geométricas, produtos com excelentes propriedades mecânicas, aumento da vida útil de matrizes, obtenção de peças com excelente acabamento superficial e alta qualidade dimensional, produção *near-net-shape*, e outros (Flemings, 1991; Brown, 1993; Kapranos, P., 2000; Wang, 2002).

“A reofundição pode ser definida como sendo a obtenção de fundidos a partir de pastas metálicas constituídas de sólido globular envolto por líquido, ao invés da estrutura dendrítica observada nos processos convencionais de fundição” (apud Zoqui, 1995). A conformação de peças no estado reofundido é possível devido à morfologia desta estrutura: uma fase primária globular, envolta por líquido. Quando aquecida à temperatura intermediária entre as *temperaturas solidus e liquidus*, a fase secundária se funde agindo como um lubrificante quando da conformação do material. Esta modificação de morfologia (globular) da fase primária pode ser conseguida de diversas maneiras, entre elas a agitação do material em solidificação e através de ultra-refino de grão (Flemings, 1976; Vivés, 1992; Tissier et al, 1990).

A agitação pode se dar de várias maneiras, dentre as quais podemos destacar a agitação mecânica e a agitação eletromagnética, sendo a primeira muito limitada devido ao contato entre o rotor e metal líquido que pode provocar contaminação da liga. Já a agitação eletromagnética é mais utilizada, devido à possibilidade de produção contínua de lingotes e a não existência de contato entre o agitador e o banho. Além disso, este tipo de agitação tem uma relação consumo de energia por lingote produzido muito baixa, que justifica sua aplicação extensiva (Vivés, 1993; Lim, 1997). A inovação gerada por este processo, permitiu modificações a fim de aprimorá-lo, como o método SSP (SemiSolid Process) (Müller-Spath, 1996).

Quanto à microestrutura final, a agitação eletromagnética apresenta uma desvantagem em relação à mecânica, uma vez que existe uma limitação da profundidade do campo magnético que restringe o tamanho do lingote produzido, apresentando no interior de lingotes acima de 80mm de diâmetro o que se chama de estrutura pré-reofundida formada por dendritas quebradas. Já a mecânica, apresenta a estrutura um pouco mais globular devido à eficiência da agitação (Hirt, 1996). No entanto, um bom controle dos parâmetros que formam o campo magnético (Dantzig e Midson, 1992) como potência induzida, tipo de indutor, uso de campo elétrico alternado e controle da massa agitada podem melhorar a microestrutura final. Pode-se ainda controlar o tempo de agitação e adicionar inoculantes e refinadores de grão (Vivés, 1993).

A utilização de ultra-refino de grão no qual adiciona-se ao metal teores de Ti até 0,2%, também mostra ser um processo interessante para obtenção de reofundidos. Trabalhos como de McCartney (1989), Kori (2000) e Lee (1999) mostram a eficiência da adição de ligas Al-Ti-B como refinadoras de grão. A intensa nucleação heterogênea produzida por partículas de TiB_2 gera uma estrutura mais refinada e mais homogênea. Dependendo da liga utilizada, a microestrutura final apresenta um aspecto de roseta ou de dendritas segmentadas sem braços secundários ou terciários. Este fato viabiliza a globularização da fase α durante o reaquecimento ao estágio semi-sólido. O contrário ocorre para amostras produzidas por agitação eletromagnética, visto que a presença de braços dendríticos ramificados e fragmentados podem vir a coalescer, formando uma rede interdendrítica de fase α que dificulta o processo de tixoconformação subsequente.

A formação deste novo tipo de estrutura pode se dar de várias maneiras, porém, o método pioneiro foi o da descoberta desenvolvido por Flemings, onde observou que a agitação contínua da liga durante a solidificação produz grãos equiaxiais ao invés da estrutura dendrítica. No entanto, também é possível obter estruturas reofundidas a partir de estruturas dendríticas por outros métodos que serão vistos adiante.

É importante ressaltar que dependendo da rota utilizada para obtenção do reofundido, a microestrutura final não é totalmente globular, somente o reaquecimento ao estágio semi-sólido promove a globularização total, pois o aumento de temperatura fornece energia para os glóbulos e os grãos crescerem e formarem uma estrutura homogênea. No estado semisólido há uma redução na área total da interface sólido-líquido do sistema, ou seja, a fase sólida tende a se tornar esférica para que a área de interface por unidade de volume seja mínima, conforme mecanismos de coalescência e engrossamento (Flemings, 1991)

O processamento de ligas no estado semisólido (tixoconformação), ou seja, na forma de pastas com fases sólidas e líquidas, apresenta diversas vantagens devido ao caráter reológico que o material apresenta nestas condições (Kapranos, 1997). Em geral, os processos como injeção, forjamento e extrusão com pastas reofundidas, são realizados a baixas temperaturas e alto grau de deformação. Uma classificação técnica diferencia os processos que envolvem o material semi-sólido. Na reofundição, o metal com estrutura não-dendrítica é produzido e em seguida (na forma de pasta) já é conformado no estado semi-sólido. Na tixofundição, o metal com estrutura não-dendrítica é produzido e solidificado na forma de lingote. Em seguida, é reaquecido ao estágio semi-sólido e conformado. Algumas vantagens em utilizar processos de tixoconformação (Lim e Yoon, 1997):

- Redução do consumo de energia e o tempo de ciclo do processo,
- Aumento da vida útil da matriz,
- Eliminações de inclusões,
- Redução de macro e microsegregação
- Redução de porosidades e na formação de trincas (Buffière et al, 1999).

2.2. Métodos de obtenção de estruturas reofundidas

Existem diferentes processos para a obtenção de estruturas reofundidas apresentados na literatura. Estes podem ser divididos por interferência nos processos de solidificação e por tratamentos especiais após a solidificação (fusão parcial controlada) (Robert, 1987). Porém, existem ainda duas subdivisões nos processos por interferência nos processos de solidificação que são: interferência na nucleação e interferência no crescimento. De modo geral, *os processos que interferem na solidificação*, envolvem manuseio do material a partir de sua fase líquida. É promovida uma agitação a partir da temperatura liquidus ou dentro da zona sólido+líquido, seguido de um resfriamento rápido com o objetivo de solidificar a fase líquida e congelar a estrutura. Ou adicionam-se agentes inoculantes para promover a nucleação intensiva de sólidos e reduzir o crescimento dendrítico. Numa determinada temperatura, a pasta reofundida é resfriada rapidamente para a promoção da solidificação da fase líquida. Esta temperatura define as frações relativas de sólido e líquido presentes na pasta. A estrutura resultante é constituída de glóbulos de fase primária envoltos por líquido (em geral estrutura dendrítica fina dependendo da taxa de resfriamento).

Processos que interferem na nucleação, consistem em aumentar a taxa de nucleação inicial, isto é, a quantidade de núcleos/tempo/volume de líquido, restringindo o crescimento e resultando em uma estrutura sólida de grãos finos sem crescimento dendrítico interno. Trata-se, portanto de incentivar nucleação extensiva em todo volume líquido quando associada à elevada taxa de resfriamento. Isso se torna possível através da ação de agentes nucleantes (refinadores de grãos) que atuam como substrato para nucleação da fase primária, tornando-as menores e mais homogêneas. Trata-se portanto do mecanismo foco desse trabalho que utilizou a liga Al-Ti-B como agente nucleante para a produção das ligas semi-sólidas.

Processos que interferem no crescimento, consistem em incentivar a modificação da estrutura dendrítica parcialmente formada, para uma estrutura globular. Desta forma, existe a formação prévia de sólidos e um certo tempo de crescimento, envolvendo fenômenos de ruptura da estrutura já formada e sua esferoidização por mecanismos de redução de energia superficial.

Como estrutura resultante, temos glóbulos de fase primária mais líquido com morfologia que depende da taxa de resfriamento da pasta na saída do reator (em geral, dendrítica fina, pois a taxa de resfriamento é alta). Como exemplo, pode-se citar os processos de agitação mecânica (Robert, 1992) e eletromagnética.

Dependendo das condições de processamento da pasta a partir do sólido em crescimento, a estrutura resultante no reofundido pode apresentar morfologia de transição dendrita-glóbulo, ou seja, uma microestrutura heterogênea com regiões globulares e ao mesmo tempo dendríticas e dendríticas fragmentada. De maneira distinta dos processos que envolvem o controle da nucleação, os que interferem no crescimento permitem o controle de fração líquida, pois é possível interromper o processo e vaziar a pasta a qualquer temperatura dentro da zona pastosa. Por estes processos, podem ser produzidos tarugos ou lingotes para posterior reaquecimento e tixoonformação ou podem ser utilizadas as pastas reofundidas diretamente após descarregamento do reator que as produziu ainda no estado pastoso.

Os processos de tratamentos especiais após a solidificação (Fusão parcial controlada), tiveram como princípio os estudos de mecanismos de reofundição por agitação que levou à observação dos fenômenos responsáveis à formação da típica estrutura pastosa-globular: quebra dendrítica devido às fortes correntes de convecção, dobramento de ramos secundários e separação, e fenômenos de engrossamento. Surge então a idéia de provocar os mesmos fenômenos dentro da região semi-sólida a partir de materiais no estado sólido, sendo aquecido e fundido. Os processos de fusão parcial controlada envolvem manuseio do material a partir da fase sólida. O material é aquecido a uma temperatura superior à solidus, promovendo a liquefação de fases de baixo ponto de fusão e globularização das fases de mais alto ponto de fusão por fenômenos naturais de coalescência e engrossamento, seguido de resfriamento rápido. Os fenômenos de globularização de fases dendríticas são termicamente ativados, pois envolvem difusão de massa permitindo a evolução de um tipo de estrutura para outra. (Robert, 1989)

2.3. Mecanismos de formação de estruturas reofundidas

Existem vários meios de se produzir metais com estrutura reofundida e para cada método, tem-se mecanismos de formação da estrutura que são específicos. Podemos citar os mecanismos de multiplicação cristalina, globularização, engrossamento e coalescência.

- *Multiplicação cristalina*: o acúmulo de soluto na base da dendrita originada causa o rompimento de ramos dendríticos afinados em sua raiz. O empescoçamento das raízes dos ramos dendríticos, se deve à restrição ao seu crescimento ocasionada pelo acúmulo de soluto nestas

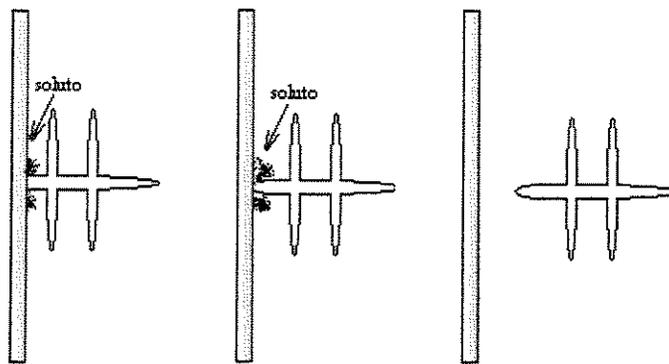


Figura 2.1. Representação esquemática do mecanismo de multiplicação cristalina.

regiões, à medida que o sólido vai crescendo (figura 2.1). Assim, o sólido se desprende da parede do molde e inicia um crescimento isolado no líquido, constituindo um novo grão. Porém, se for uma dendrita já formada e fragmentada, o ramo principal, isento de seus ramos secundários, tende a se globularizar no meio líquido para a redução de tensões superficiais, que são auxiliadas por ação mecânica de abrasão, entre partículas sólidas do líquido.

- *Globularização*: os fenômenos responsáveis pela globularização de dendritas em meio líquido se devem à ação do engrossamento. As dendritas equiaxiais em crescimento no líquido resultantes de ramos desprendidos ou mesmo dendritas originais, são engrossadas por mecanismos de transferência de massa passando a uma morfologia de rosetas e em seguida esferóides ou elipsóides em geral, com líquido retido em seu interior. A figura 2.2 ilustra a passagem da morfologia dendrítica para a morfologia globular, durante manutenção à elevada

temperatura e na presença de líquido em seu contorno. A figura 2.2a., apresenta uma dendrita que se forma de acordo com vários mecanismos. A origem desta dendrita pode se dar pela fratura do braço de outras, refusão de raízes de braços e recristalização (gerada pela tensão introduzida por forças de fluxo). Os fragmentos de dendrita continuam a crescer como ilustrado na figura 2.2b. Com o tempo de solidificação, a estrutura dendrítica se transforma morfológicamente em uma roseta (figura 2.2c.). Roseta durante o resfriamento (figura 2.2d.). Com resfriamento lento as partículas se transformam em esferas, em geral, com uma pequena quantidade de líquido em seu interior gerado pela fusão de dois braços de dendrita. Como resultado observado por Flemings (1991), é obtido uma estrutura final com morfologia globular geralmente irregular, contendo uma grande quantidade de líquido retido em seu interior. Esta estrutura é grosseira e os glóbulos possuem, em geral, grande dimensão. No entanto, para materiais produzidos por ultra-refino a estrutura inicial pode não ser a identificada em (a) assim como a final pode não ser a mostrada em (e). Em outras palavras, o refino pode gerar uma estrutura que não é totalmente globular. Os fenômenos de engrossamento envolvem transferência de massa preferencialmente de superfícies com pequeno raio de curvatura para outras de elevado raio de curvatura ou de superfícies curvas para superfícies planas.

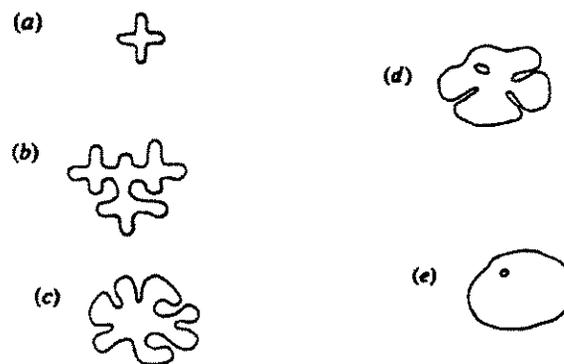


Figura 2.2. Ilustração da evolução da estrutura durante solidificação: (a) fragmento inicial de dendrita, (b) crescimento da dendrita, (c) e (d) roseta e (e) globular. (Flemings, 1991).

- *Mecanismos de engrossamento*: "Ostwald ripening" e coalescência. Esses mecanismos estão presentes no material quando o mesmo é reaquecido ao estado semi-sólido antes da

conformação. Nos dois fenômenos há o desaparecimento de ramos dendríticos secundários e engrossamento dos primários, levando a globularização. O mecanismo de *Ostwald ripening* apresenta três modelos (figura 2.3) e consiste na dissolução de ramos menores, difusão de soluto no líquido e incorporação de soluto nos ramos mais grosseiros. Como resultado, tem-se a redução do número de ramos e aumento da distância entre eles.

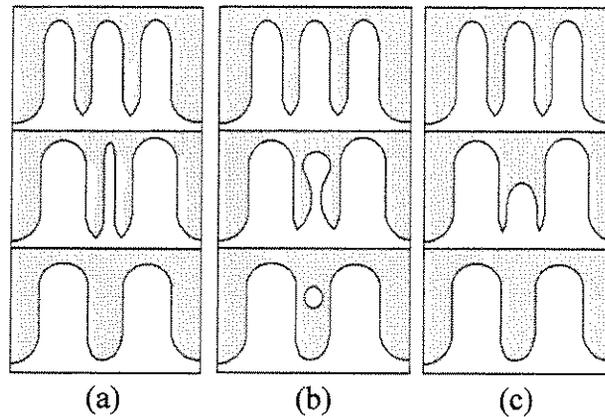


Figura 2.3. Mecanismo de Ostwald ripening. (Kattamis e Flemings 1967; Kahlweit, 1968).

Nos mecanismos de *coalescência*, ocorre aglomeração de ramos secundários (figura 2.4), devido à deposição preferencial de soluto em regiões com raio de curvatura negativo ou aproximação típica de superfícies e seu contato que resultam na supressão de superfícies de separação, levando a coalescência de dois ou mais braços, em um só de maior dimensão.

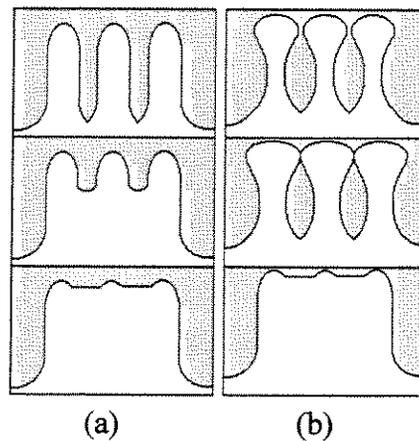


Figura 2.4. Ilustração do mecanismo de coalescência. (Kirkwood e Young, 1992; Genda, 1987)

Desta forma, o crescimento ocorre pela junção de dois ou mais braços dendríticos mas o fenômeno da globularização também está presente pois existe a necessidade de reduzir a relação área / volume.

2.4. Obtenção de refundidos por ultra-refino químico

Os processos de obtenção de estruturas não-dendríticas por ultra-refino pertencem à classe de processos que interferem na nucleação, pois aumentam a taxa de nucleação da fase primária tornando-a equiaxial, de menor tamanho e mais globular.

A adição de ligas refinadoras a ligas de alumínio é muito comum na prática comercial em indústrias de fundição. A adição de ligas de alumínio contendo diferentes combinações de titânio (Ti) e boro (B) é a mais comum e amplamente utilizada. A estrutura final, equiaxial e não-dendrítica é determinada por dois fatores interligados. O primeiro é a existência de substratos como $TiAl_3$ e TiB_2 no metal fundido que atuam como pontos de nucleação e o segundo é o crescimento dos cristais nucleados que afeta a nucleação de cristais na parte remanescente do volume em solidificação. O crescimento da interface sólido-líquido é controlado pelo super-resfriamento existente na interface, a saber, super-resfriamento térmico e constitucional que serão analisados mais profundamente adiante.

Os benefícios em se obter uma estrutura formada por grãos finos e equiaxiais oriundos de um processo de ultra-refino são:

- melhora das características de vazamento durante processos de DC (*direct chill*)
- distribuição uniforme e homogênea dos elementos
- redução da porosidade
- melhor eficácia de tratamento térmico
- melhores propriedades mecânicas e usinabilidade. (Cooper, 2002)

2.4.1. Fundamentos de nucleação homogênea e heterogênea

A nucleação de uma maneira geral, pode ser definida como uma nova fase obtida a partir de outra em posições específicas e caracterizadas por contornos bem definidos que a separam do meio que a gerou. Aspectos termodinâmicos e cinéticos de transformação determinam a nucleação. Quando o sólido é formado dentro do próprio líquido sem auxílio de um agente externo, dizemos que a nucleação é homogênea. Quando existe a ação energética externa, dizemos que ela é heterogênea. Na *nucleação homogênea*, o embrião que dará origem ao sólido somente sobrevive se sua energia livre total diminuir, assim, sugere-se que a nucleação homogênea se dá por meio da formação de embriões esféricos já que essa forma geométrica é a que apresenta a menor relação superfície/volume. Em um material puro, o raio crítico (R_C) e a energia livre crítica (ΔF_C) de um núcleo, podem ser obtidos pelas equações:

$$R_C = \frac{2 \cdot \sigma_{sl} \cdot T_f}{L \cdot \Delta T} \quad (2.1)$$

$$\Delta F_C = \frac{16 \cdot \pi \cdot \sigma_{sl}^3 \cdot T_f^2}{3 \cdot (L \cdot \Delta T)^2} \quad (2.2)$$

Onde,

σ_{sl} ...é a energia superficial sólido / líquido.

T_f ...é a temperatura de fusão do metal.

L ...calor latente de fusão.

ΔT ...super-resfriamento.

Assim, partículas que atinjam um raio $R > R_C$ constituem-se em núcleos estáveis que tem condições de crescer dentro da fase líquida, enquanto aquelas que apresentam $R < R_C$ são diluídas no líquido.

A *nucleação heterogênea* ocorre sob uma ação catalisadora de um agente externo num meio líquido. O agente catalisador pode ser partículas sólidas em suspensão no líquido, paredes de molde ou compostos inseridos propositadamente como refinadores de grão (inoculantes). Esses agentes atuam como facilitadores energéticos da nucleação, traduzido pelos altos valores de super-resfriamento observados.

Considerando que o núcleo surge na forma de uma calota esférica sobre um substrato plano conforme a figura 2.5.

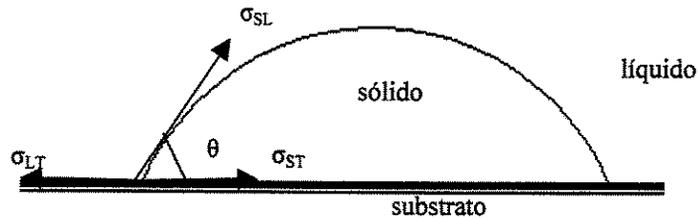


Figura 2.5. Calota esférica formada sobre um substrato.

Temos que:

σ_{SL} ...é a energia superficial sólido / líquido.

σ_{ST} ...é a energia superficial sólido / substrato.

σ_{LT} ...é a energia superficial líquido / substrato.

θ ... é o ângulo de molhamento entre o substrato e o embrião.

Em função desses parâmetros, é possível determinar as equações de raio e energia livre críticos:

$$R_c = \frac{2.\sigma_{sl}.T_f}{L.\Delta T} \quad (2.3)$$

$$\Delta F_c = \frac{16.\pi.\sigma_{sl}^3.T_f^2}{3.(L.\Delta T)^2.\frac{1}{4}(2-3\cos\theta+\cos^3\theta)} \quad (2.4)$$

Onde os parâmetros das equações são os mesmos das equações para nucleação homogênea, exceto a presença do ângulo θ . Assim, a medida que θ aumenta, a molhabilidade diminui até o valor de 180° onde a variação crítica de energia se torna a mesma que para a nucleação homogênea. (Garcia, 2001)

No caso específico deste trabalho, a liga Al-Ti-B fornece substratos para nucleação heterogênea formados de TiB_2 envoltos por uma camada de $TiAl_3$, responsáveis pela ação de refino.

2.4.2. Mecanismos de refino de grão

Com o objetivo de alcançar uma estrutura equiaxial é necessário reprimir o crescimento das estruturas colunares. Para tanto, duas condições devem ser obedecidas para um efetivo refino de grão. Primeiro, deve-se introduzir no material fundido, potentes substratos nos quais a nucleação heterogênea possa ocorrer. Segundo, as condições composicionais, térmicas e cinéticas do fluido devem ser tais que permitam aos substratos se tornarem ativos para nucleação formando uma rede de grãos equiaxiais. No entanto, o crescimento de grãos nucleados não deve ser muito rápido, caso contrário, os que formam primeiro rapidamente crescem e consomem núcleos menores que originariam futuros grãos. A teoria geral e completa de como ocorre o refino ainda não está totalmente formulada, porém, concorda-se que quando ligas refinadoras são adicionadas a banhos de ligas de alumínio, destacam-se partículas intermetálicas, mas, quais são essas partículas, suas características físico-químicas e suas reações subseqüentes dentro do banho, ainda está sendo estudado.

No centro do estudo do refino de grão, está necessidade de identificar e caracterizar os substratos intermetálicos de nucleação. Diante disso, surgem diversos problemas. Um substrato pode ser muito pequeno e não observável em microscópio óptico, pode ser confundido com outra fase intermetálica. Além disso, pode ter sido dissolvido parcialmente durante a reação peritética. Diante disso, existe uma necessidade crescente de desvendar e modelar de maneira definitiva o mecanismo de refino de grão. Para tanto, faz-se uso de microscopia ótica e de varredura para analisar as principais fases presentes num refinador de grão do tipo Al-5Ti-1B: aluminetos e boretos.

Conforme McCartney (1999), durante resfriamento em condições de equilíbrio, podem ser formadas fases que servirão de substrato do tipo $TiAl_3$, TiB_2 , AlB_2 , no entanto, ainda não está claro se a fase $(Ti, Al)B_2$ é estável ou metaestável e em que faixa de composição ela pode existir.

A figura 2.6. mostra uma micrografia da liga Al-5Ti1B utilizada neste trabalho. É possível observar claramente a fase de $TiAl_3$ mais grosseira e de maior dimensão. A fase de TiB_2 é visualizada como sendo a fase de menor dimensão espalhada pela matriz de alumínio.

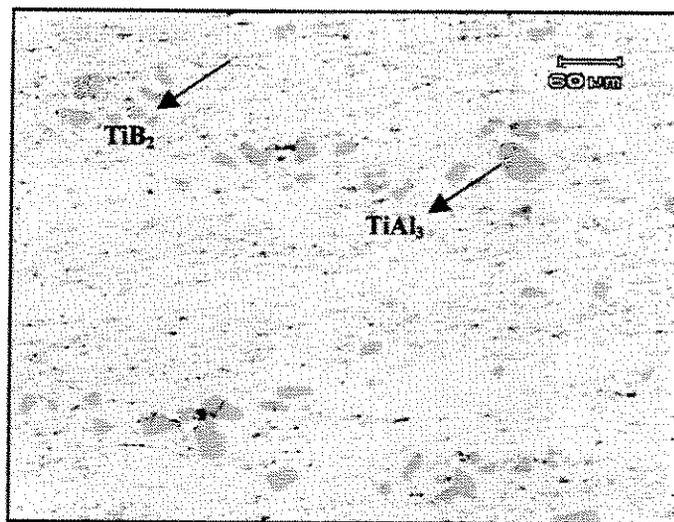
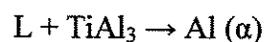


Figura 2.6. Micrografia de uma liga Al-5Ti-1B. (Cortesia: CBA - Votorantim)

Com o objetivo de explicar a ação dos refinadores, algumas teorias têm sido reportadas, como a “teoria peritética” de Crossley e Moldolfo (1951) e a “teoria carbeto-boreto” de Cibula (1949-50).

A *teoria peritética* atribui a ação da liga refinadora devido à ocorrência da reação peritética:



conforme a figura 2.7.

Se considerarmos a adição de níveis hiperperitéticos da liga Al-Ti, então se sugere que os cristais de $TiAl_3$ dissolvem no alumínio fundido proporcionando um efeito de refino que enfraquece ao longo do tempo. Uma melhor performance da liga Al-Ti-B, foi explicado devido ao

efeito do B no diagrama de equilíbrio Al-Ti. Sugere-se que o B desloque o ponto de reação peritética de 1,2 para valores menores, permitindo assim, a estabilidade termodinâmica dos aluminetos, mesmo com baixo teor de titânio (McCartney, 1989).

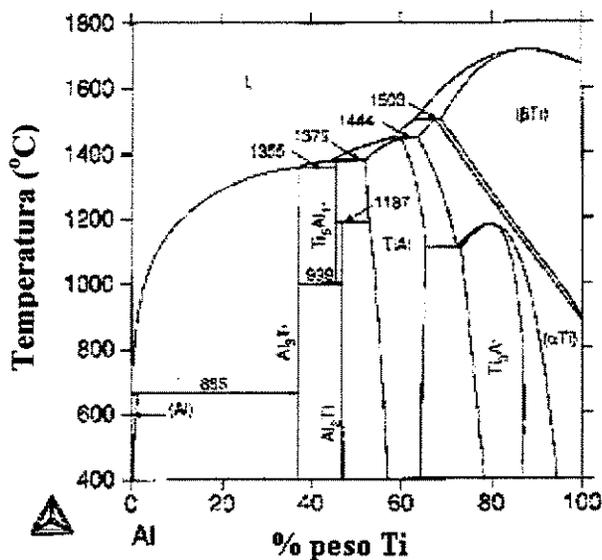


Figura 2.7. Diagrama de fase Al-Ti.

A teoria carbeto-boreto atribui o efeito refinador da liga Al-Ti à presença de TiC mesmo sem deliberar a adição de carbono, que pode formar o composto anterior com algumas centenas de ppm. Com adições combinadas de Ti e B, sugere-se que partículas de TiB_2 ajam como centros de nucleação heterogênea.

A eficiência da ação de refinadores de grão, especialmente ligas Al-Ti-B em ligas de alumínio, é um fato muito bem estudado e estruturado. Modificações com relação à morfologia e ao tamanho da fase primária têm sido reportados por muitos pesquisadores e interessantes resultados têm sido encontrados.

Kori et al (2000), testou vários refinadores de grão buscando uma otimização para a liga Al-7%Si. A melhora da performance do processo utilizando a liga Al-Ti-B ao invés da liga Al-B estudada anos antes, pensou-se ser devido à nucleação heterogênea da fase $(Al, Ti)B_2$ que é

isomorfa com AlB_2 e é esperado refinar da mesma maneira. Como o AlB_2 e o $(Al, Ti)B_2$ são isomorfos ao TiB_2 , espera-se que todos eles se comportem de maneiras similares para a nucleação do alumínio. No entanto, as ligas Al-B e Al-3Ti-3B que contém respectivamente, AlB_2 e o $(Al, Ti)B_2$ possuem uma eficiência maior em ligas Al-7%Si do que a liga Al-5Ti-B que contém TiB_2 e $TiAl_3$. O autor também observou que ligas Al-1Ti-3B são as que apresentam melhores resultados de refino, pois, ligas com maiores teores de Ti favorecem a interação entre este e o Si, reduzindo o efeito de refino, fortalecendo uma das teorias de Lee (1989) com relação ao aumento do tamanho de grão de ligas Al-Si com teores superiores a 3% de Si.

Um outro parâmetro importante que determina a eficiência de um refinador de grão, é o *tempo de contato* após a adição do mesmo no banho. Kearns and Cooper (1997), analisaram diversas ligas de alumínio e observaram que existe um tempo ótimo de contato que gera o menor tamanho de grão. Esse tempo varia de 2 a 10 minutos de acordo com a liga e comportamento geral, pode ser descrito de acordo com a figura 2.8.

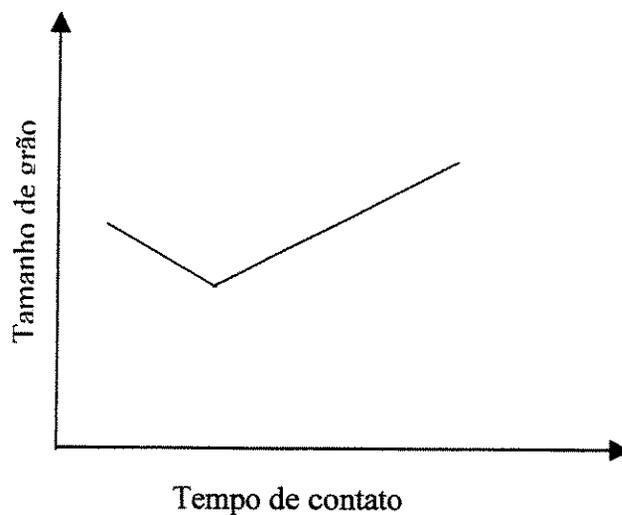


Figura 2.8. Relação entre o tamanho de grão e o tempo de contato do refinador de grão com o banho. (Adaptado de Kearns and Cooper, 1997)

Durante os estágios iniciais, observa-se uma queda no tamanho de grão até atingir o valor mínimo onde o tempo foi suficiente para a dissolução e ação total do refinador. Durante longos tempos, existe um aumento no tamanho de grão chamado de *fade* e que se torna mais evidente

após 20 ou 30 minutos. O fade é causado pela aglomeração de partículas de TiB_2 que possuem tendência em formar colônias. A tabela 2.1 apresenta alguns valores de tamanhos de grão mínimos (correspondente ao tempo de contato ótimo) de ligas de alumínio com seus respectivos tempos.

Tabela. 2.1. Tamanhos de grãos e tempos de contato ótimos de ligas de alumínio.

Liga	Tamanho de grão mínimo (μm)	Tempo de contato (min.)
99,85% Al	190	10
Al-1,1Mn	215	2
Al-0,4Si-0,7Mg	155	10
Al-2,5Cu	165	2

Lee et al (1999) e Kori (2000), observaram uma ação efetiva do refinador de grão a base de Al-5Ti-1B somente para teores de Si até 3% em alumínio com queda no valor do tamanho de grão, acima desse teor, o tamanho do grão cresce. O caso mais evidente ocorre em ligas Al-Si sem a presença de titânio, porém, pode ser observado para várias ligas hipoeutetóides conforme figura 2.9 (a).

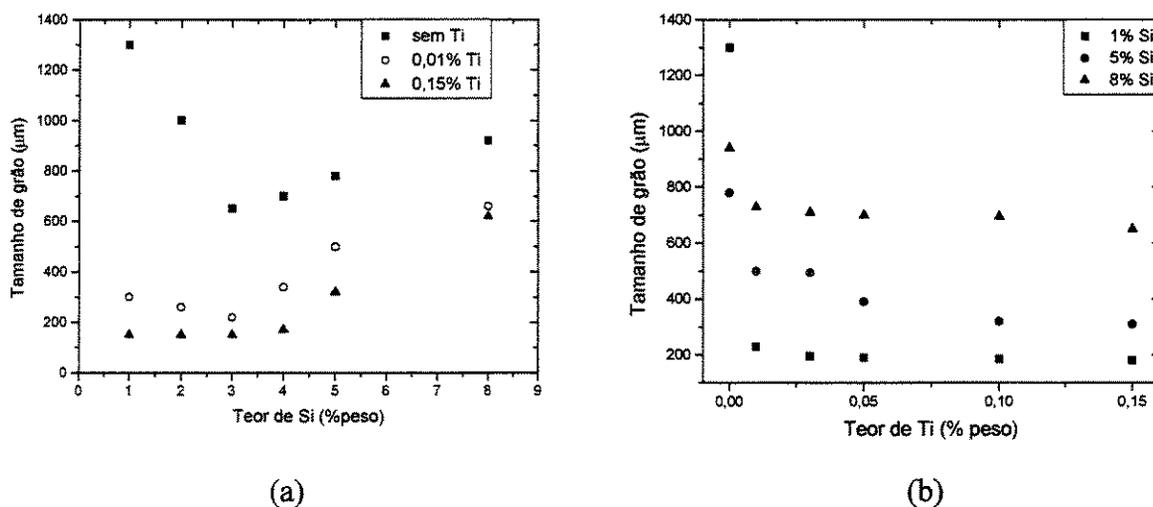


Figura 2.9. Influência do teor de silício e titânio no tamanho de grão de ligas Al-Si. (a) influência do Si e (b) influência do teor de Ti (Adaptado de Lee et al, 1999)

A explicação para o efeito acima de 3%Si ainda é objeto de estudo e várias teorias existem para explicar o fenômeno. Em ligas que apresentam Ti em sua composição, especula-se que a redução da faixa de solidificação com o aumento do teor de Si reduz o tempo para ação efetiva do

refinador, assim, temos que o tempo máximo em que se consegue o maior refino, refere-se à faixa de solidificação correspondente ao valor de 3%Si. Acima desse valor, não há tempo suficiente para a liga Al-Ti-B se dissolver e formar núcleos ativos, impossibilitando ou reduzindo a ação de refino do grão. Para ligas não-refinadas, também se especula que no valor de 3%Si exista uma transição da morfologia da fase primária de celular para dendrítica alterando o tamanho dos grãos, fato porém, ainda não totalmente explicado. Para ligas refinadas, a queda no tamanho de grão de ligas com 1 a 3%Si é menos sensível, porém, ao acrescentar mais silício, observa-se o mesmo comportamento com aumento do tamanho de grão. Para este caso, especula-se que as partículas nucleantes podem ser afetadas pela interação entre o Si e o Ti, ou seja, o produto desta interação cobre a superfície do $TiAl_3$, reduzindo a eficiência do mesmo e dificultando ou impedindo a ação do refino. Na figura 2.9 (b) tem-se o efeito do silício na estrutura da liga. Observa-se que as ligas desse estudo apresentaram refino máximo dos grãos com 0,01% de Ti. Mantendo-se num patamar sem evolução do tamanho de grão mesmo com a contínua adição de refinador Al-5Ti-1B. Com relação ao Si, observa-se um aumento evidente do tamanho de grão com o aumento deste teor, conforme explicado anteriormente.

2.5. Macro e Microestruturas Reofundidas

As macroestruturas de metais reofundidos são bastante específicas quanto ao aspecto de tamanho de grão. O que se observa é uma redução do tamanho do grão nas ligas reofundidas em comparação às ligas fundidas convencionalmente, no entanto, dependendo da rota utilizada, esse fenômeno pode não ocorrer. Como exemplo, pode-se citar o método de obtenção de reofundidos por tratamento térmico de Fusão Parcial Controlada (Robert, 1993), onde pode ocorrer um aumento do tamanho de grão dependendo do tipo de aquecimento utilizado (forno elétrico ou indução) esperando-se um maior tamanho de grão em sistemas com baixa taxa de aquecimento. A figura 2.10 apresenta a macroestrutura da liga A356 reofundida produzida por agitação eletromagnética. É possível observar no caso sem agitação cada grão formado por dendritas e na medida que a potência aumenta, a fragmentação é maior e cada uma das partes da dendrita forma um novo grão, agora de dimensão bem menor. Isto confirma a ação dos mecanismos de agitação

que aumentam a ocorrência da multiplicação cristalina, além da ação da fragmentação induzida pelo fluxo gerado no metal semi-sólido.

Os processos que envolvem interferência na nucleação apresentam uma estrutura mais globular, pois nestes casos, há formação de rosetas, ocorrendo uma intensa nucleação de sólidos, que rapidamente resfriados, chegam à temperatura ambiente mais globulares. Os processos que interferem no crescimento, já são mais limitados, pois permitem, embora em baixa escala, a formação de estruturas dendríticas que em geral não são totalmente quebradas.

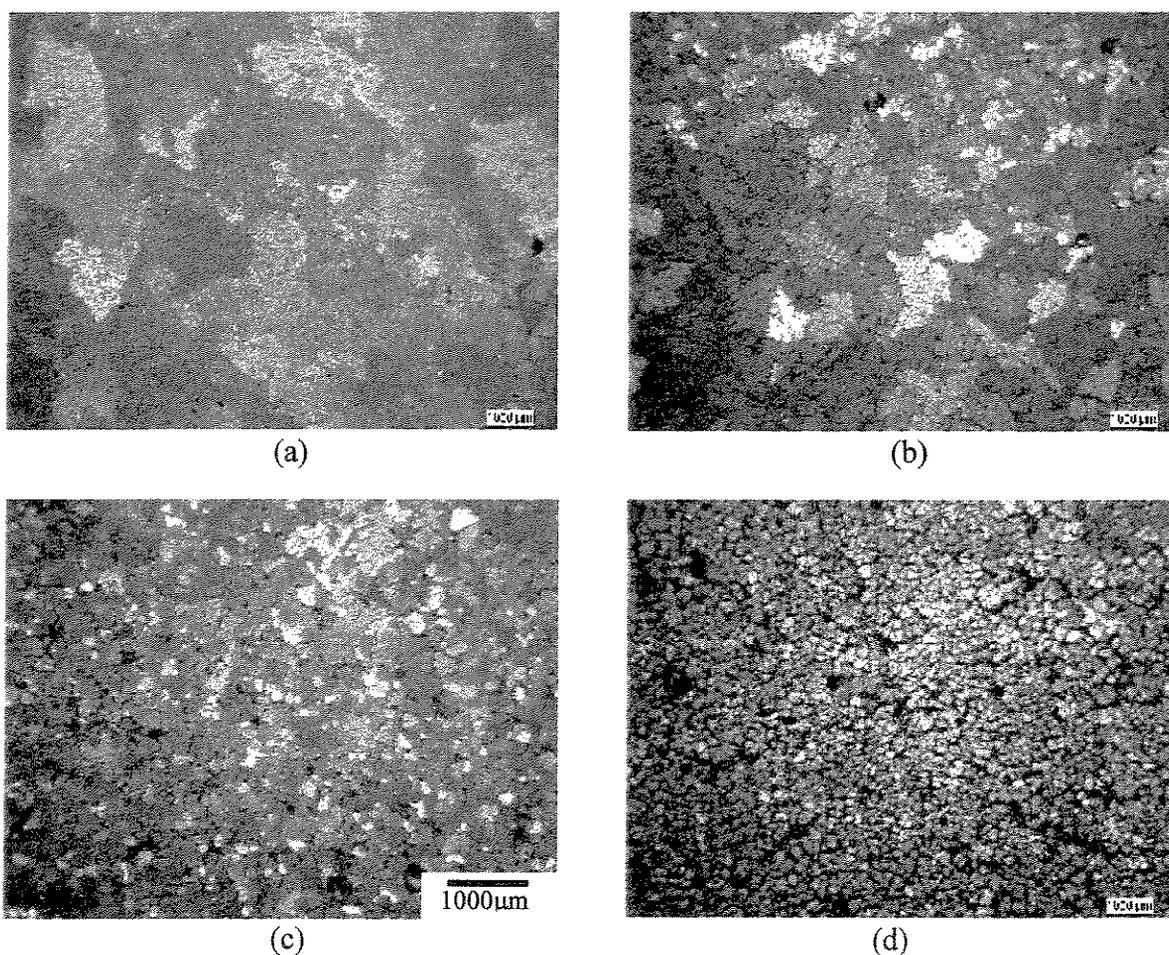


Figura 2.10. Macroestruturas da liga A356 produzidas por agitação eletromagnética. ((a) fundida convencionalmente; (b) 600W; (c) 900W; (d) 1200W). (Zoqui, 2000)

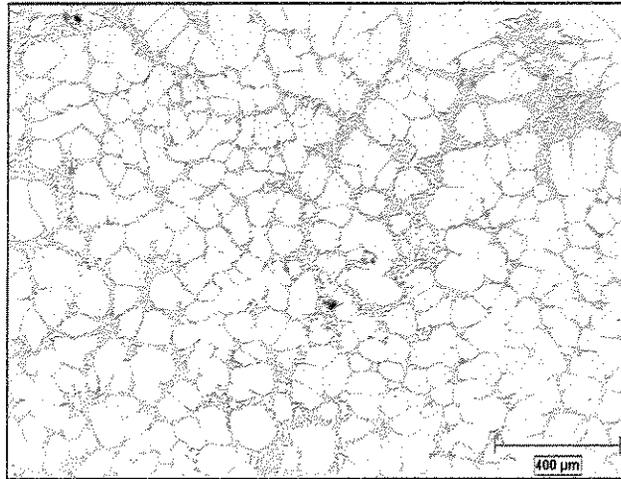


Figura 2.11. Microestrutura da liga A356 reofundida por EMS. (Zoqui et al, 2000).

Desta maneira, como exemplo em casos que há agitação, a microestrutura final bruta é conhecida como estrutura pré-reofundida, formada por dendritas fragmentadas, mas que se reaquecidas ao estágio semi-sólido, se tornam globulares (Figura 2.11).

As ligas reofundidas por agitação, reaquecidas ao estágio semi-sólido e submetidas a um resfriamento rápido, apresentarão à temperatura ambiente uma estrutura globular e homogeneamente distribuída, podendo apresentar poças de eutético no interior dos glóbulos. Já as ligas reofundidas não-reaquecidas e submetidas a um resfriamento lento, podem apresentar ainda uma estrutura dendrítica, porém fina saindo dos glóbulos, principalmente nos contornos, não ocorrendo à morfologia do tipo roseta.

Nos processos de fusão parcial controlada, que partem de estruturas previamente dendríticas, apresentam um bom desempenho quanto à formação de glóbulos, devido a forte ação de fenômenos de engrossamento, porém podem ser formadas poças de eutético no interior dos glóbulos devido à fusão de ramos dendríticos (Figura 2.12).

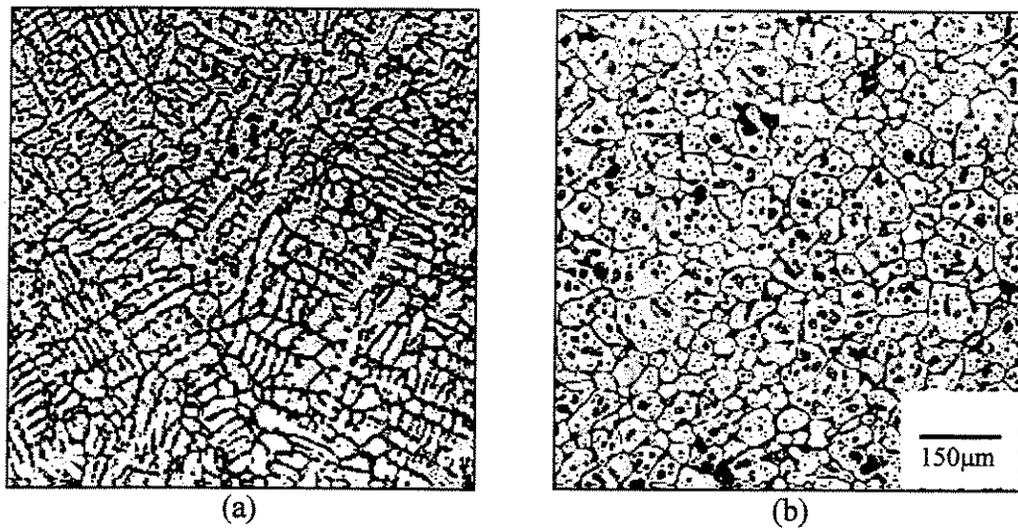


Figura 2.12. Microestruturas da liga Al-4,5 Cu: (a) estado de fundição convencional (estrutura dendrítica) e (b) no estado reofundido. (Zoqui, 1995).

O uso de refinadores de grão, também pode gerar estrutura globular, porém a ação isolada destes não promove a globularização total (Paes, 1999). A figura 2.13 apresenta as microestruturas das ligas Al-4,5Cu fundida convencionalmente com adição do refinador de grão, Al-5Ti-1B e com agitação eletromagnética e refinador de grão.

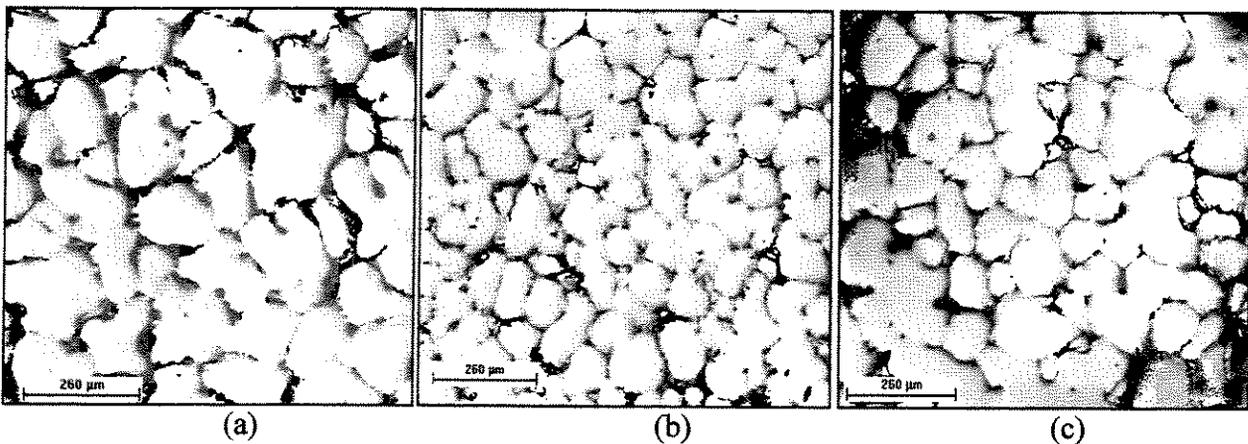


Figura 2.13. Liga fundida convencionalmente com adição de refinador de grão (a) e com agitação eletromagnética e refinador de grão (b) e somente agitação eletromagnética (c). (Paes, 1999).

Observa-se que a estrutura não é totalmente globular (a) com fator de forma¹ igual a 2,13 (o fator de forma é uma medida que indica o quanto esférico é um grão ou glóbulo. É definido como sendo a área de uma esfera perfeita pela área que está sendo analisada). Porém, a ação da agitação eletromagnética aliada ao uso do refinador, promove uma globularização ainda maior, levando o fator de forma a um valor de 1,72 (b). Utilizando agora somente a agitação eletromagnética, sem o uso do refinador de grão, observa-se que a globularização ainda é maior comparado com o uso isolado do refinador, com fator de forma igual a 1,75 (c).

A figura 2.14 (a) apresenta a liga A356 obtida por agitação eletromagnética com potência de 900W. Como pode-se observar, a estrutura não é totalmente globular e necessita ser reaquecida ao estágio semi-sólido para a globularização e para proceder o processo de tixoconformação propriamente dito. A fim de globularizar a estrutura, esta amostra foi tratada termicamente a 580° C por 600s e foi obtida a estrutura (b).

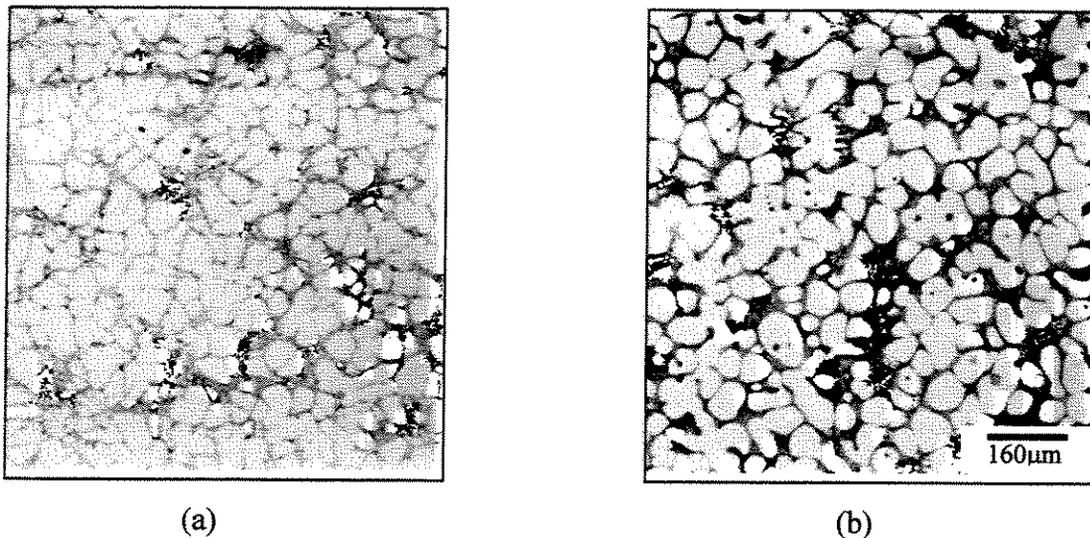


Figura 2.14. Micrografia da liga A356 obtida por agitação eletromagnética a 900W (a) e após tratamento térmico de 600s a 580° C (b). (Paes, et al, 2002)

A figura 2.15, mostra a liga A356 com diferentes estruturas: em a) observa-se a estrutura dendrítica de um material fundido convencionalmente; em b) uma liga produzida por agitação eletromagnética com 1200W de potência, aonde pode-se observar a estrutura extremamente

¹ Fator de forma é calculado como sendo $4\pi A/P^2$. Onde A é a área e P o perímetro do glóbulo.

fragmentada, chamada de pré-reofundida; em c) observa-se uma liga reofundida, submetida a um tratamento térmico para completa globularização à temperatura de 580° C, por 600s. Para processos de tixoconformação a estrutura ideal é a apresentada em (c), pois é a que apresenta estrutura mais homogênea e mais globular.

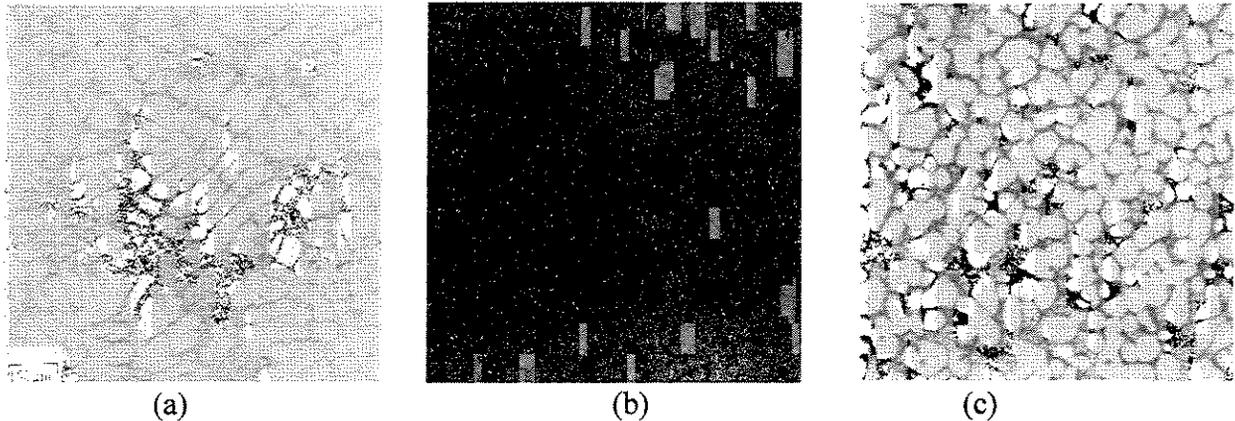


Figura 2.15. Evolução microestrutural da liga A356. (Paes, M., 2000)

Um ponto importante no processamento de materiais no estado semi-sólido é a morfologia e a porcentagem de fase líquida, pois ela define as características de escoamento do material. Analisando as microestruturas apresentadas na figura 2.15, observa-se que o eutético em (c) é bem mais fino do que em (b), devido principalmente à taxa de resfriamento imposta ao lingote que em (c) foi maior. Desta forma, por apresentar uma estrutura mais globular, o escoamento da pasta será facilitado durante o tixoprocessamento. Stucky et al (1998) e Gullo (2000), também observaram este comportamento trabalhando ligas A356 produzida pela Pechiney francesa e AA6082.

Trabalhos como de Jung (2000), Jung e Kang (2000), Choi, (1999), mostram as características morfológicas de semi-sólidos sob aquecimento indutivo. Paes (2002), comparou o tipo de aquecimento (indutivo e resistivo) na microestrutura da liga A356. Amostras tratadas em fornos resistivos apresentaram maior tamanho de glóbulo e maior contigüidade (conexão entre os glóbulos) do que as tratadas em fornos indutivos. Especula-se que a homogeneidade do aquecimento como a taxa de aquecimento imposta, influenciam na diferenciação de propriedades.

Um outro ponto importante está no estudo morfológico da fase primária e estudos em 3 dimensões dos grãos (Kral, 2000). Este estudo é importante para avaliar a interação entre os grãos durante o processamento no que diz respeito a possibilidade de interconexão entre os mesmos. Se tal fato ocorrer e em grande escala pode-se ter dificuldades durante o processamento pois uma rede de grãos coalescidos (conectados) pode necessitar de maiores forças para a conformação. Ito et al (1991), analisando a liga Al-6,5%Si produzida por agitação mecânica e submetida a tratamentos térmicos, demonstrou, através da caracterização de seções em corte a cada 40 μ m e em seguida, da montagem dos pseudo-glóbulos no volume em 3D a real morfologia dos glóbulos (figura 2.16).

Foram observadas formas variadas desde esféricas quase perfeitas, até estruturas distorcidas com formas complexas. Além disso, foi observada também a formação de aglomerados de partículas primárias devido à intensidade da agitação. Agitações muito rigorosas podem promover esse tipo de fenômeno em algumas situações, reduzindo a qualidade do produto final.

Sannes et al (1996), com base no trabalho de Ito et al (1991), analisou as orientações das partículas que formavam os aglomerados encontrados no trabalho anterior. Foi observado que a orientação predominante entre as partículas formadas em aglomerados, são contornos de baixo ângulo. Além disso, também foi analisada a orientação entre os aglomerados, não existindo uma orientação preferencial. Isto significa que neste caso, um grão pode ser formado por vários glóbulos e que cada grão seria representado por um aglomerado de partículas.

A formação de aglomerados, também foi observada por Bartos-Tausig (1998). Paes et al(2000), também observou a formação de partículas primárias em 3D para as ligas A356 e AA2024 onde cortes sucessivos de 20 em 20 μ m foram realizados em várias amostras reofundidas obtidas por agitação eletromagnética e em seguida montado um modelo em 3D. Desta forma, foi possível observar a evolução estrutural da fase primária que se mostrou uma mistura de núcleos esféricos interconectados e estruturas alongadas provenientes de ramos dendríticos que não foram totalmente fragmentados.

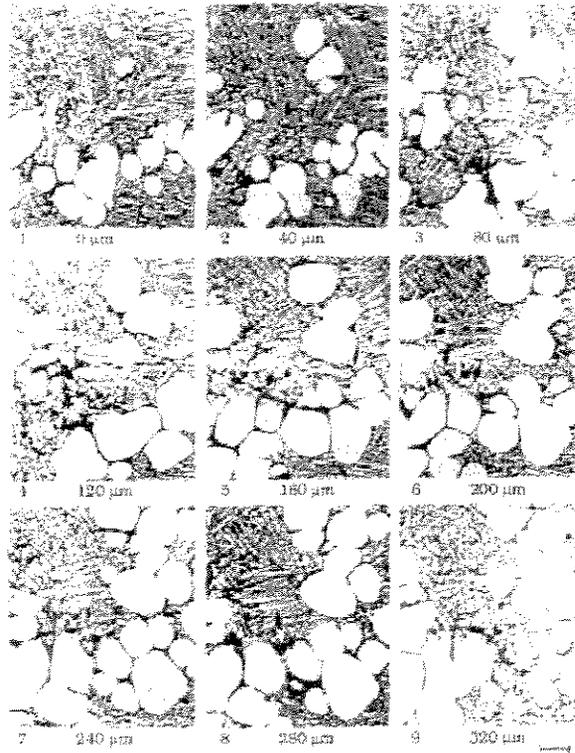


Figura 2.16. Micrografias ilustrando uma série de seções sucessivas da liga A356 (Ito et al, 1991)

A figura 2.17 apresenta os cortes sucessivos da liga A356 obtida por agitação eletromagnética em 2D. Os cortes foram realizados de 20 em 20 μm . A figura 2.18 apresenta o modelo da mesma amostra em 3D. É possível observar a complexidade da estrutura. Observam-se grãos alongados e fragmentos interdendríticos conectados.

Especula-se que a interconexão entre os grãos/glóbulos observados, pode interferir no escoamento do material nos posteriores processos de tixoconformação (Niroumand, B. et al, 2000), porém, uma análise mais detalhada é necessária para concluir tal fato com exatidão. Zoqui, (2001), investigou o comportamento reológico de ligas Al-Si produzidas por agitação eletromagnética e observou a influência da interconexão dos glóbulos na viscosidade aparente desse material.

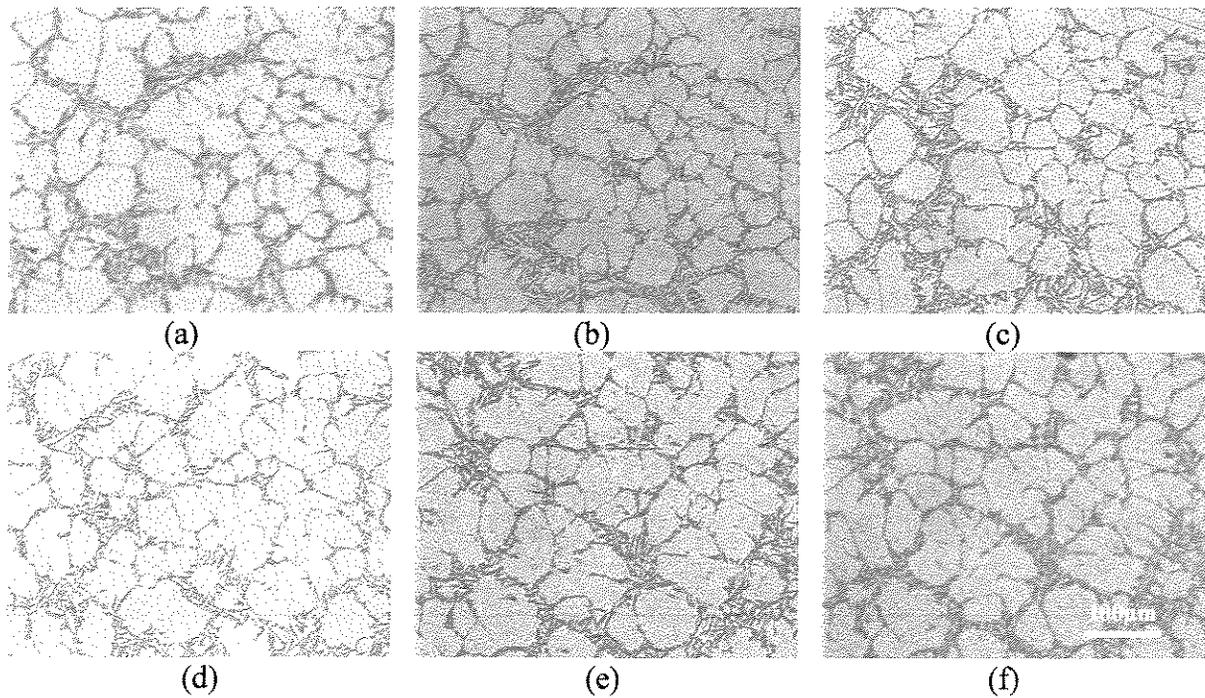


Figura 2.17. Cortes sucessivos de 20 em 20 μ m da liga AA356 produzida por EMS. (Paes, 2000)

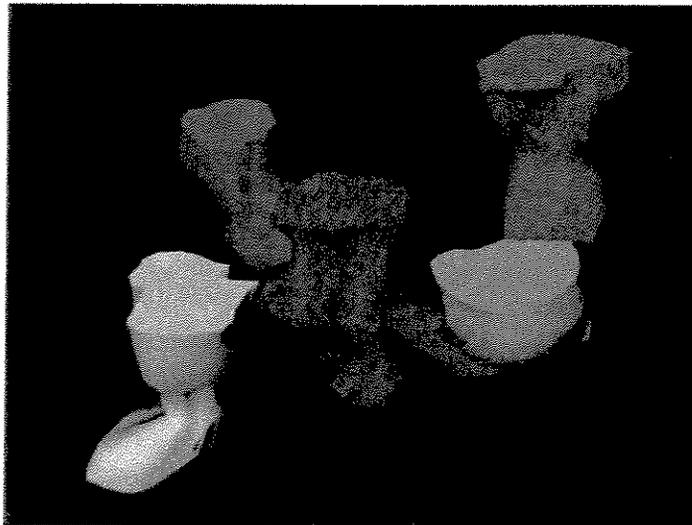


Figura 2.18. Modelo em 3D da liga A356 produzida por agitação eletromagnética. (Paes, 2000)

2.6. Reologia e características de escoamento

As características reológicas dos materiais refundidos estão diretamente relacionadas com sua estrutura globular imersa em líquido. Esta estrutura lhes confere um comportamento no

escoamento, de um material não-ideal e inelástico, ou seja, um material que apresenta deformação por escoamento viscoso não-Newtoniano do tipo visco-inelástico. Fluidos não-Newtonianos apresentam um comportamento no escoamento onde a relação tensão aplicada e conseqüente deformação não são lineares como ocorre em fluidos Newtonianos (viscosidade constante para qualquer tensão). Esta relação é dada pela tensão de cisalhamento entre camadas do fluido e o gradiente de velocidade entre elas. Para fluidos não-Newtonianos, o parâmetro comumente utilizado para definir seu comportamento é a viscosidade aparente. O comportamento de escoamento, representado pela viscosidade aparente, é, portanto dependente da tensão aplicada. Além disso, as pastas reofundidas apresentam escoamento tixotrópico, significando que a viscosidade aparente além de depender da tensão aplicada depende também do tempo de aplicação da carga.

De maneira geral, a viscosidade pode aumentar (fluido reopéxico) ou diminuir (fluido tixotrópico) em função do aumento ou diminuição da tensão, da taxa de cisalhamento e do tempo de aplicação da carga. Este comportamento peculiar da pastas reofundidas pode ser relacionado com sua estrutura interna. Moore 1951, apresentou a relação viscosidade aparente / estrutura interna do fluido. Para altas tensões aplicadas, estruturas internas fortemente coesas podem se tornar desorganizadas apresentando como conseqüência baixa viscosidade aparente. De maneira oposta, reduzidas tensões não conseguem romper as coesões estruturais, resultando em altos valores de viscosidade aparente. No caso de pastas metálicas reofundidas, o tipo provável de coesão estrutural presente, é a interação entre as partículas sólidas globulares, que apresentam alta tendência de aglomeração, facilitando o fenômeno da coalescência. Isto explica os resultados obtidos por Spencer (1972), relacionando valores de viscosidade aparente e fração sólida presente na pasta, para diferentes taxas de cisalhamento aplicadas.

A figura 2.19 apresenta este comportamento. Pode ser observado que a viscosidade é muito baixa para baixas frações sólidas e aumenta drasticamente quando uma determinada fração sólida é atingida. Pode ser observado também que para frações sólidas inferiores a 40%, a viscosidade é inferior a 10 poise. Podemos ainda observar que a viscosidade é fortemente dependente da taxa de cisalhamento, caracterizando o fluido não-Newtoniano.

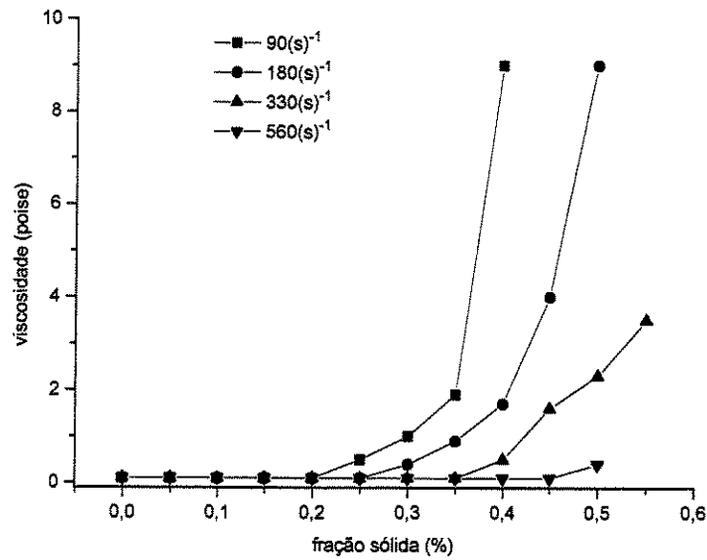


Figura 2.19 Variação da viscosidade da liga Pb-15Sn em função da fração sólida na pasta refundida para diferentes taxas de cisalhamento. Spencer (1972).

Outro exemplo de comportamento reológico correlacionado com a microestrutura do material é mostrado na figura 2.20. As mais altas viscosidades são obtidas quando a liga é continuamente resfriada. Nestes casos, a causa é a existência de dendritas residuais e rosetas no material. A viscosidade então cai com o aumento da taxa de cisalhamento como com outras pastas pseudoplásticas devido à quebra dos aglomerados. No estado estacionário (onde a taxa de deformação é constante por períodos longos), a viscosidade é menor do que a obtida durante resfriamento contínuo porque os núcleos sólidos são mais esféricos. Mesmo neste caso, a viscosidade é muito dependente da taxa de cisalhamento: a viscosidade aumenta para taxas de cisalhamentos altas devido à formação de aglomerados. Porém, se a taxa de cisalhamento é bruscamente mudada, a estrutura leva algum tempo para se ajustar para a nova taxa imposta (característica de pastas tixotrópica) e a viscosidade cai para um valor inferior ao obtido no estado estacionário.

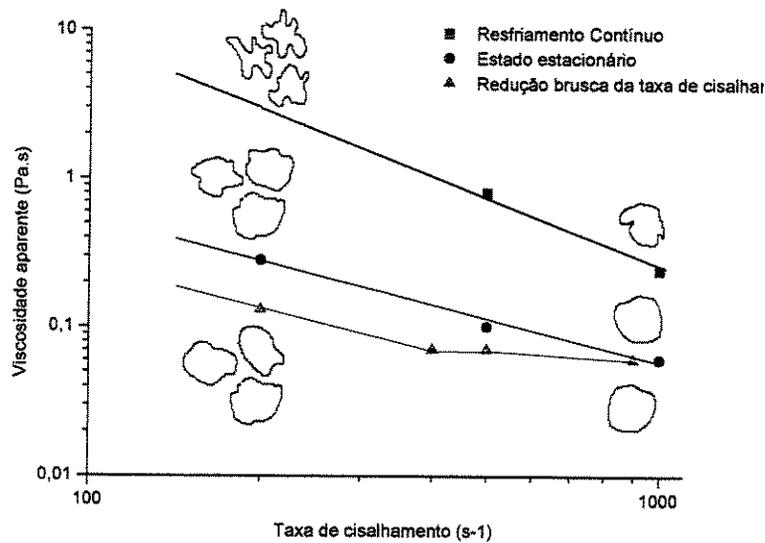


Figura 2.20. Viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento para a liga Al-6,5Si com 0,4 de fração sólida. (Ito et al, 1991)

Esta formação de aglomerados pode ser melhor visualizada na figura 2.21 em baixa e alta taxa de cisalhamento. Observa-se que em alta taxa de cisalhamento (900s^{-1}) a aglomeração de partículas é maior do que em baixas taxas (180s^{-1}), conforme explicado anteriormente.

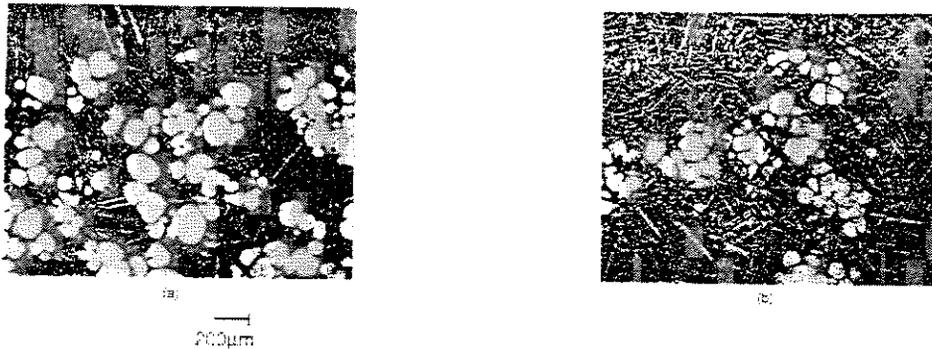


Figura 2.21. Micrografias da liga Al-6,5Si com uma fração sólida de 0,2 agitada isotermicamente com taxas de (a) 180s^{-1} e (b) 900s^{-1} . (Ito et al, 1991)

Testes de compressão a quente podem ser utilizados para determinação da viscosidade da pasta, correlacionando a curva tensão-deformação com a viscosidade aparente de materiais no estado semi-sólido. O fluxo de materiais semi-sólidos pode ser determinado em termos de sua resposta à deformação, evolução microestrutural e através de modelos matemáticos para todas as faixas de fração sólida e em diversas taxas de deformação (Kapranos, et al., 2001). Destes, dois

tipos podem ser citados: primeiro, modelos baseados em viscosidade aplicáveis à pasta com fração sólida até 0,6. Estes materiais são fluidos não-Newtonianos. Segundo, o modelo de viscosidade mais simples que é baseado na Lei *Ostwald-de-Waele Power (Power Law)* e relaciona a viscosidade aparente com a taxa de cisalhamento:

$$\mu = m.\gamma^{n-1} \quad (2.5)$$

onde,

$n-1$é a medida da pseudoplasticidade da pasta. Seu valor é normalmente negativo, indicando o comportamento de queda da viscosidade com o aumento da tensão de cisalhamento.

μé a viscosidade aparente.

γé a taxa de cisalhamento.

mconstante determinada experimentalmente.

Laxmanan (1980), aplicou o modelo de *Power Law* em pastas refundidas submetidas a ensaio de compressão a quente num viscosímetro de placas paralelas e conseguiu correlacionar a curva tensão-deformação com a viscosidade aparente.

Na realidade, os dados da curva tensão deformação que são utilizados, dependem do método escolhido para análise, no caso de Laxmanan (1980) que trabalhou com tempos longos, ele parte somente da curva deformação de engenharia *versus* tempo. Em função desses dados, são determinados os parâmetros m e n da equação e calculada a viscosidade aparente. A figura 2.22 traz os dados respectivos à liga Sn-15Pb. Novamente, é possível observar uma queda na viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento, característica básica de fluido não-Newtoniano. Laxmanan ainda utilizou equações para materiais Newtonianos e observou pouca diferença em comparação com o modelo *Power Law*. Para se ter uma boa aproximação dos valores de viscosidade aparente e taxa de cisalhamento do material semi-sólido, a utilização do modelo Newtoniano é satisfatória e foi o modelo adotado para a realização deste trabalho.

Modigell (2001) e Kim (2000), analisaram equações matemáticas e realizaram simulações computacionais comparando com modelos Newtonianos e não-Newtonianos e concluíram que este último pode ser utilizado como uma boa aproximação para cálculos de viscosidade aparente.

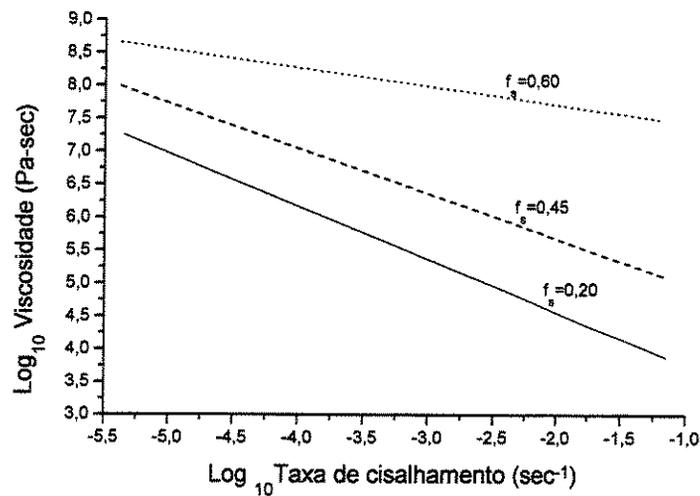


Figura 2.22. Viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento de acordo com *Power Law*.
(Adaptado de Laxmanan, 1980)

A dedução do modelo Newtoniano é simples. Através do ensaio de compressão em placas paralelas obtém-se a curva deformação de engenharia (e) por tempo (t) onde:

$$e = 1 - \frac{h}{h_0} \quad (2.6)$$

onde,

h_0 ...altura inicial do corpo de prova

h ...altura instantânea do corpo de prova

A pressão de compressão P é dada por:

$$P = \frac{F \cdot h_0}{v \cdot (1 - e)} \quad (2.7)$$

onde,

v...volume da amostra (constante)

F...força aplicada

A derivação original para a equação que define a separação por placas paralelas foi aplicada para um viscosímetro por Gearhart e Kennedy:

$$F = -\frac{3 \cdot \mu \cdot v^2}{2 \cdot \pi \cdot h^3} \left(\frac{dh}{dt} \right) \quad (2.8)$$

onde,

μ ...é a viscosidade do material

v...volume do corpo de prova

h...altura instantânea do corpo de prova

t...tempo

Integrando a equação 2.8 de $h=h_0$ no $t=0$ temos:

$$\frac{1}{h^4} - \frac{1}{h_0^4} = \frac{8 \cdot \pi \cdot F \cdot t}{3 \cdot \mu \cdot v^2} \quad (2.9)$$

É possível agora isolar a força nesta equação e substituí-la em 2.7 ou simplesmente rearranjá-la para termos a definição da equação que descreve o modelo Newtoniano que é descrito por:

$$\mu = \left(\frac{8\pi F}{3V^2} \right) \left(\frac{1}{H^4} - \frac{1}{H_0^4} \right)^{-1} t \quad (2.10)$$

onde,

μ ...viscosidade aparente (Pa.s)

F...força instantânea (N)

V...volume do corpo de prova (m^3)

H...altura instantânea do corpo de prova (m)

H_0 ...altura inicial (m)

t...tempo (s)

Para determinação da viscosidade aparente, utilizou-se também o modelo de Gearhart e Kennedy:

$$\gamma = -\frac{6.r.z}{h^3} \left(\frac{dh}{dt} \right) \quad (2.11)$$

onde,

r...é a distância radial a partir do centro do corpo de prova

z...é a distância vertical a partir da linha de centro

A taxa de cisalhamento média é encontrada através da integral em volume:

$$\gamma = \frac{2.\pi}{v} \int_0^R \int_0^{h/2} \lambda.r.dr.dz \quad (2.12)$$

Combinando as duas equações e integrando temos,

$$\gamma = -\frac{R}{2.h^2} \left(\frac{dh}{dt} \right) \quad (2.13)$$

onde ,

R...raio da amostra no tempo t

Combinando essa equação com a equação 2.8 e usando $v=\pi R^2.h$ tem-se:

$$\dot{\gamma}_{AV} = -\left(\sqrt{\frac{V}{\pi}} \right) \left(\frac{\delta H}{2H^{2.5}} \right) \quad (2.14)$$

onde,

$\dot{\gamma}_{AV}$...taxa de cisalhamento (s^{-1})

V...volume do corpo-de-prova (m^3)

H...altura (m)

$\delta H/\delta t$...taxa de compressão (m/s)

Ferrante et al (1999), determinou a viscosidade aparente de semi-sólidos através de testes de indentação, ou seja, a amostra é aquecida até a temperatura semi-sólida desejada e em seguida, é aplicada a carga através de um indentador. A resposta do teste é uma curva força *versus* profundidade de indentação que é correlacionada para cálculo de viscosidade aparente segundo a equação adaptada de Streicher:

$$\mu = \frac{m' \cdot [(1 - \nu^2)F]}{2\pi^{1/2} \cdot R \cdot V} \quad (2.15)$$

onde,

μviscosidade aparente

m'constante

νcoeficiente de Poisson

F.....carga

R.....raio do indentador

V..... $d\varepsilon/dt$ (ε = deformação)

Os autores observaram que comparando as amostras dendríticas e reofundidas, a viscosidade é menor para as reofundidas quando se trata da mesma taxa de indentação analisada, obviamente devido à microestrutura globular deste tipo de material. Além disso, também observamos dentro de uma mesma condição (dendrítica ou reofundida), que o aumento da taxa de indentação reduz a viscosidade aparente do material dentro da mesma fração sólida. A caracterização reológica das ligas semi-sólidas também pode ser realizada através de testes de extrusão considerada um dos melhores métodos para caracterização de viscosidade aparente de semi-sólidos, Gullo (2000). Neste trabalho, o autor correlaciona o parâmetro contigüidade² com tempo de globularização e com a força de extrusão e discute o aumento da força com a interconexão entre os glóbulos. O autor observou um aumento do valor da contigüidade com o

² Contigüidade é definida como sendo a razão entre a quantidade de contato sólido-sólido pela quantidade total de contatos entre os glóbulos. (Gullo, 2000)

tempo de globularização, afinal, com tempos mais longos tem-se maior ocorrência dos fenômenos de engrossamento e coalescência tornando a estrutura mais interconectada. Kang et al (1999), realizaram testes de compressão a quente em ligas A356 reofundidas. O autor apresenta e compara curvas tensão-deformação de metais com estrutura globular (caracterizados como semi-sólido) e materiais com comportamento de sólido. A figura 2.23 apresenta essa comparação. Para o material no estado sólido observa-se um aumento da tensão com o aumento da deformação. Isso ocorre devido aos já conhecidos fenômenos de deformação plástica e encruamento do material que geram o aumento da tensão. Para o material no estado semi-sólido, o comportamento é bem diferente. Na fase de (A) até (B), ocorre a deformação dos grãos sólidos e densificação da estrutura (ficando ocultos alguns contornos de glóbulo), não havendo vestígios de fluxo de líquido. De (B) até (D), inicia-se o fluxo de fluido fazendo com que a tensão caia. Assim, é possível observar porosidades devido à presença daquele.

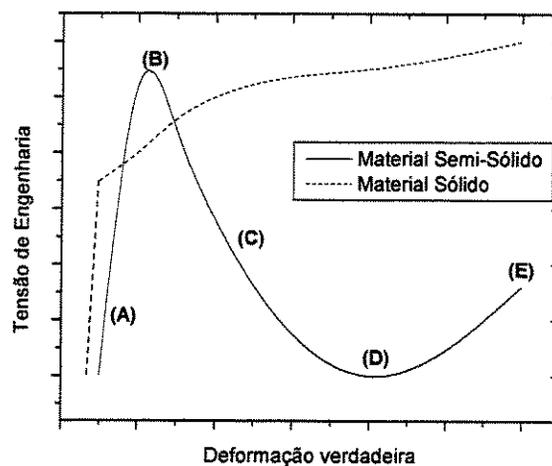


Figura 2.23. Curvas típicas tensão-deformação para semi-sólidos e sólidos. (Adaptada de Kang et al, 1999)

O fluxo de líquido para a superfície da amostra é estabilizado, restando somente, grãos sólidos na parte central da mesma. Agora a tensão volta a subir devido à deformação de grãos sólidos presentes, o comportamento agora, volta a assemelhar-se a de um sólido. Este fato pode ser melhor apresentado pela figura 2.24, onde é possível observar as fases presentes num corpo de prova sendo comprimido a quente no estado semi-sólido.

A fase representada por (1) na figura anterior, representa a região sólida que é deformada ao redor da matriz. O componente da região líquida, gradualmente migra para a superfície da peça após uma taxa de deformação crítica (3), este fenômeno reduz a tensão da peça.

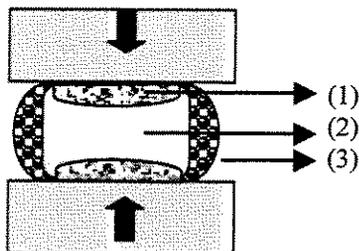


Figura 2.24. Diagrama esquemático de compressão a quente.

Com o aumento da deformação a tensão aumenta somente para a região sólida que está em contato com a matriz. Isto ocorre porque a temperatura do semi-sólido é menor do que a temperatura inicial ao redor da matriz durante a transferência de calor. Na região central indicada por (2) está de fato, a região semi-sólida da amostra. Kang et al (1999), também concluiu que com o aumento da taxa de deformação aumenta também a ocorrência de macro-separação, ou seja, a peça apresenta várias irregularidades de forma, devido à alta taxa de deformação aplicada resultante do rápido fluxo de líquido para a superfície da amostra. Isto faz com que a amostra literalmente “estoure”.

2.7. Ligas Al-Si e Al-Si-Mg

O silício é o segundo elemento mais abundante presente no alumínio, originado da sílica ou silicatos na bauxita. Ele é também um dos mais comuns elementos de liga do alumínio que concede fluidez na fundição e boas propriedades mecânicas, através de compostos que permitem que a liga seja tratada termicamente. O sistema é um eutético simples, no qual as fases em equilíbrio são Al e Si (figura 2.25.). A solubilidade sólida do silício no Al é mostrada na tabela 2.2.

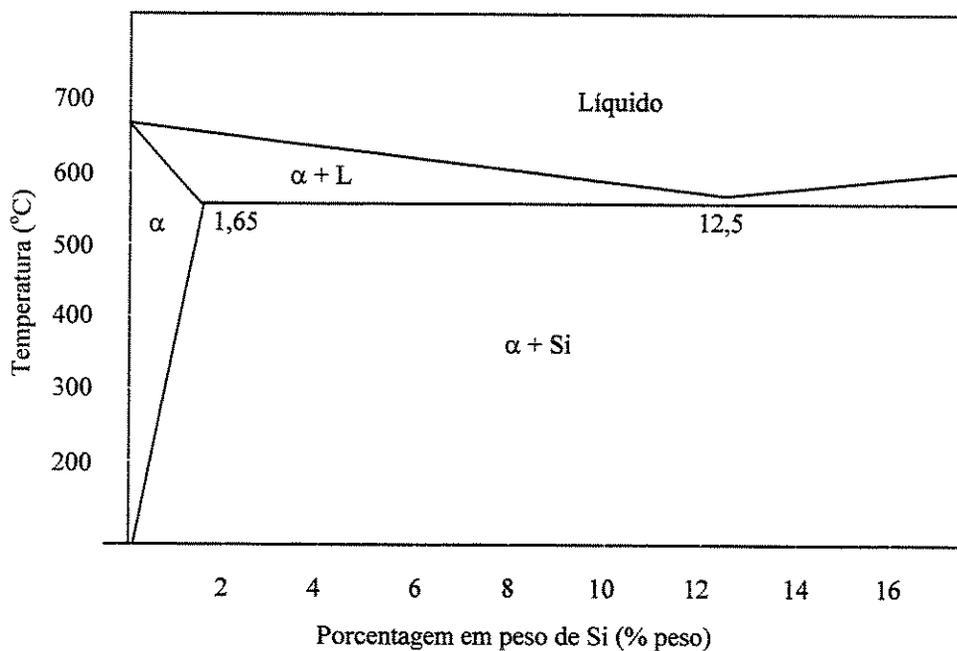


Figura 2.25. Diagrama de fase da liga Al-Si. (Mondolfo, 1976)

Considerando o resfriamento rápido a partir do metal líquido, aumenta-se a solubilidade do Si no Al para 16%Si e muda o ponto eutético para 17%Si. A temperatura de transformação eutética é geralmente aceita como 850K, mas a composição do ponto eutético tem sido reportada na faixa de 11,7 a 14,5%Si, como o valor mais provável como sendo 12,5%Si.

Tabela 2.2. Solubilidade sólida de silício no alumínio.(Mondolfo, 1976)

Temperatura (K)	Solubilidade	
	%wt	%at.
850	1.65	1.58
825	1.30	1.25
800	1.10	1.05
750	0.70	0.67
700	0.45	0.44
650	0.25	0.24
600	0.10	0.10
550	0.04	0.04
500	0.01	0.01

A estrutura das ligas com composição próxima à do eutético é mais influenciada pela taxa de resfriamento do que pelo teor de silício; resfriamento rápido favorece a formação de silício primário na forma acicular; resfriamento lento aumenta a quantidade de eutético.

O principal motivo pela qual o silício é inserido no alumínio para produção de ligas é devido à sua expansão térmica (além da melhora da fluidez), esse elemento compensa a contração da liga quando ocorre a solidificação. A expansão térmica é reduzida: a queda é mais linear e o coeficiente que é $25 \times 10^{-6} \text{m/m/K}$ na faixa de 300-700K para o alumínio puro, se transforma em 20×10^{-6} em 10%Si e 12×10^{-6} para 40%Si. Devido à diferença nos coeficientes de expansão, a tensão térmica gera uma liga de “duas fases”, que pode alcançar valores acima da tensão de escoamento e levar a uma falha por fadiga térmica. A mudança em volume na solidificação cai linearmente até alcançar um valor zero em 25%Si. A viscosidade a temperatura constante, alcança um valor máximo no limite de solubilidade (1,65%Si) e cai mesmo depois da composição eutética.

2.7.1. Propriedades das ligas Al-Si-Mg

As propriedades mecânicas de ligas binárias dependem menos da composição do que da forma e distribuição das partículas de Si. Pequenas, arredondadas e uniformemente distribuídas, as partículas de Si podem levar a um comportamento de alta ductilidade associado com alta resistência (Ogris, 2002). Cristais de silício aciculares podem levar a um aumento da resistência, mas uma queda na ductilidade, resistência ao impacto e fadiga, pode ser observada. A fratura começa nas partículas de silício, mas somente após a matriz ter sido deformada.

A figura 2.26 mostra a mudança nas propriedades como função do teor de Si. O tratamento térmico tem um efeito limitado nas propriedades: há algum aumento na resistência, porém é menor do que pode se ganhar no trabalho a frio. A resistência de ligas Al-Si cai muito rapidamente com o aumento da temperatura. O alongamento alcança um valor máximo próximo a temperatura *solidus* e em seguida cai rapidamente. O aumento no módulo de elasticidade é linear até alcançar 90GN/m^2 em 30%Si. O aumento da resistência à fluência não é substancial, no entanto, a estrutura original e a pureza são importantes (Mondolfo, 1976).

Resistência à fadiga é baixa, principalmente quando cristais de Si primário aciculares estão presentes. O silício não tem efeito decisivo no refino de grão durante a solidificação do alumínio,

mas afeta apreciavelmente a fragilidade a quente na fundição e na soldagem. Fragilidade a quente alcança um valor máximo no limite de solubilidade sólida onde o intervalo entre a *solidus* e a *liquidus* é máximo. Em seguida, cai até alcançar um mínimo na composição eutética.

O silício diminui a plasticidade do alumínio. Acima de 700° C, as ligas apresentam superplasticidade. Este efeito é provavelmente devido a esferoidização e coalescimento de Si que ocorre em altas temperaturas. O efeito do Si na recristalização é variado, provavelmente devido à interação do Si com outros elementos.

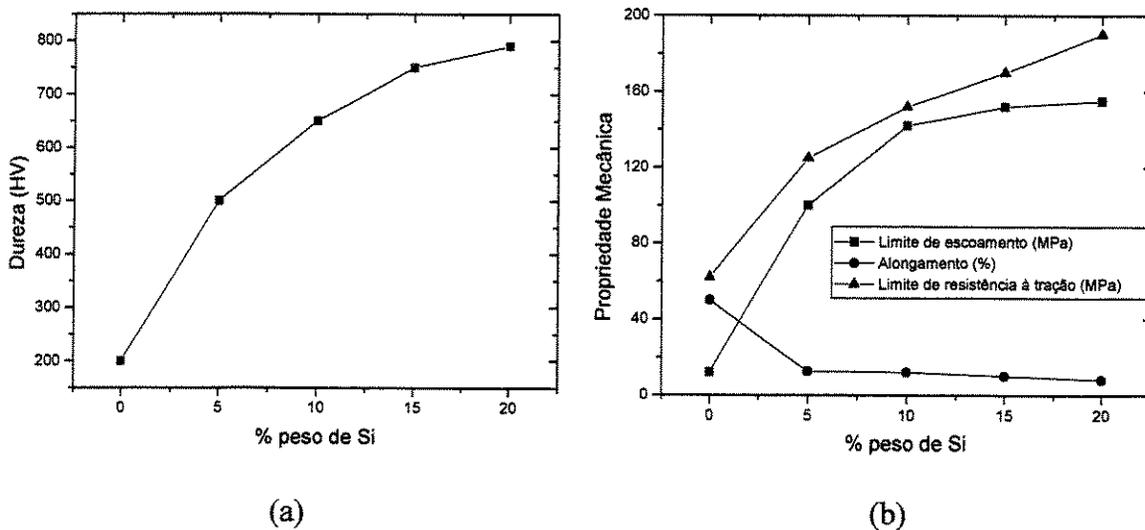


Figura 2.26. Propriedades mecânicas versus teor de Si.(Adaptado de Mondolfo, 1976)

2.7.2. Estruturas de solidificação de ligas alumínio-silício

As ligas Al-Si geram aproximadamente 90% de todos os produtos fundidos de alumínio. A razão para a ampla utilização das ligas da série 3XXX.X é devido à atrativa combinação entre

propriedades e geralmente excelente comportamento durante preenchimento de moldes. Propriedades mecânicas, resistência à corrosão, usinabilidade, fluidez e soldabilidade, são consideradas as mais importantes.

Do ponto de vista de aplicações, as ligas da série 3XXX.X podem ser subdivididas em:

- ligas tratadas
- ligas não-tratadas termicamente

que podem conter magnésio, cobre, níquel sozinhos ou combinados. Algumas composições químicas das ligas mais comuns são apresentadas na tabela 2.3 e suas características físicas na tabela 2.4.

Tabela 2.3. Composição das ligas alumínio-silício mais comuns.(ASM Metals Handbook, 1992)

Composição Nominal (%)						
Liga	Produto	Si	Mg	Mn	Cu	Outros
A355.0	A,P	5.0	0.5	0.50	1.2	0,15Ti
A356.0	A,P	7.0	0.35	0.35	-	-
A357.0	A,P	7.0	0.6	0.03	-	0.15Ti
B443.0	A,P	5.2	-	0.50	-	-

A-fundida em molde de areia; P-em molde permanente.

As propriedades das ligas alumínio-silício são fortemente dependentes do processo de fundição usado, das adições de elementos para modificação do eutético, da estrutura granular e do silício primário e do tratamento do metal líquido para remoção de hidrogênio e para remover inclusões.

-Estrutura granular: em geral, estruturas com pequenos grãos equiaxiais são desejadas em fundidos da liga Al-Si porque eles melhoram alguns atributos de fundição como a resistência na formação de trincas a quente e porque melhoram a maioria das propriedades mecânicas e características do acabamento superficial. A melhora nas propriedades mecânicas resulta num aumento da segurança para trabalho do material, devido à homogeneidade de uma estrutura equiaxial fundida comparada com uma estrutura não-uniforme formada por grãos colunares. Quanto mais homogênea a estrutura, menor é a segregação e defeitos como porosidade. Nestas ligas, constituintes intermetálicos são mais bem distribuídos e, além disso, menos nocivos. O principal fator na qual, a redução do tamanho de grão leva ao aumento da resistência à formação de trincas a quente é a redução da temperatura de coerência (Flemings, 1970); no entanto, no caso de ligas alumínio-silício, a combinação de larga fração volumétrica de eutético líquido e baixa

temperatura de vazamento significam, na prática, que ligas de fundição contendo mais que 5%Si já exibem uma baixa tendência à formação de trincas comparada com a liga Al-4,5%Cu.

Baixa contração e porosidade são justificadas pelo refino de grão, embora seja necessária mais evidência na literatura. Afinal, quanto mais refinada a fase α , menor a formação dendrítica (braços secundários e terciários) e desta maneira reduz-se a formação de poros.

Tabela 2.4. Características de alguns produtos de ligas Al-Si. (ASM Specialty Handbook)

Liga	Características de fundição			Características do produto		
	Resist. trincas à quente	Fluidez	Trincas de solidificação	Resistência corrosão	Usinagem	Polidez
Molde Permanente						
355.0	1	2	2	3	3	3
A356.0	1	2	1	2	3	3
A357.0	1	2	1	2	3	3
B443.0	1	1	2	2	5	4
Molde areia						
355.0	1	1	1	3	3	3
A356.0	1	1	1	2	4	5
A357.0	1	1	1	2	3	4
B443.0	1	1	1	2	5	5

(1) melhor resultado, (5) pior resultado

Nas ligas alumínio-silício, o impacto mais direto e quantificável de redução no tamanho de grão são a distribuição mais uniforme de porosidade de gases e colônias de eutético. Para o mesmo conteúdo de hidrogênio, existe uma redução mensurável no volume de porosidade de gás num fundido com grãos refinados do que com não-refinados. A reduzida fração volumétrica de porosidade de gás, é também estudada para melhorar a resistência ao crescimento de trincas de fadiga.

- *Controle da estrutura granular*: a redução no tamanho de grão, é devido a uma eficiente nucleação heterogênea da fase alumínio- α . Isto pode ser conseguido através de uma melhor eficiência do fenômeno de multiplicação cristalina utilizando forças mecânicas ou outras que gerem fluxo no material para “quebrar” os braços dendríticos, na prática, aditivos químicos

podem ser utilizados para a nucleação necessária. Outros fatores que afetam o tamanho de grão em materiais fundidos são:

- a composição da liga: alguns elementos tendem a refinar a estrutura granular. Ex: Fe.
- taxa de resfriamento: altas taxas de resfriamento produzem grãos menores.
- gradiente de temperatura do banho: diferentes temperaturas do banho, geram grãos de diferentes dimensões considerando a taxa de resfriamento constante.
- método de fundição: tipo de molde, temperatura de vazamento, sistemas contínuos ou intermitentes podem gerar estruturas granulares distintas.

Os aditivos químicos disponíveis comercialmente são em sua maioria a base de ligas-mãe de alumínio.

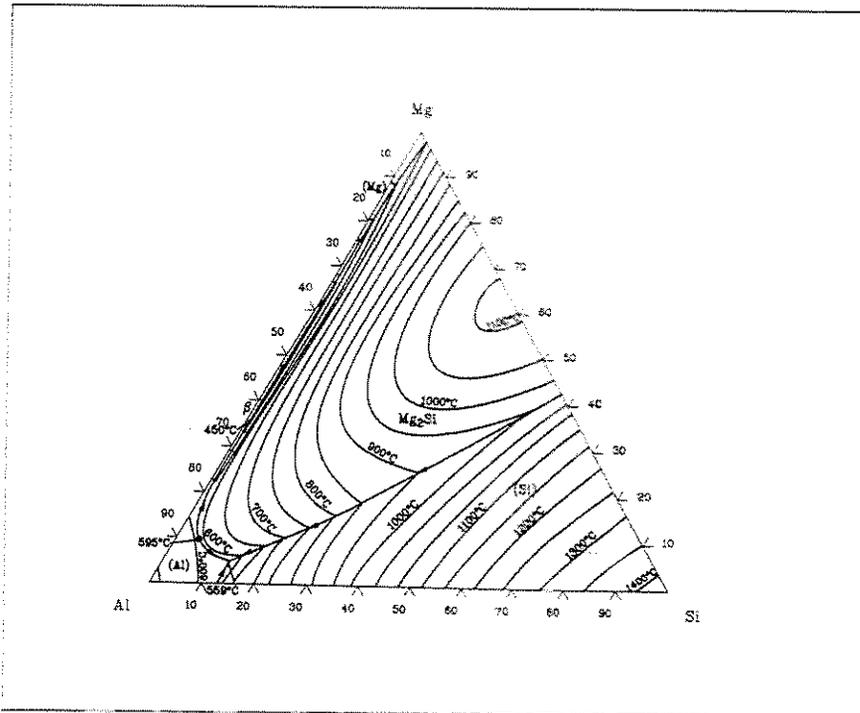
- *Modificação do silício*: esta uma prática simples para refinar a estrutura eutética, assim como a estrutura granular de ligas Al-Si (Kliauga, 2002; Jung, 2001). Uma grande melhora nas propriedades mecânicas é garantida com a integridade microestrutural quando o silício eutético é refinado com arsênio, antimônio e enxofre. O tratamento mais usual e efetivo é modificar a estrutura da fase do silício, embora ocasionalmente pode ser aumentada a susceptibilidade à porosidade. A modificação ocorre naturalmente sob rápidas taxas de solidificação. Elementos do grupo I e IIa da tabela periódica e os elementos terra-rara, são modificadores, mas somente o sódio e o estrôncio produzem uma forte modificação em concentrações baixas requeridas para aplicações comerciais. Ambas ações modificantes transformam os flocos de silício eutético em formas fibrosas produzindo uma estrutura com aumento do limite de resistência à tração, ductilidade, dureza e usinabilidade. (ASM Handbook, 1990; Polmear, 1980)

- *Fluidez*: Um dos principais atributos das ligas alumínio-silício é sua excelente fluidez, ou seja, a habilidade para preencher uma cavidade de molde. Fluidez é uma característica complexa que é influenciada pela tensão superficial, viscosidade, faixa de solidificação da liga e outros. Modificadores químicos reduzem a capacidade de fluidez, apesar do fato de que todos os modificadores químicos em uso reduzem a tensão superficial. Esta anomalia é devido à influência do filme óxido superficial que pode aumentar a tensão superficial do alumínio puro. Além disso, a maioria dos modificadores de ação superficial (Na), reduz a fluidez em cerca de 10%, enquanto

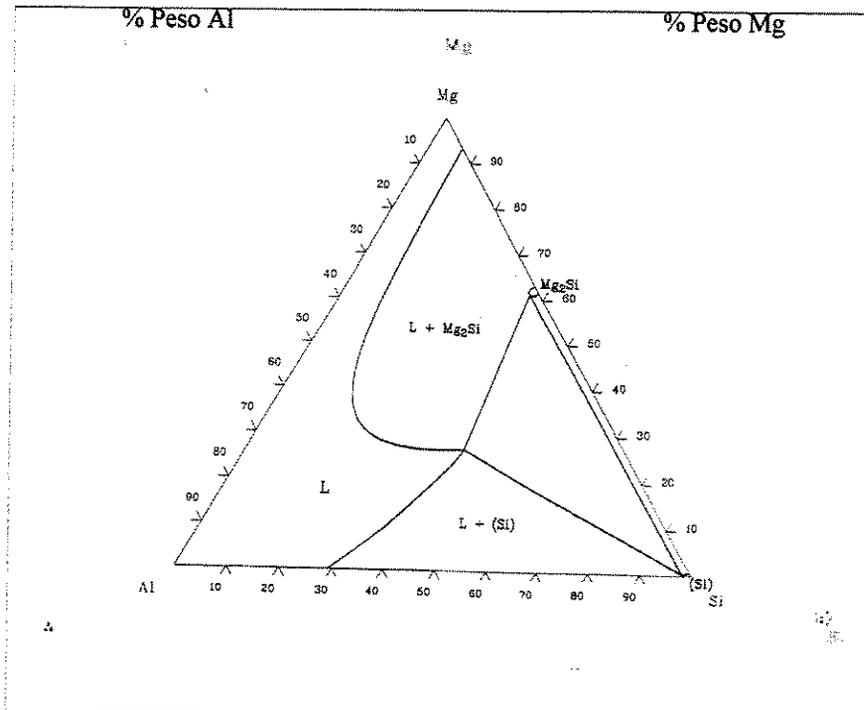
que as evidências mostram que ligas modificadas com estrôncio apresentam a mesma fluidez do que a mesma liga não-modificada.

As ligas Al-Si-Mg apresentam um diagrama ternário relativamente simples. O composto Mg_2Si está em equilíbrio com o alumínio e existe uma linha quase-binária Al- Mg_2Si na razão de Mg:Si de 1,73. As fases Si, Mg_5Al_8 e Mg_2Si não diferem da estequiometria prevista nas reações. Quando em solução no alumínio, o magnésio e o silício tendem a se aglomerar para formar o Mg_2Si . A solubilidade sólida do Mg_2Si no alumínio é reduzida levemente pela presença de silício em excesso acima da razão Mg:Si igual a 1,73 mas, um aumento do teor de Mg, reduz bruscamente a solubilidade. Em condições fora do equilíbrio, existe uma tendência de segregação local na qual, cristais de Si podem aparecer em ligas onde todo Si deveria estar na forma de Mg_2Si . A tensão superficial de ligas ternárias diminui com adições de silício e magnésio. O magnésio expande os parâmetros de rede da estrutura do alumínio, enquanto que o silício contrai. As ligas próximas ao binário Al- Mg_2Si têm praticamente o mesmo coeficiente de expansão térmica. Para aquelas mais ricas em magnésio o coeficiente é maior do que para aquela com maiores teores de Si. A figura 2.27 apresenta alguns diagramas de fase ternários de ligas Al-Si-Mg. A figura 2.27(a) apresenta a projeção da linha *liquidus*. Observam-se os grandes campos respectivos as fases (Si), Mg_2Si e um pequeno campo para a fase (Al). Na figura (b) tem-se uma isoterma respectiva a temperatura de 800°C.

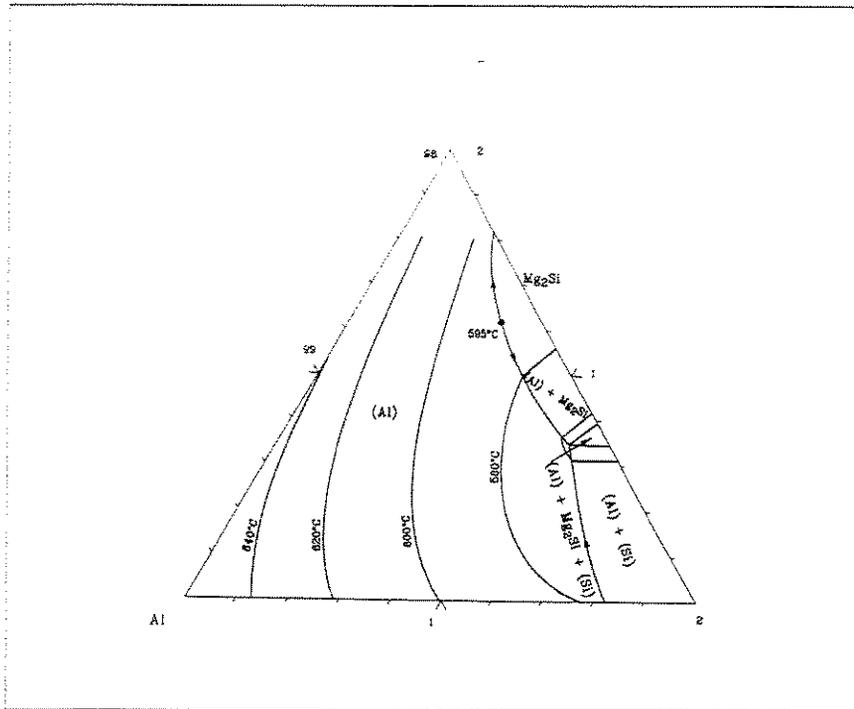
Na figura 2.27 (c) tem-se a projeção da linha *solidus*. Em destaque, a região de coexistência das fases (Al) + (Si) + Mg_2Si , que estão presentes em grande parte das ligas estudadas neste trabalho a temperatura ambiente. Nas faixas semi-sólidas, dependendo da liga, pode-se ter regiões onde existem fase α rica em alumínio mais fase Mg_2Si e fase α mais Si. Detalhes maiores serão vistos no capítulo 4. As aplicações destas ligas já foram citadas no capítulo 1.



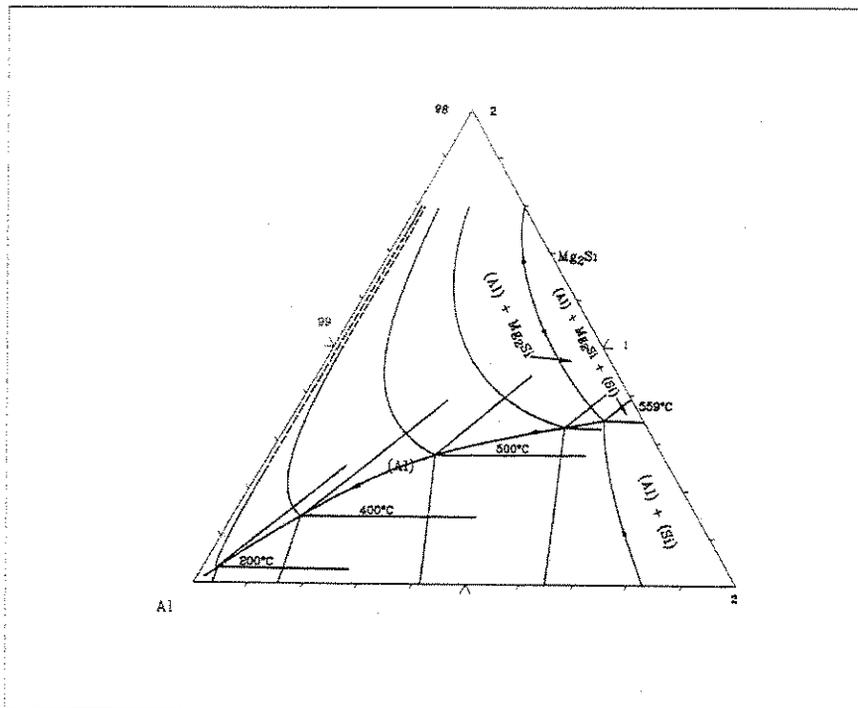
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 2.27. Diagramas ternários Al-Si-Mg. (a) projeção da *liquidus*; (b) isoterma a 800° C; (c) projeção da *solidus*; (d) projeção da *solvus*. (ASM International, 1993)

2.8. Tixoconformação

2.8.1. Considerações gerais

A conformação de metais é normalmente realizada no estado totalmente sólido (ex: forjamento) ou no estado totalmente líquido (ex: fundição). Ainda que a conformação de metais no estado sólido apresente alta performance, este desempenho está associado com várias etapas de processos que envolvem alto custo de máquinas e ferramental, além do alto consumo de energia. Por outro lado, a fundição oferece a possibilidade de se produzir formas complexas, porém, sem a alta performance mecânica obtida para os produtos processados por conformação do estado sólido.

A conformação de metais no estado semi-sólido é um processo eficiente na produção *near net shape* devido às suas atrativas vantagens sobre processos convencionais de fundição. Nos últimos anos, tem ocorrido um crescente desenvolvimento de processos de conformação nesta área. Esse processo permite combinar a formabilidade de metais líquidos com a qualidade de metais processados no estado sólido além de reduzir o número de etapas no processo desde a matéria prima, até o produto final. Além disso, permite a redução de custos substanciais para processos de forjamento e aumento da confiabilidade e da qualidade dos fundidos. No entanto, metais solidificados convencionalmente não podem ser usados para a tixoconformação, pois se aquecido à região semi-sólida, este apresentaria uma rede de dendritas envoltas por uma fase líquida que levaria a formação de trincas a quente e zonas de segregação. Assim, não seria possível a produção de partes com qualidade. (Fiorini et al, 1994; Kang, 2003)

A tecnologia de lingotamento contínuo com agitação eletromagnética tem sido bastante desenvolvida, e a fabricação de lingotes com uma estrutura globular homogênea tem obtido altos índices de produtividade. A utilização de sistema de indução para reaquecer o lingote, tem se mostrado um método eficiente com alta velocidade de resposta. Assim, os lingotes reofundidos podem ser processados utilizando máquinas de injeção ou tixoconformação verticais ou horizontais. A utilização de ligas de alumínio no processamento semi-sólido é muito grande,

podendo ser citadas as ligas A356 e A357 que estão sendo comercializadas para a fabricação de componentes automotivos.

2.8.2. Rota do processamento de semi-sólidos

A produção *near-net-shape* busca o caminho mais curto para alcançar o formato desejado e no caso do processamento semi-sólido, consiste em utilizar um material de partida no estado totalmente líquido ou no estado sólido que ao ser processado, se transforma no componente com a forma final. Tecnologias de fundição de metais iniciam da fase líquida ao passo que, processos de deformação envolvem o material no estado sólido. Por outro lado, temos a metalurgia do pó onde o material de partida é também um sólido, porém, com tamanho muito pequeno comparado com a matéria-prima de forjados ou extrudados. O processamento de semi-sólido muda o paradigma, estando o material de partida no estado semi-sólido e como se sabe, mudanças de paradigma levam muito tempo para penetrar na “cultura metalúrgica”, isto é regra.

Uma rota é um esqueleto dos tópicos que devem ser abrangidos para total otimização e comercialização do processo. Aqui eles são apresentados em cinco etapas que são discutidas em seguida, para o processo de conformação de semi-sólidos. A figura 2.28. ilustra a seqüência do processo de análise.

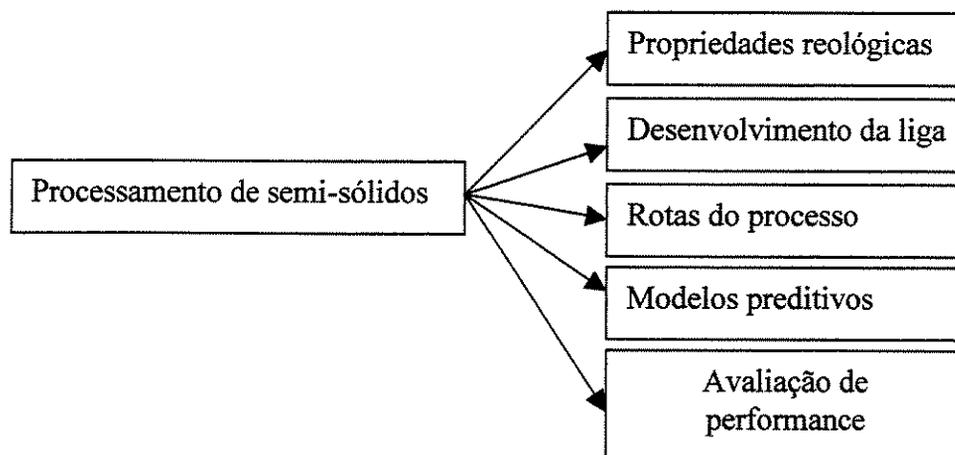


Figura 2.28. Fluxograma mostrando a rota para fabricação de semi-sólidos. (Apelian, 2000)

- *propriedades reológicas*: durante o processamento, as forças aplicadas são transmitidas ao longo do volume da mistura expulsando o líquido da matriz sólida. Como o líquido é comprimido e a fração volumétrica local varia, a viscosidade da mistura também varia. No limite da compressão, a mistura se comporta como um sólido e a viscosidade não se torna importante. Partículas que permanecem conectadas por muito tempo, podem ser soldadas devido à difusão térmica e assim, alterando a estrutura. Além disso, a geometria de fluxo afeta o comportamento reológico da pasta; as paredes sólidas e os detalhes geométricos da matriz podem induzir movimentos relativos entre a matriz líquida e partículas em suspensão, levando a uma separação de fases e aglomerados de partículas. A resposta do material é diferente dependendo da natureza das forças aplicadas. Assim, a adequação da estrutura que existe devido às condições de tensão aplicada é um processo cinético definido por um tempo característico. Pode-se assim deduzir que as propriedades reológicas de materiais semi-sólidos são complexas e que o parâmetro estrutural do material não pode ser desconsiderado, nem mesmo, sua tensão de escoamento durante o processo. Em resumo, os tópicos que necessitam ser estudados, compreendidos e matematicamente representados para o processamento de materiais semi-sólidos são:

1. Tensão de escoamento do material semi-sólido precisa ser determinada em função da fração sólida e para várias tensões de cisalhamento.
2. Determinar a equação cinética do parâmetro estrutural. O entendimento de como a estrutura evolui e sua influência nas tensões envolvidas é importante.
3. Estudo do efeito das forças sobre a viscosidade e a tensão de escoamento.
4. Identificar o efeito das duas fases (sólida e líquida) durante o preenchimento do molde.

- *desenvolvimento da liga*: é importante notar que novos processos são avaliados utilizando ligas já existentes. Infelizmente, os discernimentos são feitos, baseados em otimização. Este é um tópico importante no processamento de semi-sólidos onde o tempo de permanência na região semi-sólida e a fração sólida da fase primária, são parâmetros críticos. A constituição da liga e a seqüência das fases que precipitam durante a solidificação são variáveis importantes.

- *rotas do processo*: se for possível controlar e monitorar as propriedades reológicas da pasta, então, uma simples transferência da pasta para um molde é a rota preferida. Muito trabalho é necessário para poder se controlar as propriedades reológicas da pasta. Os custos envolvidos nesta etapa são relativamente altos quando comparados com o do processo completo.

- *modelos preditivos*: é crítico dizer que realmente existem modelos de fluxo e solidificação para processamento de semi-sólidos. Muitos dados são necessários (dados medidos experimentalmente) para ser aplicado nos modelos. Ainda há muito trabalho a ser desenvolvido.

- *avaliação da performance*: ultimamente, propriedades dinâmicas de materiais processados no estado semi-sólido com zonas elásticas e plásticas diferem aquelas obtidas por processos convencionais e podem ser melhoradas. Existe o potencial para adequar ligas com tenacidade a fratura e propriedades específicas. Existe uma significativa oportunidade aqui que ocorre junto com o trabalho de desenvolvimento da liga, no entanto, o alvo aqui é otimizar as propriedades mecânicas do material. (Apelian, 2000)

2.8.3. Tixoforjamento

2.8.3.1 Conceitos

Os primeiros passos no estudo do comportamento de pastas semi-sólidas foram dados no M.I.T. (Massachusetts Institute of Technology) por Spencer (1972); o trabalho inicial tratou do estudo do comportamento reológico da liga Sn-15%Pb durante a sua solidificação para diferentes frações sólidas. Foi observado então que a agitação durante a solidificação da liga promovia a formação de partículas esféricas, ao invés da formação dendrítica convencional e que este material mesmo com alta fração de sólido apresentava alta fluidez, ou seja, a tensão de cisalhamento medida no material submetido à agitação, apresentava valores reduzidos mesmo pra frações sólidas elevadas. Assim, esse comportamento reológico originou a denominação *reofundição*. A figura 2.29 apresenta os resultados obtidos por Spencer (1972), mostrando a tensão de cisalhamento medida em pastas com estruturas globulares e dendríticas com diferentes

frações sólidas submetidas à agitação mecânica. Observa-se que os valores de tensão de cisalhamento destas pastas com estruturas globulares são sempre inferiores àsquelas onde a estruturas é dendrítica e que só aumenta significativamente após uma fração sólida de 50%.

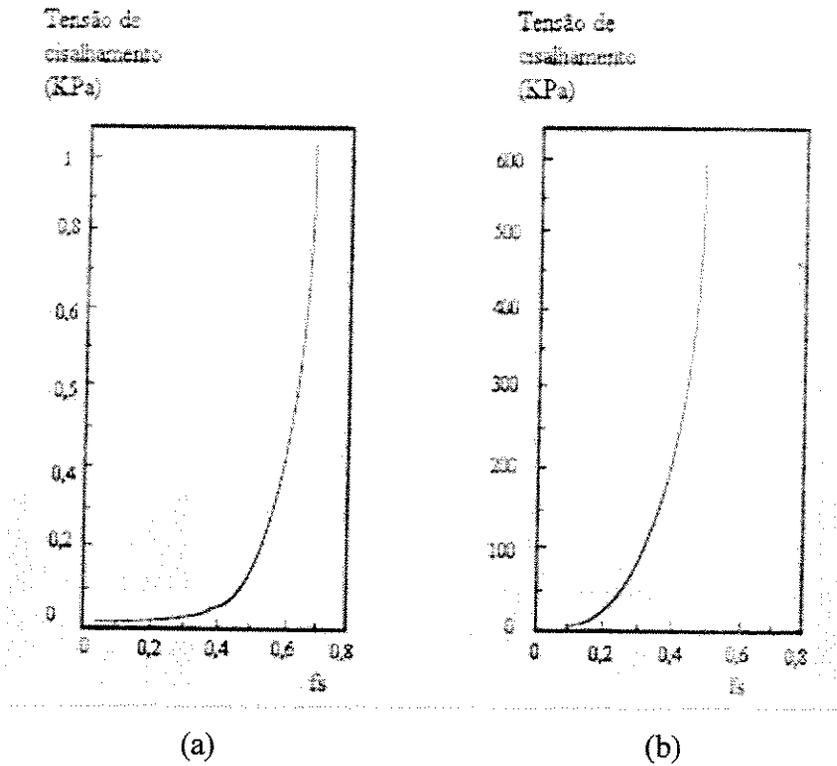


Figura 2.29. Variação da tensão de cisalhamento produzida por agitação mecânica durante a solidificação da liga Sn-15%Pb, com a fração sólida. (a) pasta com sólido globular; (b) pasta contendo sólido dendrítico. (Spencer, 1972)

A partir de trabalho de Spencer (1972) houve uma aceleração das pesquisas visando a exploração das propriedades reológicas dos reofundidos. Assim novas tecnologias de processamento de metais que fizessem uso dessas propriedades, passaram a ser investigadas. Desta maneira, convencionou-se denominar os processos de conformação que utilizassem pastas reofundidas como matéria-prima de processos de tixoconformação. Os processos de fundição sob pressão e forjamento / extrusão são sérios candidatos à substituição pelos processos que usam pastas reofundidas como matéria-prima.

2.8.3.2. Princípios e variáveis operacionais

As operações de tixoforjamento envolvem basicamente dois estágios: o aquecimento (ou reaquecimento) da matéria-prima e a conformação propriamente dita. Desta maneira, podemos obter o material reofundido isoladamente (por exemplo: agitação eletromagnética), armazenar no estado sólido e reaquecê-lo ao estágio semi-sólido para a conformação. Ou ainda, preparar a pasta reofundida na própria matriz de forjamento (por exemplo: fusão parcial controlada) e em seguida conformá-la, dependendo unicamente, dos objetivos desejados.

Os processos que fornecem a matéria-prima (pasta reofundida) para os processos de conformação no estado semi-sólido são chamados de reofundição. Se o material reofundido é armazenado no estado sólido para posterior processamento esse processo pode ser chamado de tixoforjamento ou tixofundição, dependendo do tipo de ferramenta utilizada (matriz de forjamento ou câmara de injeção) e da fração sólida. Altas frações sólidas, tixoforjamento, baixas frações sólidas, tixofundição. A figura 2.30 ilustra ambos os processos.

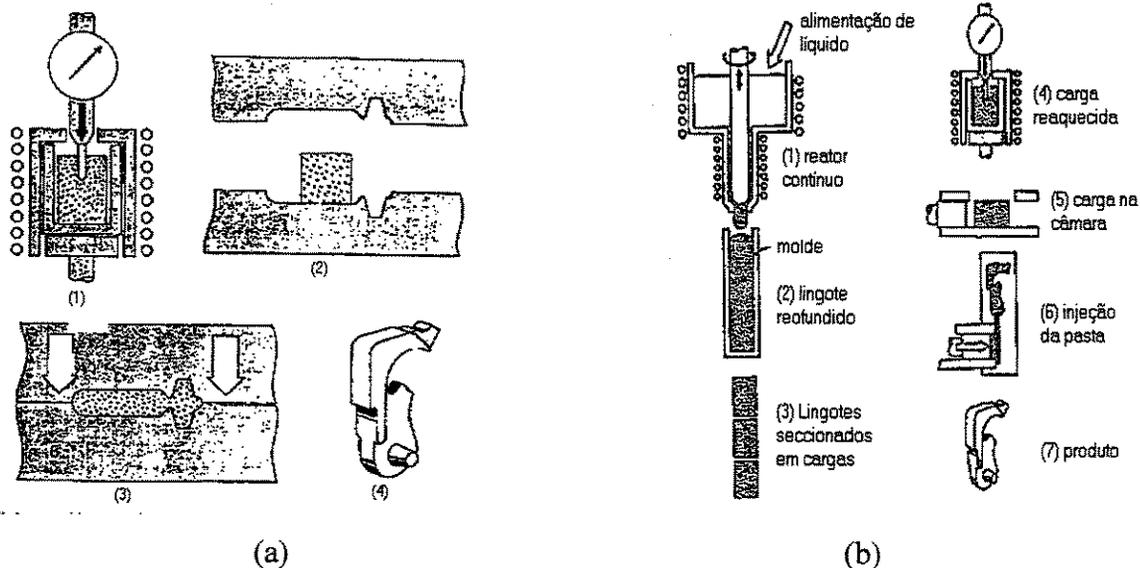


Figura 2.30. Ilustração dos processos de tixoforjamento (a) com altas frações sólidas onde, (1) carga reaquecida, (2) carga na matriz, (3) forjamento e (4) produto; e de tixofundição (b) com baixa fração sólida.

Dentre as variáveis que influenciam os processos de tixoforjamento, podemos destacar:

- a) Taxa de deformação: o controle da tensão aplicada e do tempo de aplicação da mesma é essencial em processos de tixoforjamento, pois influenciam diretamente na viscosidade da pasta e conseqüentemente no preenchimento correto da matriz e na qualidade superficial do produto.
- b) Estrutura interna da matéria-prima: deve estar adequada ao tipo de ensaio, ou seja, a estrutura deve ser globular (reofundida) com parâmetros conhecidos: tamanho de grão, tamanho de glóbulo, fração sólida e fator de forma.
- c) Composição química da liga: a composição química da liga é fundamental, pois ela define o intervalo de temperatura de trabalho, ou seja, ela delimita a região semi-sólida entre a linha *liquidus* e *solidus*.
- d) Temperatura e tempo de trabalho: a temperatura de trabalho, no caso de processos de tixoforjamento, é a temperatura de reaquecimento do material ao estágio semi-sólido, definindo assim, as frações sólidas, líquidas e conseqüentemente as forças necessárias para o processo. Entende-se por tempo de trabalho, o tempo de permanência do material no estado semi-sólido, o ideal seria trabalhar com tempos pequenos para evitar o crescimento excessivo do grão, para tanto, recomenda-se o uso de sistemas indutivos de aquecimento.
- e) Ferramenta de trabalho: o principal cuidado com a matriz de forjamento é manter sua temperatura, num valor tal que, o material reofundido não sofra um resfriamento excessivo, que reduziria sua fração de líquido e conseqüentemente necessitaria de tensões maiores para a conformação. (Rovira, M.M.M., 1996)

Niu, X.P. et al (1998), observou que ligas deformadas necessitam de maiores velocidades de conformação (para um melhor preenchimento da matriz) durante o tixoforjamento, devido à menor presença de eutético quando comparado com ligas fundidas convencionalmente. A modificação morfológica do eutético (esferoidização), obtida por T6, aumenta a resistência mecânica da liga (tabela 2.5) em relação às fundidas.

Bergsma, S.C. et al (1998) analisou a formabilidade da liga A357, obtida por agitação eletromagnética (Pechiney). Amostras foram confeccionadas em cubos de 25mm de aresta e

Tabela 2.5 Propriedades mecânicas da liga A356, produzidas por diferentes rotas.(Niu, 1998)

Liga	Processo	Condição	Limite de resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB)
A356	Fundida	Convencional	189	8	-
	Reofundida	Convencional	200-225	8,75-15,3	-
	Fundida	T6	260	5	80
	Reofundida	T6	305	11	100

submetidos a uma pressão de 1MPa durante vários tempos em diferentes temperaturas. A formabilidade foi medida em função da variação da altura do cubo (compressibilidade), com valores de 1 a 5, onde 5 representa a melhor formabilidade e 1 a pior. A tabela 2.6 mostra os resultados obtidos. Pode-se observar que menos de 1 minuto é necessário para que a amostra apresente uma formabilidade excelente. Não sendo em alguns casos, necessário a manutenção das amostras nas temperaturas de trabalho por tempos muito altos.

Tabela 2.6. Propriedades mecânicas da liga A357 reofundidas.(Bergsma, 1998)

Temperatura (°C)	Tempo na temperatura (min.)	Formabilidade	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)
580	4	4	260	312	12,2
580	<1	1	248	310	10,2
582	<1	5	248	320	12,9
584	<1	4	261	307	7,0
586	4	4	-	-	-
586	<1	4	-	-	-
587	<1	5	247	305	8,9
589	4	4	-	-	-
589	<1	5	245	304	13,0

Vives, F. (1996), mostrou a importância da temperatura de reaquecimento no processamento de semi-sólidos. Ele observou que quanto maior a faixa de temperatura (595-605°C) maior é a possibilidade da ocorrência do efeito esponja, ou seja, ocorre uma separação da fases sólida e líquida durante o processamento, gerando uma estrutura muito heterogênea. Faixas menores de temperatura geram estruturas mais homogêneas (580-590° C).

2.8.3.3. Vantagens e aplicações

As vantagens de se trabalhar com o processamento de materiais reofundidos no estado semi-sólido são:

- a) Redução do consumo de energia e do tempo de ciclo do processo: uma vez que podemos trabalhar dentro da região semi-sólida no processo, tem-se uma economia de energia em relação a processos de fundição, que utilizam o material no estado totalmente líquido. Além disso, devido ao caráter reológico da pasta, o material é processado em tensões menores do que em operações convencionais de forjamento.
- b) Aumento da vida útil das ferramentas: o menor desgaste de ferramentas como matrizes e punções, é devido aos menores valores de temperatura de processamento além dos baixos valores de tensão pra conformação.
- c) Maior produtividade: devido à possibilidade de trabalhar a menores temperaturas, os tempos de solidificação são reduzidos, possibilitando uma maior produção para um mesmo intervalo de tempo.
- d) Redução de porosidades e inclusões: o melhor preenchimento do molde devido à frente de avanço não-turbulenta (escoamento), promove uma peça final reduzida de poros vazios e inclusões, além disso, uma melhor distribuição de tensões devido ao formato globular dos sólidos, reduz a quantidade de trincas formadas por contração.

As aplicações de tixoforjados vêm crescendo muito especialmente no campo automotivo devido a todas as vantagens relatadas. Dentre as inúmeras aplicações, podemos citar peças de sistema de freios, braços mecânicos, polias de carro (Cyco International Pty), compartimento de

"air bag", condutores de ar condicionado (Honda Engineering Co.) até penas de canetas ergonômicas (Debbas Architecture). (Idegomori, T., et al, 1998; Nicholas, N.H., et al, 1998)

Em contrapartida com os países europeus e na América, no Brasil não há aplicação extensiva dos processos de tixoconformação, salvo o caso da Magneti Marelli, sendo mais concentrado na área acadêmica. Na UNICAMP, instituição pioneira no Brasil a trabalhar com reofundição, os estudos são liderados pela Profa. Maria Helena Robert e pelo Prof. Eugênio José Zoqui. Na UFSCar, os estudos são liderados pelo Prof. Maurizio Ferrante.

Capítulo 3

Procedimento Experimental

O trabalho consistiu de quatro etapas básicas. A primeira foi a produção das ligas propostas através da mistura de outras ligas, com estrutura não-dendrítica (conforme será visto em detalhes) totalizando seis ligas de alumínio. Em seguida uma análise macro e microestrutural foi realizada nas amostras.

A segunda etapa se baseou na realização de análise por DTA (análise térmica diferencial) nas ligas estudadas para a determinação da temperatura *liquidus* das mesmas. De posse desses valores, foi possível determinar as temperaturas de trabalho utilizadas no tratamento térmico e no teste de compressão a quente.

A terceira etapa envolveu o tratamento térmico de globularização da microestrutura produzida por ultra-refino, em três diferentes tempos, com a fração sólida constante. Essa etapa teve como objetivo caracterizar a evolução da estrutura com o tempo de tratamento, além de correlacionar posteriormente as propriedades mecânicas com as características morfológicas das ligas.

Na quarta etapa, foi realizado o ensaio de compressão a quente para caracterização mecânica e reológica das ligas semi-sólidas, utilizando-se os mesmos 3 tempos de tratamento utilizados na etapa 3. A figura 3.1 ilustra todo o planejamento experimental realizado neste trabalho. Cada item agora será detalhado passo a passo.

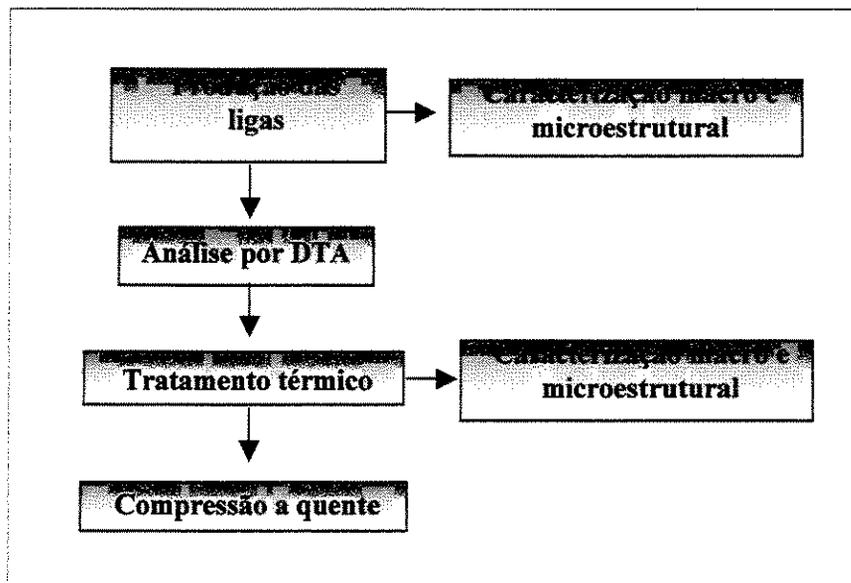


Figura 3.1. Esquematização das etapas de trabalho.

3.1. Materiais

As ligas propostas para esse trabalho, foram obtidas através da mistura de ligas diferentes. Foram utilizadas 4 ligas-mãe, a partir das quais foi possível obter as novas ligas propriamente ditas no intuito de analisar a influência dos elementos Si e Mg em diferentes teores nas propriedades mecânicas básicas e reológicas de cada material. As ligas utilizadas foram:

- A356 (Metalur S/A)
- 90Mg10Al (Metalur S/A)
- Al-CP (CBA)
- Al-5Ti-B (FOSECO)

Segundo os fabricantes (Metalur e CBA) as composições químicas esperadas para cada liga são listadas na tabela 3.1, conforme recebimento dos certificados de composição química.

Tabela 3.1. Composição química conforme fabricante.

Liga	Composição química (%peso)							
	<i>Si</i>	<i>B</i>	<i>V</i>	<i>Mg</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Ti</i>
<i>A356</i>	7,210	-	-	0,45	0,500	0,090	0,170	0,050
<i>90Mg10Al</i>	0,290	-	-	90,400	0,020	0,090	0,090	0,050
<i>Al-CP</i>	0,070	-	-	0,001	0,110	0,001	0,001	-
<i>Al-5Ti-1B</i>	0,060	0,990	0,100	-	0,300	-	-	4,88

Assim, tendo como base estas 4 ligas foi possível fabricar as 6 ligas cuja composição química é mostrada na tabela 3.2. Desta forma, trabalhou-se com ligas em 2 níveis de Mg (0,5 e 1,5) e 3 níveis de Si (1; 4; e 7,0). Porém, uma margem de aceitabilidade foi imposta. Isso devido aos supostos erros que possam ter sido acumulados durante todo o processo desde a pesagem até a análise química final. Assumiu-se, uma faixa de erro de $\pm 0,5\%$ no caso do silício, $\pm 0,1\%$ no caso do Mg e para o titânio $\pm 0,03\%$.

Tabela 3.2. Especificações químicas das ligas a serem produzidas.

Liga	Teor de Si (%peso)	Teor de Mg (%peso)
<i>Al-7Si-0,5Mg</i>	6,5 – 7,5	0,4 - 0,6
<i>Al-4Si-0,5Mg</i>	3,5 - 4,5	0,4 - 0,6
<i>Al-1Si-0,5Mg</i>	0,5 – 1,5	0,4 – 0,6
<i>Al-7Si-1Mg</i>	6,5 – 7,5	0,9 – 1,1
<i>Al-4Si-1Mg</i>	3,5 - 4,5	0,9 – 1,1
<i>Al-1Si-1Mg</i>	0,5 – 1,5	0,9 – 1,1

3.2. Produção das ligas

A partir das 4 ligas-mãe citadas anteriormente, foram calculadas as quantidades necessárias de cada uma delas para produção das ligas desejadas. Utilizaram-se duas lingoteiras de aço com altura de 140mm, diâmetro interno superior de 60 mm e diâmetro interno inferior de 55 mm (figura 3.2). Foram produzidos lingotes com aproximadamente 2,5kg de material.

Inicialmente, foram calculadas as quantidades necessárias de cada liga para produzir os lingotes das ligas previstas. Após os cálculos, chegou-se às seguintes proporções listadas na tabela 3.3.

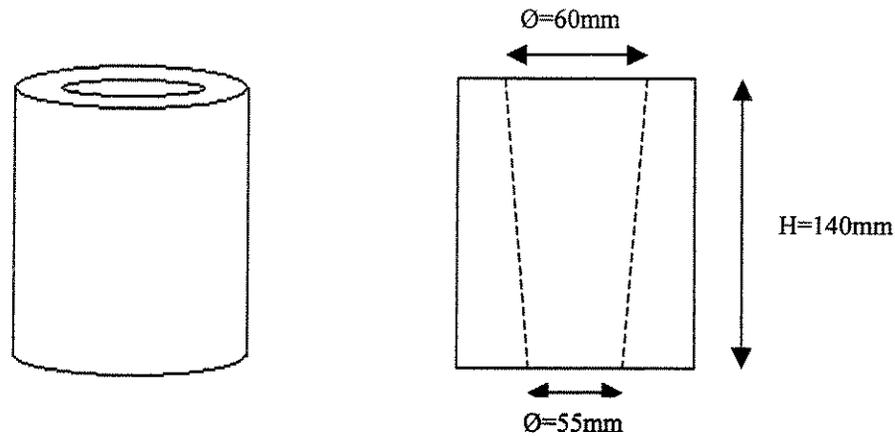


Figura 3.2. Ilustração da lingoteira metálica utilizada.

A produção das ligas com estrutura não-dendrítica foi realizada utilizando a técnica de ultra-refino, na qual adiciona-se 0,2% de Ti à liga, para promoção da globularização da fase primária. Para a massa do lingote de 2,5kg, foi utilizada uma massa de 100g da liga Al-5Ti-B. De posse desses valores, o material como recebido foi cortado, pesado e fundido em cadinho cerâmico de acordo com cada proporção estabelecida na tabela anterior. Devido à alta reatividade do Mg presente na liga 90Mg10Al, os lingotes foram cortados em pedaços pequenos (1x1x1cm)

Tabela 3.3. Proporções utilizadas para produção das ligas.

Liga	Massa de liga (kg)		
	<i>A356</i>	<i>90Mg10Al</i>	<i>Al-CP</i>
<i>Al-7Si-0,5Mg*</i>	2,5	-	-
<i>Al-4Si-0,5Mg</i>	1,40	0,015	1,07
<i>Al-1Si-0,5Mg</i>	0,40	0,02	2,06
<i>Al-7Si-1Mg</i>	2,40	0,03	0,03
<i>Al-4Si-1Mg</i>	1,50	0,03	0,93
<i>Al-1Si-1Mg</i>	0,40	0,04	2,02

* Para a produção dessa liga não foi necessária a adição de outras, pois a liga A356 apresentou a composição desejada como recebida.

e então adicionados ao banho fundido (Al-CP + A356). Para a fusão, utilizou-se um forno poço resistivo à temperatura de 730° C com o banho mantido aproximadamente a mesma temperatura. A liga Al-5Ti-B foi adicionada ao banho na temperatura de 710°C e em seguida vazada no molde metálico numa temperatura aproximada de 30°C acima da temperatura *liquidus* prevista pelo software *Thermocalc Windows* (embora as temperaturas previstas pelo software não condizem com as temperaturas reais, pois levam em consideração somente os elementos Al, Si e Mg, superestimando a temperatura. No entanto, esses valores serviram de base para o processo de vazamento e solidificação). Os lingotes produzidos foram seccionados de forma a produzir vários corpos, a saber: amostras para o tratamento térmico, amostras para o teste de compressão e do centro do lingote, foram retiradas pastilhas de 30mm de diâmetro para análise química. Para tanto, foram lixadas com granulometrias de 320, 400, 600, 1000 e analisadas em um equipamento de fluorescência de raios-X modelo Rigaku RIX 3100 ilustrado na figura 3.3.

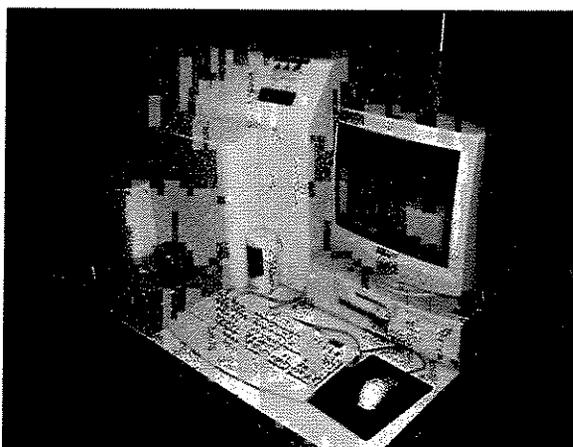


Figura 3.3 Fotografia do equipamento de fluorescência de raios-X utilizado.

Nesta análise química, os teores de Si, Mg, Ti, Fe, Mn, Cu, Ni foram determinados e comparados com aqueles previstos pela tabela 4.2.

3.3. Caracterização metalográfica

Para a *caracterização microestrutural*, uma outra parte da amostra, também foi lixada com granulometrias de 320, 400, 600, 1000 e foi levada ao polimento com pasta de diamante com 6µm e 1µm e atacadas com HF 0,5% por 20s. Utilizou um microscópio Reichert-Jung Diastar

com uma câmera digital acoplada modelo Canon PowerShotS40 e o software Leica Quantimet para aquisição das imagens. Para medição do tamanho das partículas primária, utilizou-se o método dos Interceptos de Heyn previsto pela norma ASTM E112. Para o cálculo do fator de forma, foi utilizada uma rotina de trabalho do software Leica Quantimet 500.

Para a *caracterização macroestrutural*, as amostras já lixadas e polidas conforme citado no parágrafo anterior, foram anodizadas com uma solução de ácido fluobórico 1,8% por 3 minutos sob agitação moderada numa tensão de 20V e corrente máxima de 0,5A. As amostras foram analisadas em um microscópio modelo Olympus BX 51M acoplado a câmera digital e com o software Image Pro-plus. Utilizando-se os filtros disponíveis e o ataque realizado, foi possível captar as imagens de grãos coloridos. Desta forma, grãos com mesma orientação tendem a apresentar as mesmas cores e desta forma, torna-se mais fácil a identificação dos mesmos. Para medição dos tamanhos de grãos, também se utilizou o método dos Interceptos de Heyn previsto pela norma ASTM E112. Essa etapa do trabalho foi realizada no laboratório de metalografia da Companhia Brasileira de Alumínio (CBA).

Em ambas caracterizações macro e microestrutural, a contagem do grão, partícula primária, glóbulo e fator de forma foi feita em cinco regiões distintas da amostra, traçando um quadrado “virtual” dentro da seção circular e fazendo as análises em cada um dos quatro vértices, mais uma contagem na parte central. Dessa forma, fez-se 3 medições dentro de cada um dos 5 campos, totalizando 15 medições por amostra.

O relacionamento entre os diversos glóbulos em termos de interconexões em 3D também foi avaliado. Para tanto, utilizou-se a hipótese ilustrada na figura 3.4, que mostra a complexidade da morfologia da fase primária das ligas estudadas. As partes citadas como a), b), c), d) e e) representam a evolução morfológica da fase primária tendendo a se globularizar quando envolta por líquido. A hipótese se baseia em analisar cada uma das seguintes partes da evolução, fazendo cortes sucessivos: AA', BB', CC', DD' e EE'. Como exemplo, podemos tomar a seção BB'. Ao se fazer a análise, a amostra i) possuirá 5,5 glóbulos utilizando o método dos interceptos. Já a amostra j) apresentará 4 glóbulos e a amostra k), 1 glóbulo. Ao utilizar a metalografia colorida, os

A essa ferramenta que permite analisar a estrutura reofundida deu-se o nome de *Rheocast Quality Index* (Zoqui, 2000) que permite analisar a eficiência do método de obtenção da matéria-prima.

$$RheocastQualityIndex(RQI) = \frac{GLS}{GS * SF} \quad (3.1)$$

onde,

GLS...tamanho de glóbulo ou tamanho de partícula primária

GS.....tamanho de grão

SF.....fator de forma

3.4. Análise por DTA (Análise térmica diferencial)

O objetivo dos testes de DTA foi determinar as temperaturas *solidus* e *liquidus* das ligas produzidas a fim de se calcular posteriormente, os parâmetros para os testes de compressão a quente além da possível aplicação comercial das mesmas. As amostras foram cortadas de forma a obter uma massa de 100mg e inseridas em cadinhos de alumina para realização do teste. Utilizou-se um equipamento NETZSCH STA 409C (figura 3.5) (DEMA/FEM/UNICAMP) numa taxa de 10°C / minuto. Foram utilizadas 2 réplicas de cada liga e a aquisição de dados deu-se durante o aquecimento e o resfriamento do material, obtendo-se 4 valores de temperatura dos quais pode ser obtido um valor médio.

De posse dos dados, aplicou-se a equação de Scheil para determinação das temperaturas de trabalho correspondentes a fração sólida de 0,45.

$$f_s = 1 - \left(\frac{T_F - T}{T_F - T_L} \right)^{\frac{1}{K-1}} \quad (3.2)$$

onde,

f_s....fração sólida

T_F...temperatura de fusão do alumínio puro

T....temperatura de trabalho

T_L ...temperatura *liquidus* da liga

K....coeficiente de partição

Os valores do coeficiente de partição (K) variam com a temperatura e foram determinados a partir do diagrama de fase binário Al-Si. Assim, como cada liga foi tratada a uma temperatura diferente os valores de K variam de acordo com a tabela 3.4.

Tabela 3.4. Valores do coeficiente de partição em função da liga.

Liga	Coeficiente de partição (K)
<i>Al-7Si-0,5Mg</i>	0,14
<i>Al-4Si-0,5Mg</i>	0,12
<i>Al-1Si-0,5Mg</i>	0,08
Al-7Si-1Mg	0,13
Al-4Si-1Mg	0,13
Al-1Si-1Mg	0,08

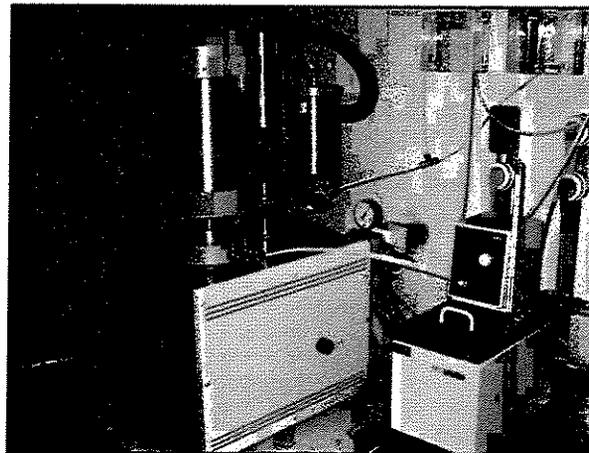


Figura 3.5. Equipamento para análise diferencial térmica (DTA).

3.5. Tratamento térmico de reaquecimento

O objetivo dessa etapa é avaliar a evolução macro e microestrutural das ligas em análise para poder correlacionar tais características com as propriedades mecânicas e reológicas desses materiais.

Os tratamentos foram realizados em forno resistivo, no mesmo sistema onde foram realizados os testes de compressão, numa temperatura correspondente a 45% de fração sólida e que variou para cada liga de trabalho. O forno foi acoplado a uma máquina de ensaios universal MTS (DEMA / FEM / UNICAMP) e ajustado para as temperaturas respectivas a cada liga (com auxílio de um termopar tipo K dentro da amostra). Foram utilizados 3 tempos de reaquecimento: 0, 90 e 210s e 6 ligas. Utilizaram-se 3 réplicas por cada nível, totalizando 54 ensaios (tabela 3.5). Cada corpo de prova possuía dimensões de 15mm de altura por 20mm de diâmetro.

Nessa etapa foi possível realizar um planejamento estatístico. Utilizou-se o software Statistica 5.0 com intervalo de confiança de 95% $\alpha = 0,05$ utilizando o planejamento “*Mixed 2 and 3 level designs*”. Esse planejamento contou com três variáveis de influência, o teor de Si, o teor de Mg e o tempo de globularização. Como variáveis de resposta, temos os tamanho de grão, o tamanho de glóbulo e o fator de forma. O software gerou uma tabela aleatória de ensaios (Anexo 1)

Tabela 3.5. Tabela de ensaios

Teor de Si (%)	Teor de Mg (%)					
	0,5			1,0		
	Tempo de reaquecimento (s)					
	0	90	210	0	90	210
1	3	3	3	3	3	3
4	3	3	3	3	3	3
7	3	3	3	3	3	3

Após o forno alcançar a temperatura desejada, as amostras foram inseridas junto com um termopar tipo K *Cromel Alumel* no forno. Aguardou-se o tempo necessário para a amostra alcançar a temperatura desejada correspondente a 45% de fração sólida, em seguida, a amostra permaneceu no forno pelos tempos de 0, 90 e 210s e depois resfriada em água. Não foi observado

diferenças significativas entre as taxas de aquecimento das ligas estudadas, assim, a figura 3.6 apresenta a curva de aquecimento.

No entanto, observou-se um aumento na taxa de aquecimento (indicado pelas setas) nas ligas com 4 e 7%Si a partir da temperatura de 567° C devido à fusão de alguma fase Al-Si-Mg e de alguma fase Al-Cu a 550°C. Já na liga com 1%Si esse feito praticamente não existe devido ao baixo teor de Si existente. Esse item será melhor discutido adiante na parte de resultados da liga Al-4Si-0,5Mg nos 3 tempos de tratamento térmico.

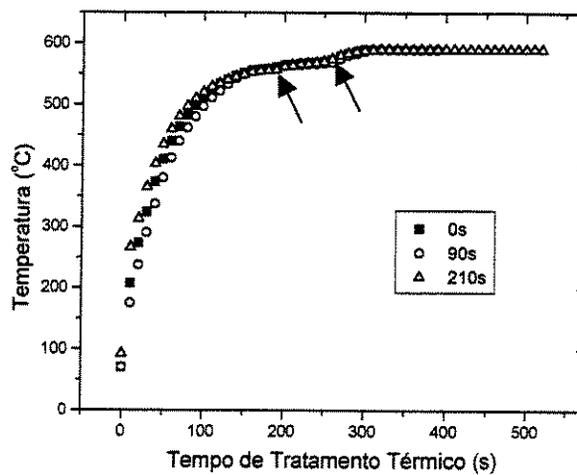


Figura 3.6. Curva de aquecimento da liga Al-4Si-0,5Mg.

A figura 3.7 mostra o aparato montado na máquina universal de ensaios para realização dos experimentos. Em (a), a introdução da amostra dentro do forno e a inserção do termopar; em (b), o tratamento térmico em andamento.

Após os tratamentos térmicos, as amostras foram lixadas com granulometrias de 320, 400, 600 e 1000 e em seguida polidas com pasta de diamante de 6 e 1µm. Todas as amostras foram caracterizadas macro e microestruturalmente conforme descrito no item 3.3.

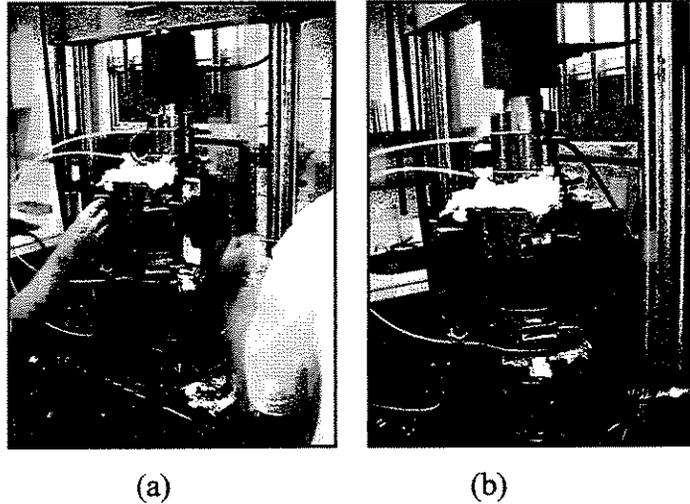


Figura 3.7. Aparato montado para realização do tratamento térmico.

3.6. Testes de compressão e caracterização da viscosidade aparente.

A escolha da determinação da viscosidade aparente através de testes de compressão, se deu em virtude do trabalho de Laxmanan (1980) que se tornou praticamente padrão pelos outros pesquisadores para caracterização reológica de metais semi-sólidos. Utilizou-se para este trabalho a aproximação de fluidos Newtonianos dada pelas equações 2.9 e 2.14 do capítulo 2.

Os testes de compressão foram realizados numa máquina universal de ensaios MTS (DEMA / FEM / UNICAMP) modelo 810 com capacidade para aplicação de carga de 10.000kgf, ou seja, na mesma máquina onde foram realizados os tratamentos térmicos com um forno acoplado. As placas paralelas utilizadas são de Iconel 718 e possuem área superficial superior a área máxima ocupada pelas amostras deformadas o que mantém o volume deformado constante.

As dimensões dos corpos-de-prova utilizados foram as mesmas do tratamento térmico, ou seja, 20mm de diâmetro e 15mm de comprimento. A máquina de ensaios foi ajustada para desenvolver uma taxa constante de compressão ($\delta H/\delta T$) de 10mm/s. Foram utilizados 3 tempos de globularização (0, 90 e 210s) e 6 ligas. Utilizaram-se 3 réplicas por cada nível, totalizando 54 ensaios. A tabela de ensaios é a mesma realizada nos tratamentos térmicos (tabela 3.5). Nessa etapa também foi possível realizar um planejamento estatístico. Utilizou-se o software Statistica

5.0 com intervalo de confiança de 95% e $\alpha=0,05$ utilizando o planejamento “*Mixed 2 and 3 level designs*”. A tabela aleatória gerada pelo software é a mesma do anexo 1.

As amostras foram inseridas dentro do forno junto com o termopar tipo K *Cromel Alumel*, conforme ilustrado na figura 3.7. Após alcançar a temperatura desejada, a amostra foi comprimida partindo de uma altura inicial de 15mm até 5mm de espessura. A figura 3.8 apresenta a amostra após o teste de compressão.

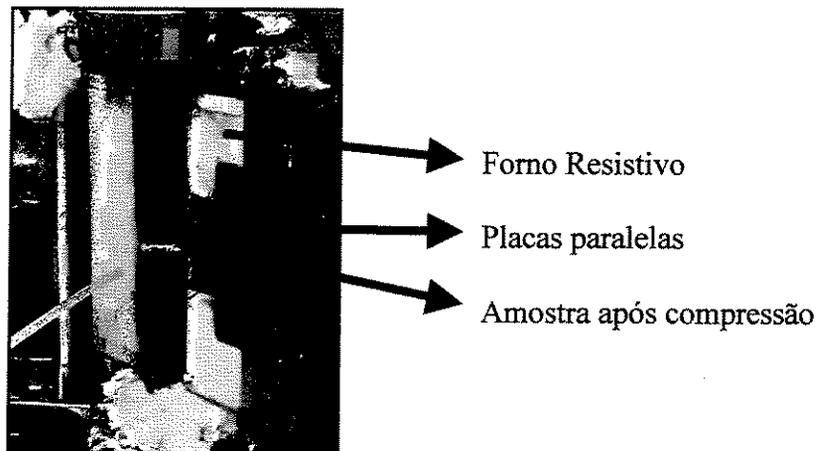


Figura 3.8. Ilustração da amostra após teste de compressão.

Com os dados de força e deslocamento gerados pelo software da MTS, foi possível traçar a curva tensão-deformação e como consequência, traçar as curvas de viscosidade aparente-taxa de cisalhamento das ligas estudadas.

Capítulo 4

Resultados e Discussões

Para facilitar a apresentação e análise dos resultados, o presente capítulo foi dividido em: produção das ligas, análise por DTA, tratamento térmico e compressão a quente.

4.1. Produção das ligas

A análise química das ligas por fluorescência de raios-X, confirmou as composições químicas previstas na tabela 3.2. Os resultados são mostrados na tabela 4.1. A maior dificuldade na obtenção dessas ligas foi com relação ao magnésio. Sua fácil oxidação com o meio (ar) e a ausência de um forno a vácuo em no laboratório de fundição, fez com que fosse adicionado em massa, cerca de 20% acima do calculado da liga 90Mg-10Al para alcançar o teor desejado.

Todas as ligas estão dentro da faixa prevista na tabela 3.2, incluindo o teor de titânio que é responsável pela ação do refino de grão. Destaca-se a eficiente porcentagem de acerto das ligas produzidas com os intervalos pré-determinados, pois a etapa de produção desses novos materiais em grandes volumes é um processo extremamente sensível e passível de erros.

Tabela 4.1. Composição química das ligas produzidas.

Ligas propostas	Composição química (% peso)						
	Si	Mg	Ti	Fe	Mn	Cu	Ni
<i>Al-7Si-0,5Mg</i>	6,50	0,46	0,19	0,35	0,11	0,06	0,01
<i>Al-4Si-0,5Mg</i>	4,50	0,43	0,20	0,32	0,09	0,05	0,01
<i>Al-1Si-0,5Mg</i>	0,93	0,58	0,21	0,17	0,03	0,02	0,01
<i>Al-7Si-1,0Mg</i>	7,50	1,10	0,18	0,44	0,16	0,09	0,01
<i>Al-4Si-1,0Mg</i>	4,51	1,12	0,21	0,31	0,09	0,05	0,01
<i>Al-1Si-1,0Mg</i>	0,98	1,15	0,18	0,17	0,03	0,01	0,01

4.1.1. Análise qualitativa macroestrutural

O sistema de análise de imagens utilizando luz polarizada se mostrou eficiente para se determinar os tamanhos de grãos das ligas estudadas. De acordo com conceitos metalúrgicos, cada grão se difere de outro devido a diferentes orientações cristalográficas, assim, sob luz polarizada, grãos diferentes apresentam colorações diferentes. Este fenômeno possibilita a diferenciação de grãos que sejam vizinhos e que podem ser equivocadamente confundidos como um só.

Pode ser observado na figura 4.1, as ligas com 1% de Mg são visualmente muito mais dendríticas dos que as com 0,5% de Mg, afinal, com o aumento do teor de Mg aumenta-se o super-resfriamento constitucional que facilita a formação dendrítica. As ligas com 1% de Si apresentaram menores tamanhos de grão devido ao fato de existir menor quantidade de elementos de liga gerando um material composto de pouco eutético. Por outro lado, ao aumentar o teor de Si, a provável interação entre este e o Ti presente na liga refinadora aumenta, inibindo a nucleação intensa de novos grãos fazendo com que os mesmos cresçam com estrutura dendrítica. Para ambas as ligas com teores de 0,5 e 1,0%Mg, observa-se um aumento do tamanho de grão com o aumento de teor de Si. Da mesma forma, fixando um valor de teor de Si, o tamanho de grão é maior para amostras com maior teor de Mg. Outras características serão melhor discutidas no item 4.1.3.

4.1.2. Análise qualitativa microestrutural

Depois de analisadas as composições químicas e a análise macroestrutural, as ligas também foram caracterizadas microestruturalmente. A figura 4.2 mostra microestruturas das ligas obtidas. Como era esperado, é possível observar nas ligas contendo 1,0%Si a reduzida formação da estrutura eutética (alta quantidade de fase α) que aumenta à medida que o teor de Si aumenta e Mg aumentam.

As ligas com maior teor de Mg, apresentam contornos de grãos mais nítidos obviamente, devido à formação de maior quantidade de segunda fase.

Para ligas com menores teores de Si, observamos a eficiente ação de refino do titânio. As dendritas propriamente ditas não aparecem, mas sim, as chamadas rosetas que são estruturas intermediárias entre as dendritas e os glóbulos característicos de estruturas reofundidas. Esse tipo de estrutura é ideal para produção de materiais semi-sólidos, pois um simples reaquecimento à temperatura equivalente a formação de $\alpha+I$, leva a estrutura a globularização da fase primária, como será visto adiante.

Observou-se também, um aumento do tamanho da partícula primária à medida que o teor de Si aumenta, assim como, um aumento da morfologia dendrítica. Analisa-se tal fato dessa maneira, consciente de que, em acordo com dados da literatura, existe uma queda do tamanho das partículas até 3%Si. A partir desse valor, o tamanho daquelas voltam a crescer novamente (Lee, et al, 1999). Novamente pode-se notar que quanto maior o teor de Si e Mg, maior é o caráter dendrítico da estrutura.

Ligas com menores teores de Si e Mg apresentaram menores tamanhos de grão e o menor tamanho de partículas primárias como pode ser visto. A princípio, apresentariam o melhor comportamento de viscosidade no estado semi-sólido o que levaria a uma nova classe de ligas para tixotomização, mas isto ainda depende, da facilidade de formação de líquido na estrutura, uma vez que a diferença de temperatura entre líquido e sólido é menor para ligas com maiores teores de Si e de como este líquido age na estrutura atuando com um bom ou ruim lubrificante.

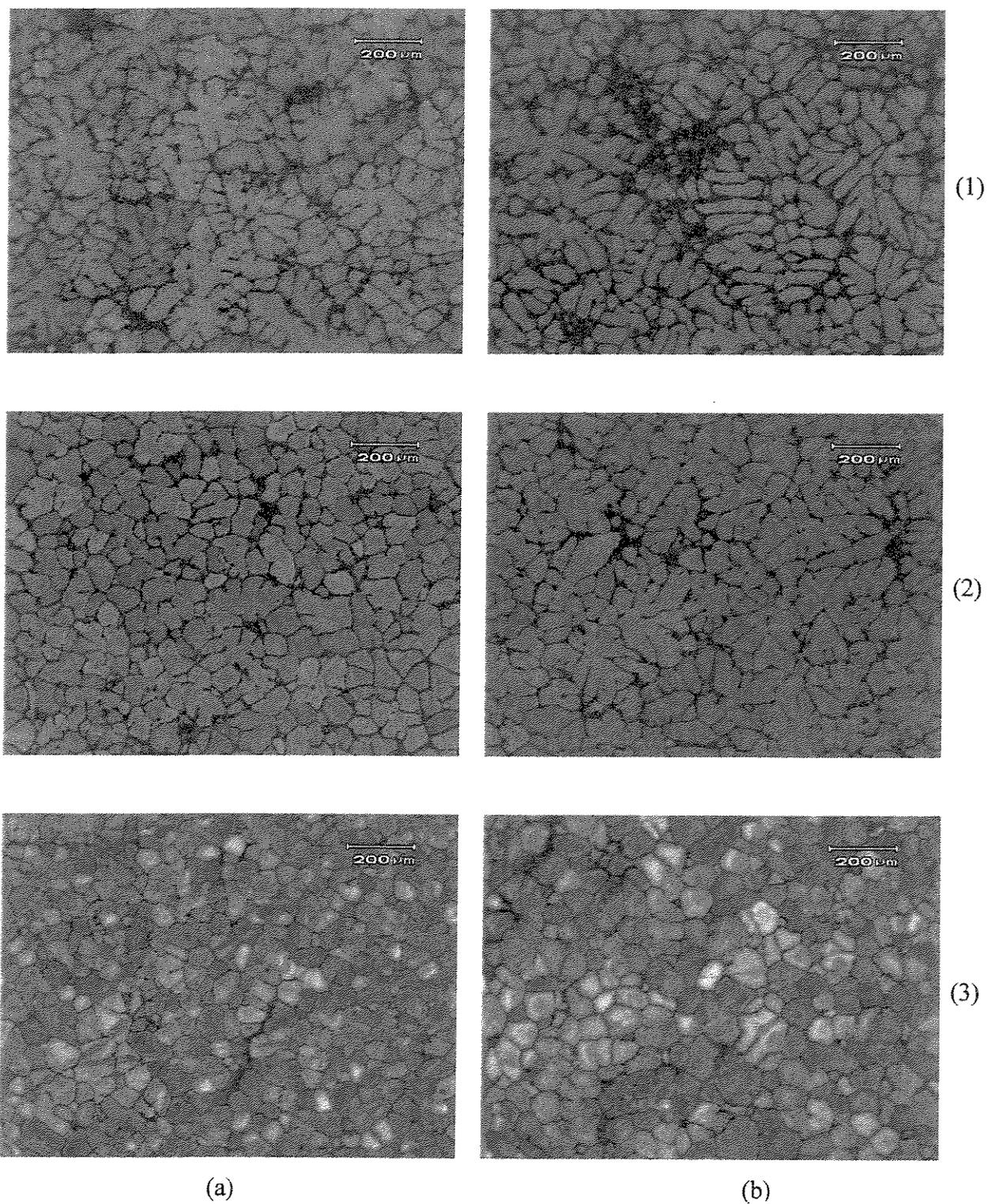


Figura 4.1. Macroestruturas das ligas obtidas brutas de fusão. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg.

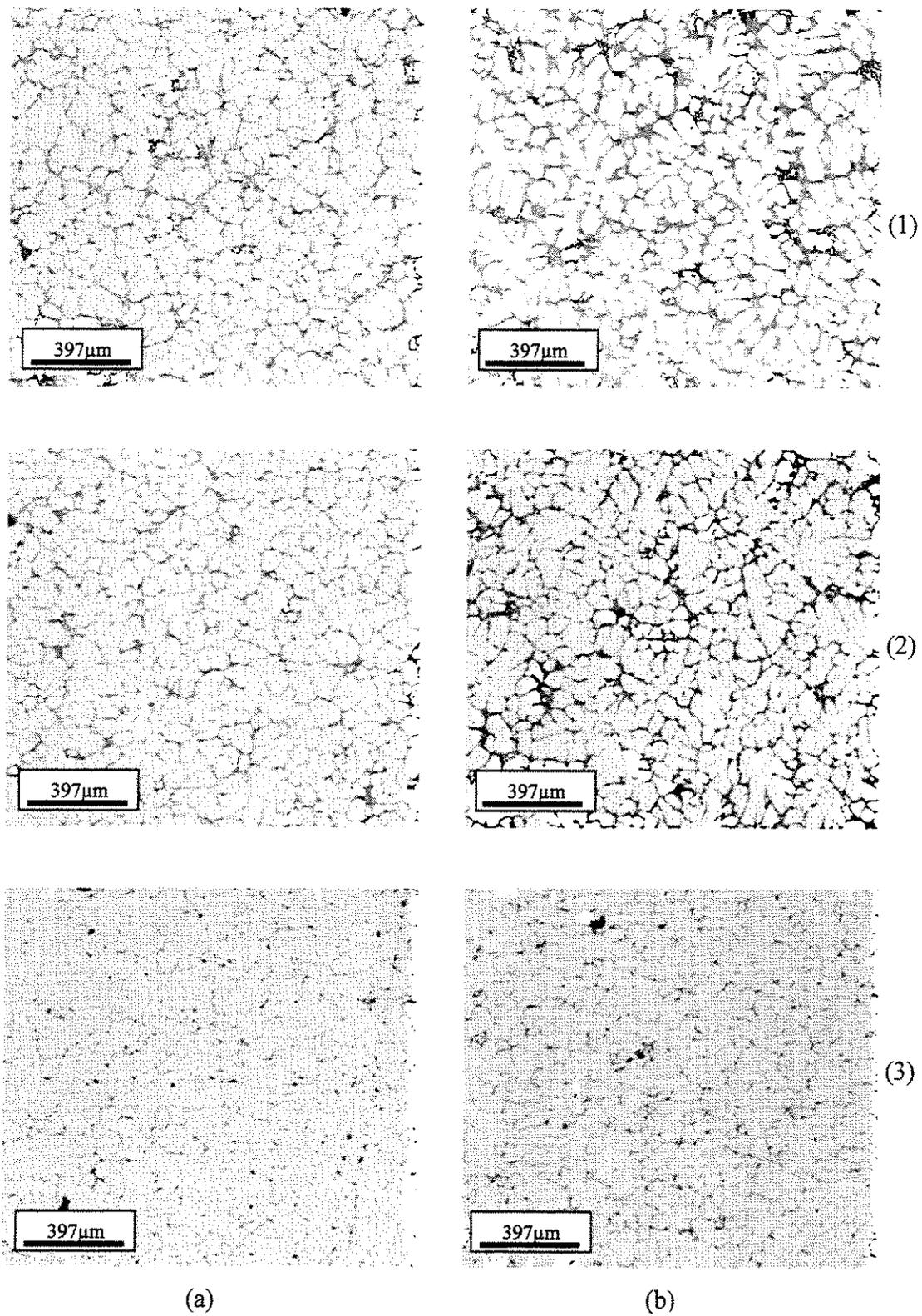


Figura 4.2. Microestruturas das ligas obtidas brutas de fusão. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg.

Tem-se a princípio que o método utilizado produziu as ligas reofundidas necessárias ao trabalho com eficiência.

4.1.3. Análise quantitativa macroestrutural

A análise quantitativa macroestrutural envolveu a medida de tamanho de grão das amostras produzidas.

Análise estatística: a tabela 4.2 mostra os resultados obtidos após teste de comparação de médias realizados no software *Statistica 5.0* usando o método ANOVA. Foram comparadas e testadas as influências das variáveis teor de Si e teor de Mg no tamanho de grão. A análise ocorreu em cima dos valores de F_0 (vide anexo 2) que se maiores do que aos valores tabelados (Montgomery, 1997), a hipótese nula de que as médias são iguais é rejeitada. Também se pode analisar em função do valor de p. Se ele é menor ou igual a 0,05, rejeita-se a hipótese nula. Isso significa que a variável influencia no resultado. Como os valores de P respectivos aos teores de Si e ao teor de Mg são menores que 0,05, significa que estatisticamente, o teor de Si e o teor de Mg influenciam no tamanho de grão das ligas estudadas. (vide anexo 2)

Tabela 4.2. Resultados estatísticos para tamanho de grão.

Variável de influência	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Média dos quadrados	F_0	P
Teor de Si	38002,5	1	38002,5	37,72	0,00005
Teor de Mg	11250,1	1	11250,1	11,17	0,0059

Como se pode observar, ambos elementos de liga estudados influenciam no tamanho de grão, dessa forma, é possível ajustar um polinômio e gerar uma superfície de resposta para as variáveis de trabalho (figura 4.3). Além disso, os menores tamanhos de grão pertencem a amostras que possuem baixos teores de Si e maiores teores de Mg. O efeito do Mg apesar de presente, é muito menor levando-se em conta que o Si varia de 1 a 7% e o Mg de 0,5 a 1%.

Aqui é possível adaptar um modelo matemático para o comportamento. Nesta equação, z é o tamanho de grão, x é o teor de Si e y o teor de Mg.

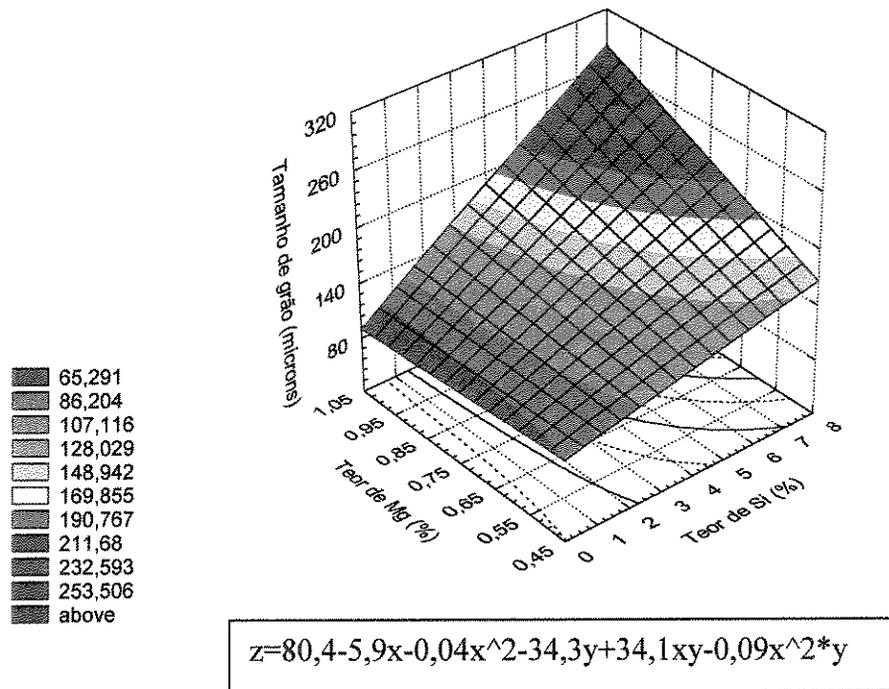


Figura 4.3. Superfície de resposta do tamanho de grão em função dos elementos de liga estudados.

Análise metalúrgica: A figura 4.4 e a tabela 4.3 apresentam os valores do tamanho de grão em função dos teores de Si e Mg nas ligas estudadas. Observa-se um aumento daquele valor à medida que o teor de Si aumenta.

O trabalho de Lee (1999), apresenta o mesmo comportamento e especula a existência de uma interação entre o Ti e o Si que diminui a ação refinadora. Da mesma forma, deve existir uma interação entre o Mg e o Ti também afinal, ligas com maiores teores de Mg apresentaram maiores tamanho de grão. Ou ainda, somente o super resfriamento constitucional que aumenta a formação dendrítica, gera conseqüentemente um aumento do tamanho de grão.

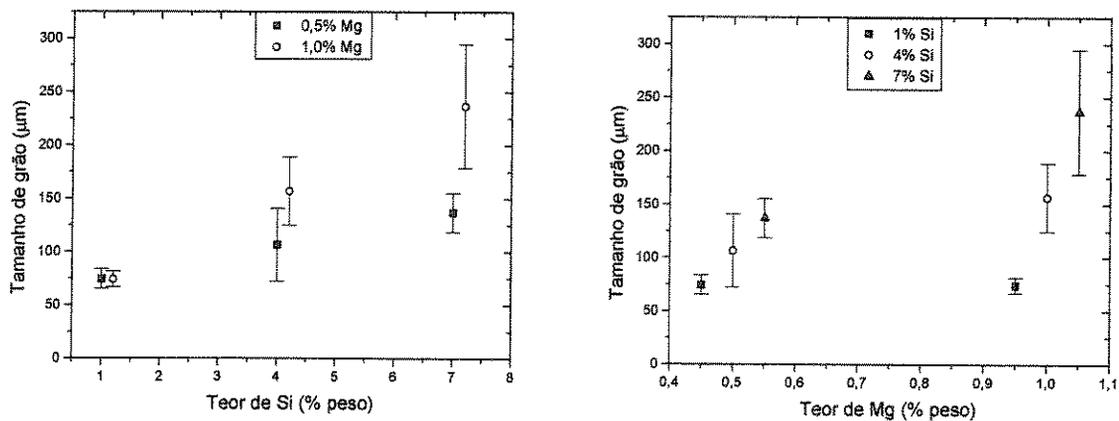


Figura 4.4. Evolução do tamanho de grão em função do teor de Si e Mg.

Tabela 4.3. Tamanho de grão das ligas estudadas.

Liga	Tamanho de grão (µm)
<i>Al-7Si-0,5Mg</i>	<i>136,9±18,3</i>
<i>Al-4Si-0,5Mg</i>	<i>106,4±34,2</i>
<i>Al-1Si-0,5Mg</i>	<i>74,3±9,2</i>
<i>Al-7Si-1,0Mg</i>	<i>236,7±58,2</i>
<i>Al-4Si-1,0Mg</i>	<i>156,7±31,9</i>
<i>Al-1Si-1,0Mg</i>	<i>74,1±7,3</i>

4.1.4. Análise quantitativa microestrutural

A análise quantitativa microestrutural envolveu a análise de tamanho da partícula primária e o fator de forma. Em todos os casos uma análise estatística foi realizada conjuntamente com uma análise metalúrgica.

Análise estatística: A tabela 4.4 mostra os resultados obtidos após teste de comparação de médias realizados no software Statística 5.0 usando o método ANOVA. Foram comparadas e testadas as influências das variáveis teor de Si e teor de Mg no tamanho de partícula primária (que será chamada de tamanho de glóbulo após reaquecimento). Conforme a análise, o teor de Mg não apresenta influência sob o ponto de vista estatístico no tamanho das partículas primárias. No

entanto, essa análise única não é suficiente para chegar a uma conclusão, visto que a influência do teor de Mg é observável. Para uma conclusão final, é necessário confrontar macro e microestruturas, como será feito adiante.

Tabela 4.4. Resultados estatísticos para tamanho de partícula primária.

Variável de influência	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Média dos quadrados	Fo	P
Teor de Si	329,80	1	329,80	4,46	0,05
Teor de Mg	192,70	1	192,60	2,61	0,13

É possível também analisar o resultados pelo valor de P, quanto mais próximo de zero, maior a possibilidade de a variável possuir efeito. A figura 4.5 mostra a superfície de resposta gerada pelo software Statistica 5.0. Uma equação polinomial também é gerada e prevê o comportamento analisado, porém, como estatisticamente houve influência de apenas uma variável, não parece ser importante, comentá-la. No entanto, no caso em que há influência das variáveis, um modelo matemático torna-se muito importante para previsão de comportamento como será feito adiante.

Uma segunda análise estatística foi realizada agora com o parâmetro fator de forma utilizando os mesmos parâmetros e software para o caso das partículas primárias. Na figura 4.6 e tabela 4.5 são apresentados os resultados. Como se pode observar todos os valores de p são menores que 0,05, isso leva a conclusão que estatisticamente tanto o teor de Si e de Mg influenciam no fator de forma e que os maiores valores estão localizados em ligas que contém maior teor de Si e maior teor de Mg. Pode-se comparar esses resultados com a figura 4.1, mostrando claramente a morfologia dendrítica.

Agora com a influência das duas variáveis testadas, montamos um modelo matemático que prevê o comportamento do fator de forma em função do teor de Si e Mg. Neste gráfico, z é o fator de forma, x é o teor de Si e y é o teor de Mg (figura 4.6).

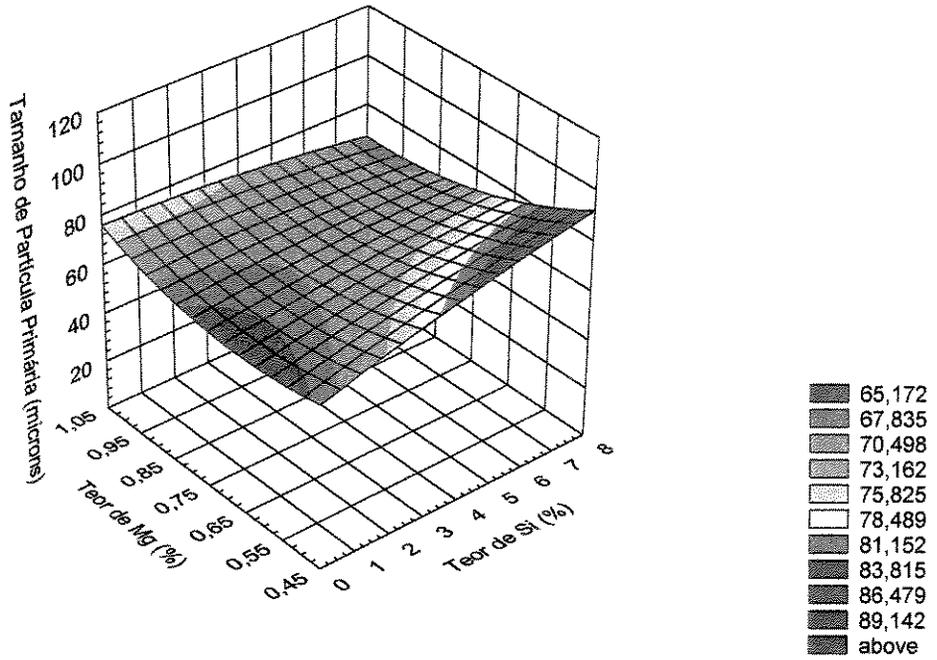


Figura 4.5. Superfície de resposta do tamanho de partícula primária em função dos elementos de liga estudados.

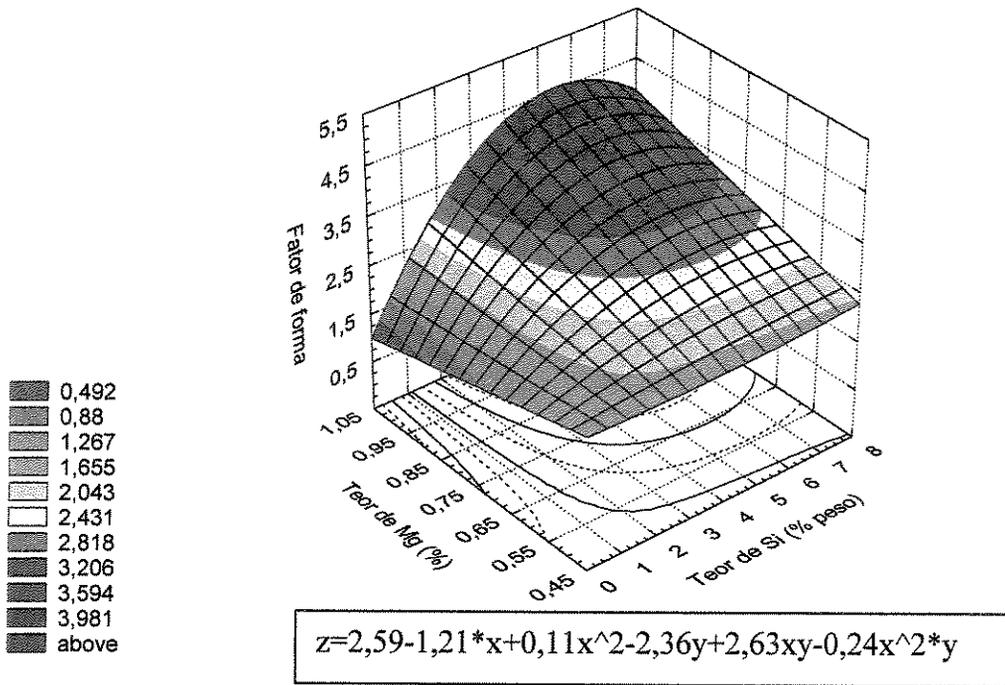


Figura 4.6. Superfície de resposta do fator de forma em função dos elementos de liga estudados.

Tabela. 4.5. Resultados estatísticos para fator de forma.

Variável de influência	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Média dos quadrados	F ₀	P
Teor de Si	5,19	1	5,19	38,23	0,000047
Teor de Mg	8,93	1	8,93	68,83	0,000003

A análise estatística é uma forte ferramenta de auxílio na análise de dados experimentais, porém, ela não deve ser realizada sozinha, pois neste caso onde se analisa estruturas brutas de fundição, os valores de desvio-padrão são elevados e podem mascarar um comportamento que tenha uma variação sensível afinal, a determinação da influência de uma variável na variável de resposta é dada principalmente em função dos valores desse desvio. Em função disso, será realizada uma abordagem metalúrgica baseada em dados encontrados na literatura e em especulações sobre diversos fenômenos.

Análise Metalúrgica: a figura 4.7 mostra em gráficos, as medidas de tamanho de partícula primária em função do teor de Si e Mg.

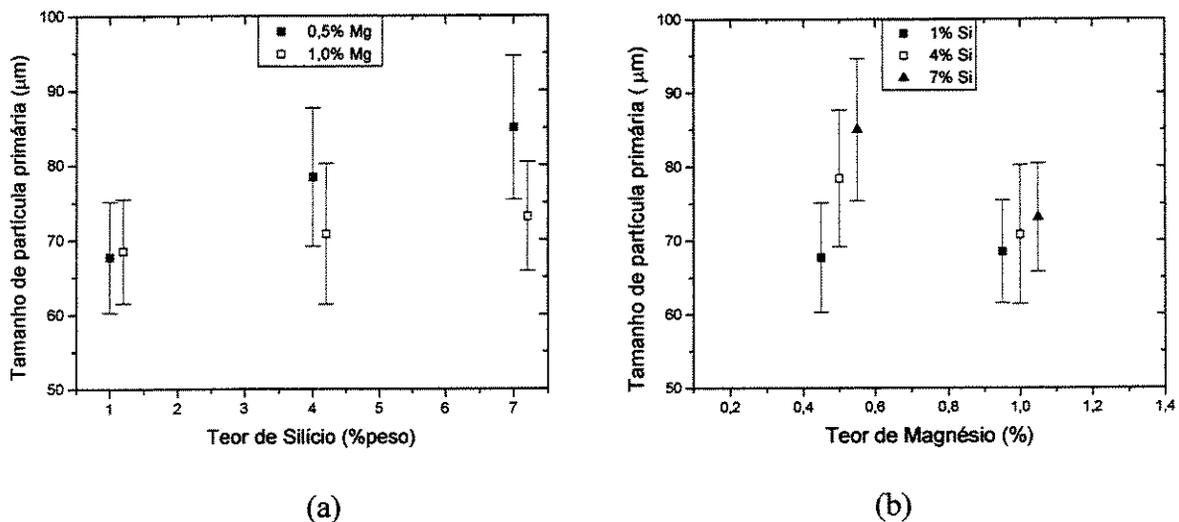


Figura 4.7. Tamanho de partícula primária em função dos teores de Si e Mg.

Embora estatisticamente não esteja comprovado que o teor de Mg influencie no tamanho de partícula primária, observamos um leve aumento desse valor à medida que o teor de Si aumenta. Observa-se analisando as microestruturas e os gráficos que existe uma leve influência do teor de Mg, embora pouco pronunciada, no tamanho da partícula primária.

Analisando o teor de Si, observa-se um aumento do tamanho de partícula primária com seu aumento. Esse fato, já observado por outros autores [Lee, Y.C. et al, 1999], justifica-se pela razão de existir uma provável interação entre o Si e o titânio presente na liga refinadora, que inibe sua ação inoculante aumentando assim, o tamanho de grão e de partícula primária. Além disso, especula-se que ao aumentar o teor de Si, a faixa de solidificação da liga diminui, havendo menos tempo de contato entre o refinador e a liga em questão.

No caso do Mg, devido à maior solubilidade deste elemento na matriz de alumínio, pode haver uma maior rejeição de soluto durante a solidificação facilitando a formação dendrítica e assim diminuindo a eficácia do refinador e o tamanho da partícula primária.

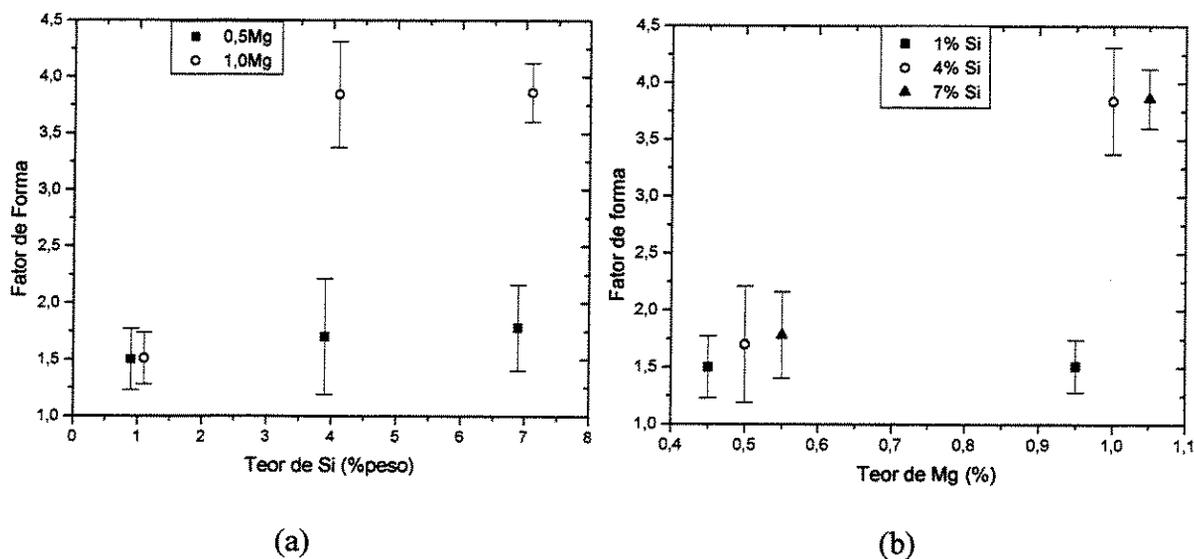


Figura 4.8. Fator de forma em função dos teores de Si e Mg.

A tabela 4.6 apresenta os valores de tamanho de partícula primária e fator de forma com seus respectivos desvios em função de cada liga estudada. Com relação ao fator de forma, observa-se um aumento brusco em seu valor médio quando as ligas aumentam seus teores de Si de 1 para 4%. De 4 para 7%, esses valores parecem estabilizar em valores médios de 1,7 para ligas com 0,5% de Mg e 3,85 para ligas com 1%Mg. O aumento do fator de forma com o aumento do teor de Si se dá novamente, pelo fato de existir uma provável interação entre Si e Ti na forma de um composto intermetálico que inibe a nucleação heterogênea, desta forma, a estrutura cresce com morfologia dendrítica gerando grãos maiores e mais complexos (figura 4.8). Além disso, o fenômeno da redução da faixa de solidificação ao aumentarmos o teor de Si também pode influenciar na formação dendrítica.

Tabela 4.6. Parâmetros microestruturais das ligas estudadas.

Liga	Tamanho de partícula primária (μm)	Fator de forma	RQI
<i>Al-7Si-0,5Mg</i>	<i>85,0±9,62</i>	<i>1,78±0,38</i>	<i>0,35</i>
<i>Al-4Si-0,5Mg</i>	<i>78,4±9,25</i>	<i>1,70±0,51</i>	<i>0,43</i>
<i>Al-1Si-0,5Mg</i>	<i>67,7±7,42</i>	<i>1,50±0,27</i>	<i>0,61</i>
<i>Al-7Si-1,0Mg</i>	<i>73,1±7,31</i>	<i>3,86±0,26</i>	<i>0,08</i>
<i>Al-4Si-1,0Mg</i>	<i>70,8±9,40</i>	<i>3,84±0,47</i>	<i>0,12</i>
<i>Al-1Si-1,0Mg</i>	<i>68,5±6,98</i>	<i>1,51±0,23</i>	<i>0,61</i>

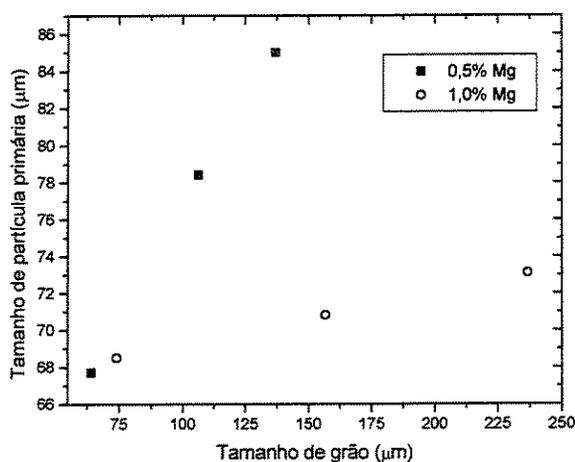


Figura 4.9. Tamanho de partícula primária em função do tamanho de grão.

Com relação ao Mg, seu aumento de teor leva a um aumento da formação dendrítica provavelmente devido ao aumento do super resfriamento constitucional, aumentando a faixa de crescimento.

Os valores de *RQI* aumentam à medida que o teor de Si diminui e são em média, maiores para as ligas com 0,5% de Mg. O *RQI* leva em conta somente a fase sólida, portanto, para o comportamento de viscosidade, deve-se levar em consideração os efeitos da fase sólida e da líquida. Como regra geral, quanto maior o *RQI* e mais Si no líquido (maior fluidez), menor será a viscosidade da pasta reofundida.

A figura 4.9 apresenta um gráfico de tamanho de partícula primária versus tamanho de grão. Esse gráfico auxilia na discussão sobre grão e glóbulo (partícula primária neste caso) e mostra que não necessariamente um grão representa um glóbulo. Existe sim uma relação direta entre ambos. Quanto maior o tamanho de grão, maior o tamanho de glóbulo ou partícula primária. Fazendo uma regressão linear para as ligas estudadas, encontraram-se os seguintes valores de correlação: para ligas com 1,0% Mg o $r=0,9996$ e para 0,5%Mg, $r=0,9990$ o que mostra que temos uma relação praticamente linear entre esses dois parâmetros. Com relação ao fator de forma, ele também aumenta com o aumento do tamanho de grão, afinal, quanto maior o tempo de crescimento, há mais tempo para a rejeição de soluto e formação dos braços dendríticos.

Utilizando a equação 3.1 que descreve o *Rheocast Quality Index (RQI)*, quantifica-se a eficiência do processo de obtenção de novas estruturas reofundidas por ultra-refino. Em uma estrutura reofundida perfeita, onde um grão corresponde a um glóbulo e a forma é de uma esfera perfeita, o *RQI* será igual a 1. A figura 4.10 apresenta a evolução do *RQI* em função dos teores de Si e Mg. Observamos que quanto maior o teor de Si, menor é o *RQI*, ou seja, quanto maior for a porcentagem do elemento Si, temos grãos maiores com microestrutura mais dendrítica. A princípio, esse fato deve levar a uma situação onde teremos dificuldade de processar tal material no estado semi-sólido. Da mesma forma, teor maior de Mg também reduz o *RQI* pelo mesmo motivo. Assim, podemos especular que as ligas estudadas com baixo teor de Si e baixo teor de Mg devem apresentar melhor performance quando forem tixoconformadas. Fazendo uma comparação com a liga A356 produzida por agitação eletromagnética (Zoqui, 2002), temos

valores de RQI idênticos e iguais a 0,35. Isso significa que a qualidade inicial da amostra para aplicação em processo semi-sólido é praticamente a mesma para essa liga.

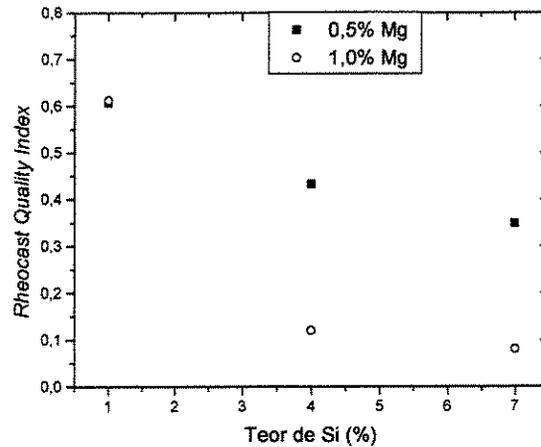


Figura 4.10. Eficiência das ligas estudada medidas pelo *Rheocast Quality Index*.

4.2. Análise de DTA

Os testes de DTA forneceram os valores da temperatura *liquidus* das ligas em estudo. A tabela 4.7 apresenta os valores das temperaturas *liquidus* obtidas. De posse desses valores foi possível calcular as temperaturas de tratamento térmico e para os testes de compressão. Neste trabalho utilizamos uma fração sólida de 0,45.

Utilizando os valores de coeficiente de partição (tabela 3.4) e a equação de Scheil (equação 3.2) foi possível calcular os valores de temperatura de trabalho respectivos à fração sólida desejada. A tabela 4.8 apresenta os valores calculados da temperatura de trabalho. De posse desses valores de temperatura, foi possível realizar os tratamentos térmicos e os testes de compressão.

Tabela 4.7. Resultados das temperaturas *liquidus* obtidos por testes de DTA.

<i>Liga</i>	<i>Temperatura liquidus (°C)</i>
<i>Al-7Si-0,5Mg</i>	612
<i>Al-4Si-0,5Mg</i>	620
<i>Al-1Si-0,5Mg</i>	632
<i>Al-7Si-1,0Mg</i>	596
<i>Al-4Si-1,0Mg</i>	603
<i>Al-1Si-1,0Mg</i>	630

Tabela 4.8. Temperaturas de trabalho ($f_s=0,45$).

<i>Liga</i>	<i>Temperatura de trabalho (°C)</i>
<i>Al-7Si-0,5Mg</i>	580
<i>Al-4Si-0,5Mg</i>	592
<i>Al-1Si-0,5Mg</i>	614
<i>Al-7Si-1,0Mg</i>	564
<i>Al-4Si-1,0Mg</i>	570
<i>Al-1Si-1,0Mg</i>	605

4.3 Tratamento térmico de globularização

O tratamento térmico de globularização tem como objetivo reaquecer a estrutura ao estágio semi-sólido onde a fase primária se esferoidizará gerando a microestrutura globular necessária para a etapa de compressão a quente. O estudo da evolução estrutural com o tempo de tratamento, é importante pois é possível saber qual é a estrutura da liga antes de ser tixoconformada.

Após o tratamento térmico de globularização, realizou-se uma análise estatística e metalúrgica em todas as amostras submetidas a todas as situações testadas.

4.3.1. Análise qualitativa macroestrutural

Analisando a figura 4.11 que mostra as macrografias das ligas tratadas a 0s, vemos claramente que se mantém o fato de ligas com maiores teores de Si e Mg apresentarem maiores tamanhos de grão. Na verdade, esse fato se mantém para todos os tempos de tratamento térmico testados. Para ligas com 4 e 7%Si podemos observar o início do processo de globularização, observando claramente o coalescimento de grãos e dos braços dendríticos de partículas primárias. Ligas com 1% de Mg e 4 e 7% de Si ainda estão bem dendríticas. No entanto, a liga com 4 % de Si se apresenta num processo de globularização mais avançado do que a liga com 7% de Si por apresentar menor fator de forma como será visto adiante. É possível notar mais de um glóbulo formando um grão em alguns casos. Da mesma maneira, observa-se que em amostras com 1% de Si existem situações onde temos um grão correspondendo exatamente a um glóbulo.

No tempo de 90s (figura 4.12), temos um aumento do tamanho de grão que pode ser observado claramente. A amostra com 4% de Si e 1% de Mg evidencia o fenômeno de coalescimento de braços dendríticos e os grãos crescem com quantidades consideráveis de líquido retido. As amostras com 0,5 % de Mg apresentaram sinais de globularização mesmo nas ligas com 1 % de Si.

Ao final dos 210s (figura 4.13), pode-se observar que as amostras com 0,5 % de Mg se apresentam mais globulares e os grãos são menores. O contrário das amostras com 1,0% de Mg e 4 e 7% de Si que se apresentam com morfologia dendrítica e pouco globularizada, além de apresentarem um tamanho de grão elevado em comparação com as ligas com baixo teor de Mg.

4.3.2. Análise qualitativa microestrutural

A figura 4.14 apresenta as microestruturas das ligas estudadas no tempo de globularização de 0s. Como se pode observar, à medida que o teor de Si aumenta, a amostra sofre um coalescimento sem perder as características dendríticas, ou seja, a estrutura passa de dendrítica fina para dendrítica grossa sem globularização aparente, em ambos teores de Mg. No entanto, em amostras com teores de Mg de 1% a formação dendrítica é mais intensa conforme mostrou a

tabela 4.6 sem tratamento térmico, com exceção das amostras com 1%Si. O teor de eutético é maior à medida que os teores de Si e Mg aumentam conforme comentado anteriormente no item 4.1.1. Além disso, à medida que o teor de Si aumenta, o tamanho das partículas primárias também crescem, mantendo a tendência das amostras brutas de fusão. Podendo ser observado o início do fenômeno da globularização.

A figura 4.15 apresenta as ligas globularizadas por tempo de 90s. Já é possível observar a ocorrência do processo de globularização onde a fase primária rica em Al, começa a se esferoidizar devido à ação dos fenômenos de redução de energia superficial. É possível observar estruturas bem globulares em ligas com teores de 0,5%Mg. A liga Al-7Si-1Mg é a mais crítica por apresentar a estruturas muito dendrítica ainda, a liga Al-4Si-1Mg, mostra claramente um estágio de globularização não completado. As ligas com 1%Si, não apresentam uma variação significativa em sua morfologia, pois a baixa fração de eutético não viabiliza os fenômenos de globularização embora ocorra de forma pouco pronunciada.

A figura 4.16 apresenta as microestruturas das ligas tratadas à 210s. O aumento do tamanho dos glóbulos é evidente e mais claro em amostras das ligas com 0,5%Mg. A liga Al-7Si-1Mg ainda se apresenta de forma dendrítica levando a crer que sua globularização deve levar um tempo maior.

As figuras 4.17, 4.18 e 4.19, apresentam as mesmas micrografias num aumento maior. É possível visualizar com detalhes os contornos das ligas com 1%Si que apresentam baixa fração de eutético em virtude disso, observa-se que essas ligas quase não apresentaram mudanças significativas em sua morfologia e dimensão com o aumento do tempo de globularização.

Outro fato importante a se notar é a presença de líquido retido (*entrapped liquid*). Observamos que amostras que contém maior teor de Mg, apresentam uma maior fração volumétrica de líquido retido, isso porque essas amostras possuem uma formação original mais dendrítica. Dessa maneira, quando se reaquece a amostra ao estado semi-sólido (tratamento térmico), a segunda fase funde primeiro favorecendo os mecanismos de redução de energia superficial da fase α que tendem a globularizar a estrutura. No entanto, os braços dendríticos

quando coalescem podem circundar uma porção de líquido retendo-o dentro da estrutura. Desta maneira, metais com estruturas dendríticas ou na forma de pequenas rosetas, tendem a formar com mais facilidade o chamado líquido retido.

Em algumas situações, podemos observar a formação de pequenas dendritas entre os glóbulos. Isso significa que durante o resfriamento, alguns pontos localizados na fase α podem apresentar concentração de soluto suficiente para que gere um super resfriamento, rejeição de soluto e conseqüentemente uma formação dendrítica.

4.3.3. Análise quantitativa macroestrutural

A análise quantitativa macroestrutural envolveu a avaliação da evolução do tamanho de grão em função do tempo de permanência no estágio semi-sólido. Em todas as análises uma análise estatística foi realizada conjuntamente com uma análise metalúrgica.

Análise estatística: a tabela 4.9 apresenta os resultados obtidos após teste de comparação de médias realizados no software Statistica 5.0 usando o método ANOVA. Foram comparadas e testadas as influências das variáveis teor de Si, teor de Mg e tempo de globularização no tamanho de grão das ligas estudadas. Como pode se observar, todas as variáveis influenciam no tamanho de grão pois todos os valores de $p < 0,05$.

As figuras 4.20, e 4.21 apresentam as superfícies de resposta mostrando a evolução do tamanho de grão em função do teor de Si, Mg e tempo de globularização. Observa-se que os maiores tamanhos de grão estão em ligas com maiores teores de Si e Mg a partir da composição de 4%Si. Além disso, ligas com teor de 1% de Si têm seu tamanho de grão pouco afetado pelo tempo de globularização, cuja explicação, será vista adiante.

Um fato interessante é o comportamento quase linear apresentado na figura 4.21 para o efeito do Mg. No gráfico 4.20, o modelo matemático apresenta variável x como sendo o tempo de globularização, y como teor de Si e z o tamanho de grão. No gráfico 4.21, o modelo matemático

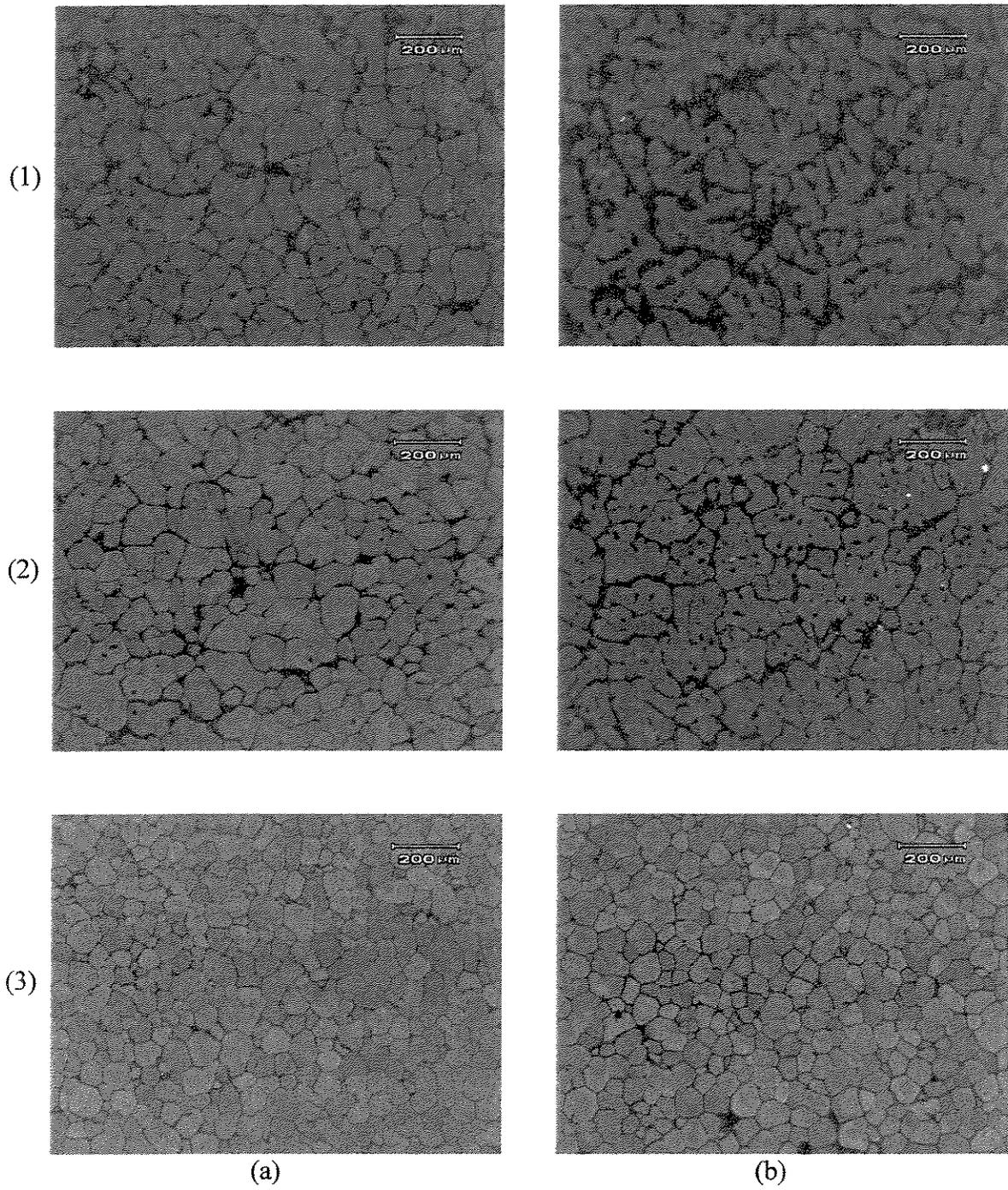


Figura 4.11. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 0s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg.

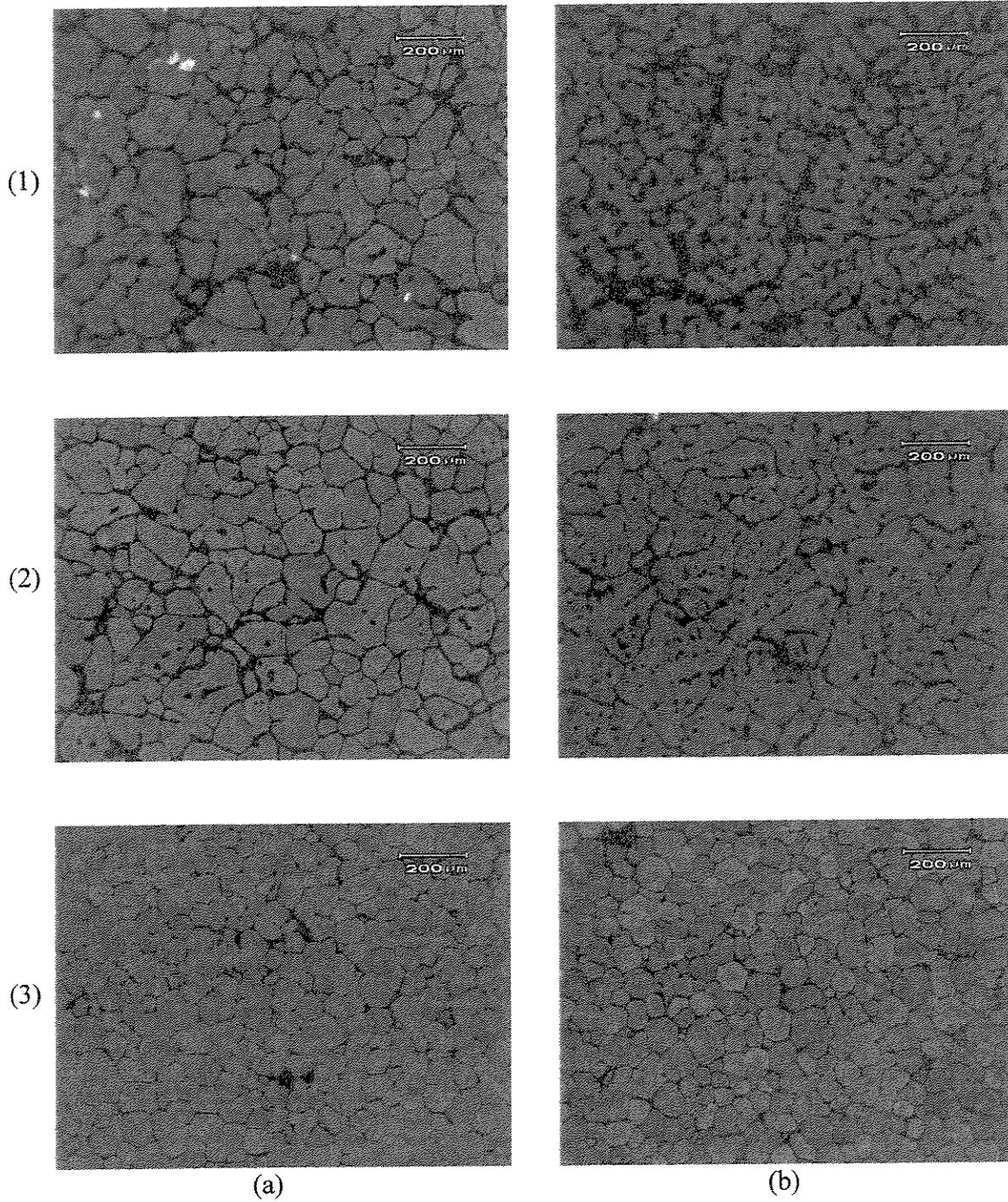


Figura 4.12. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 90s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg.

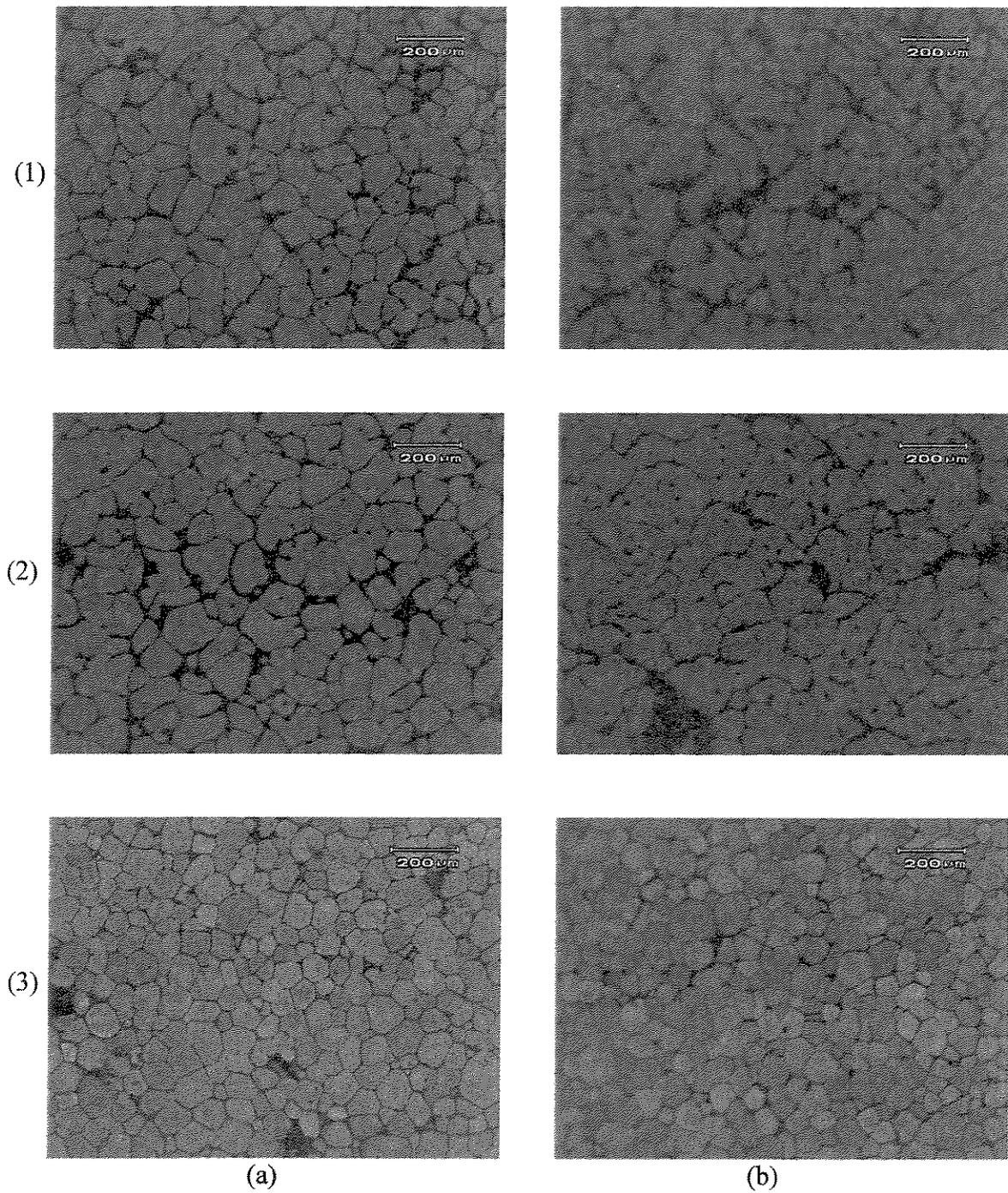


Figura 4.13. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 210s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg.

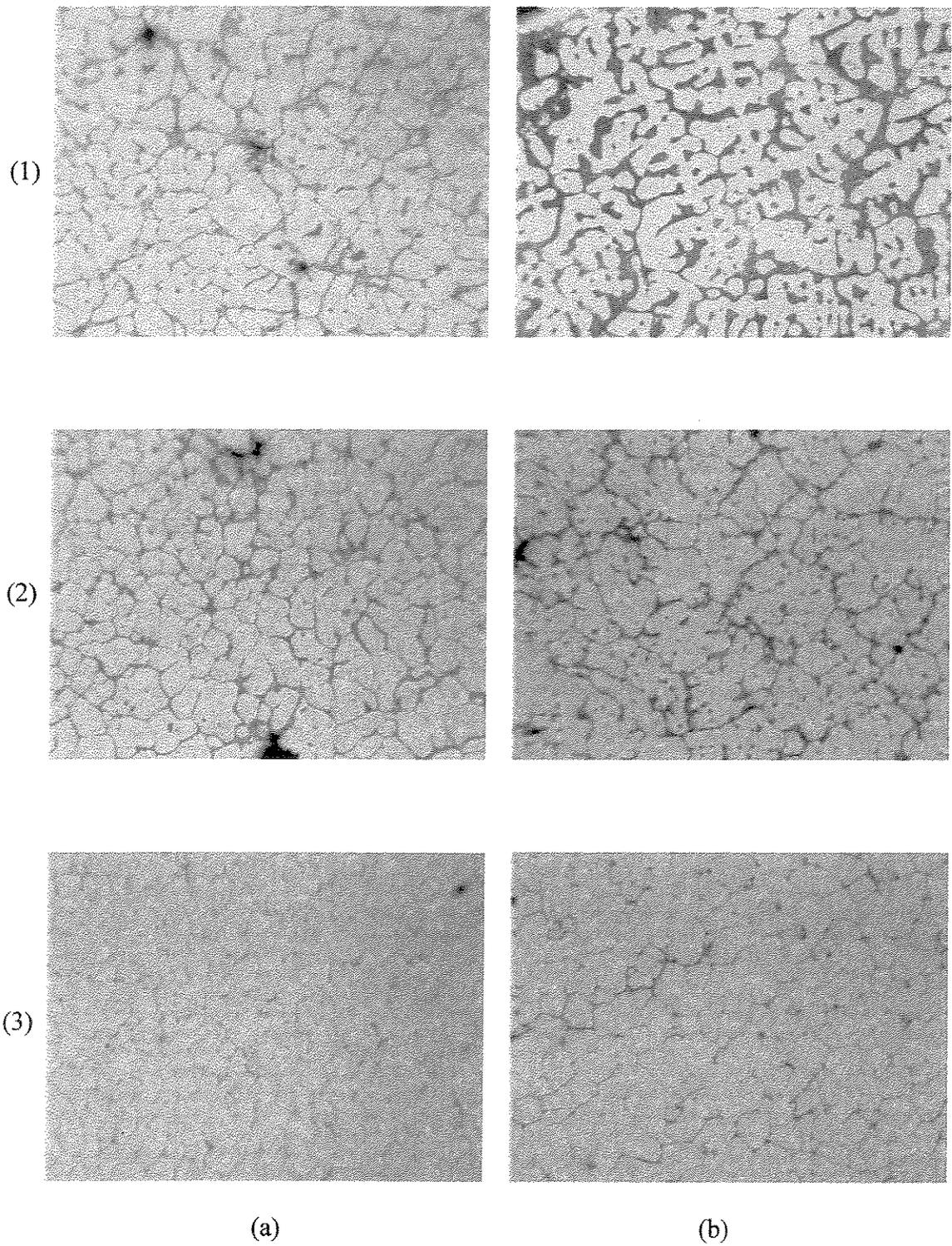


Figura 4.14. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 0s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg. Aumento (40X)

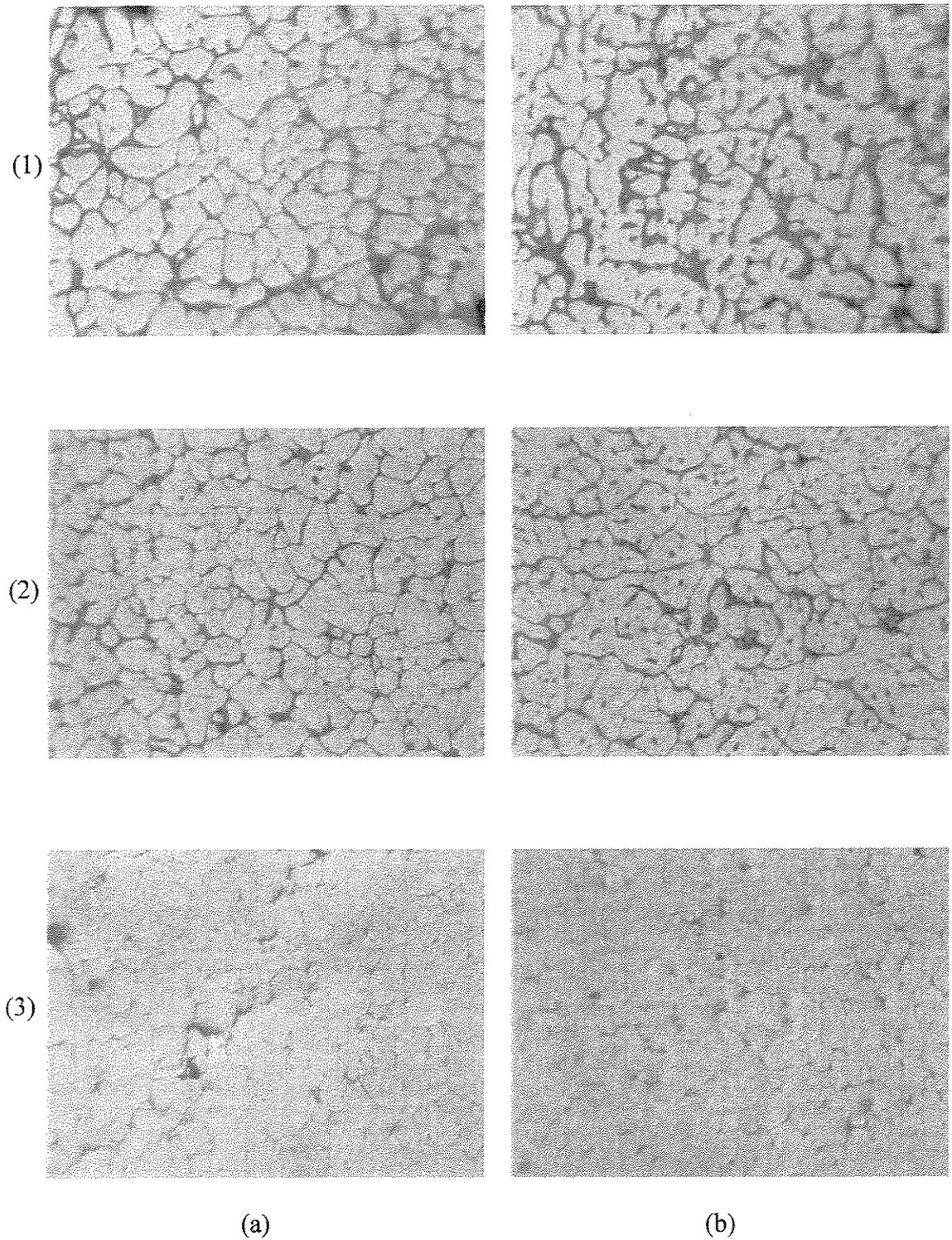


Figura 4.15. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 90s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg. Aumento (40X)

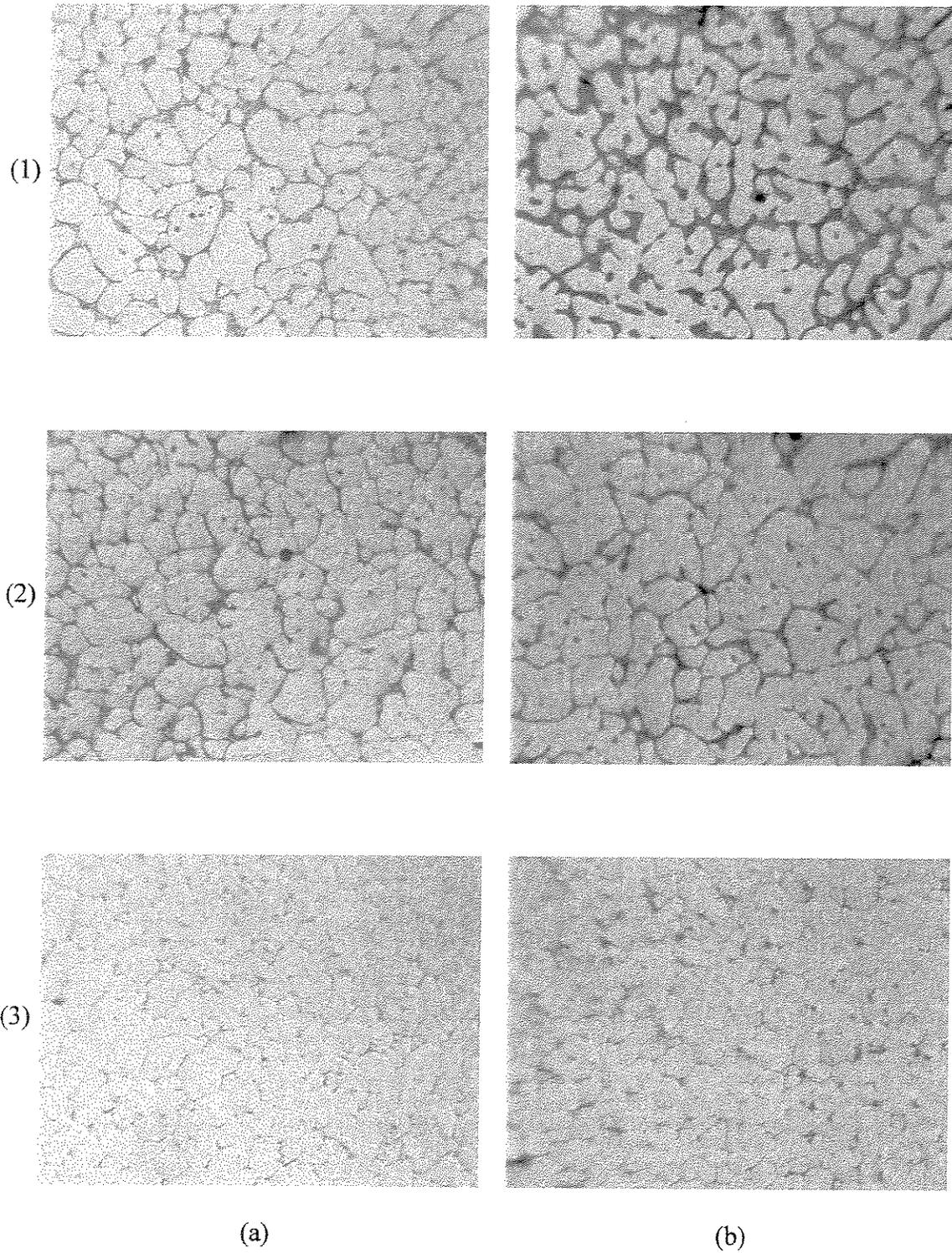


Figura 4.16. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 210s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg. Aumento (40X).

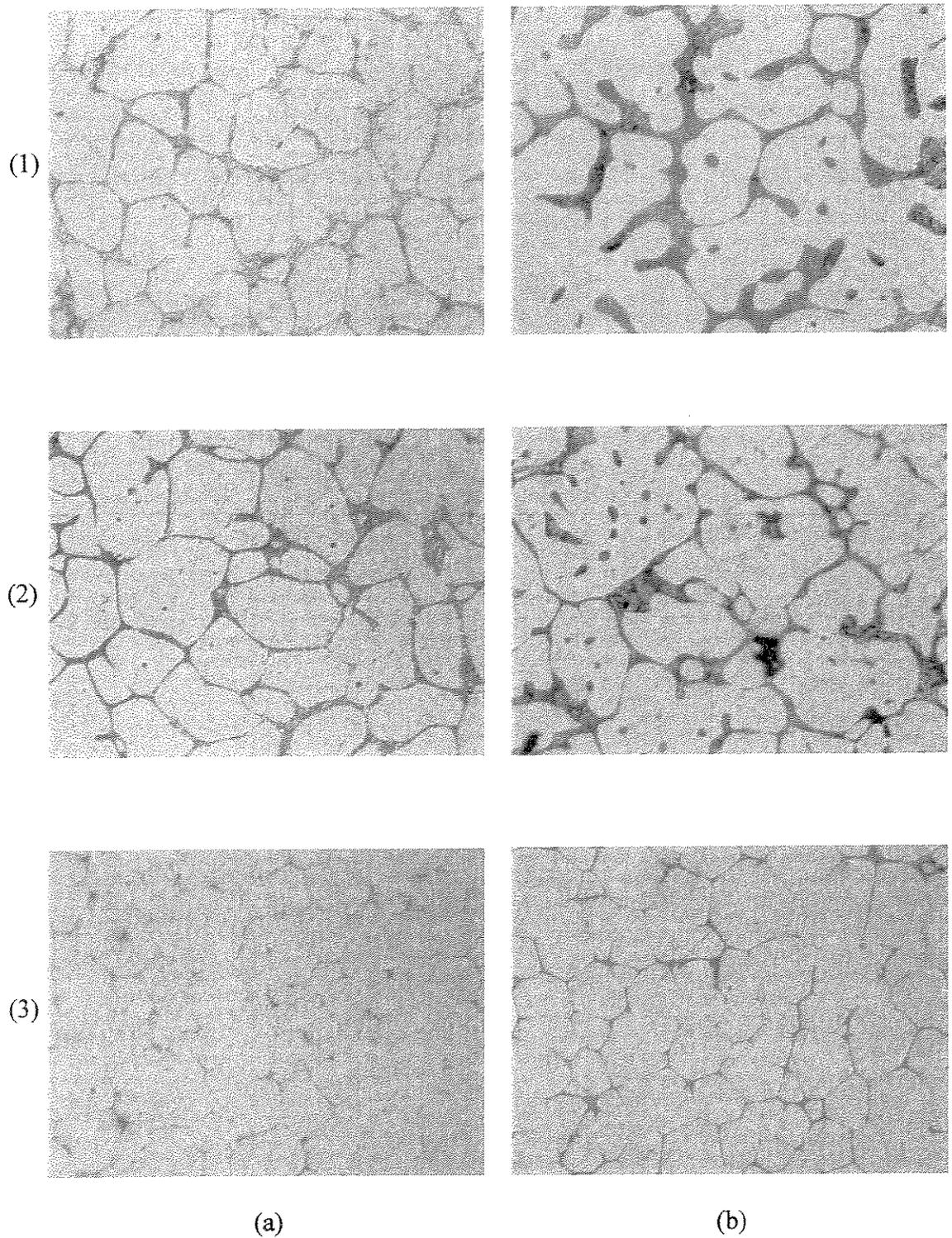


Figura 4.17. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 0s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg. Aumento (100X).

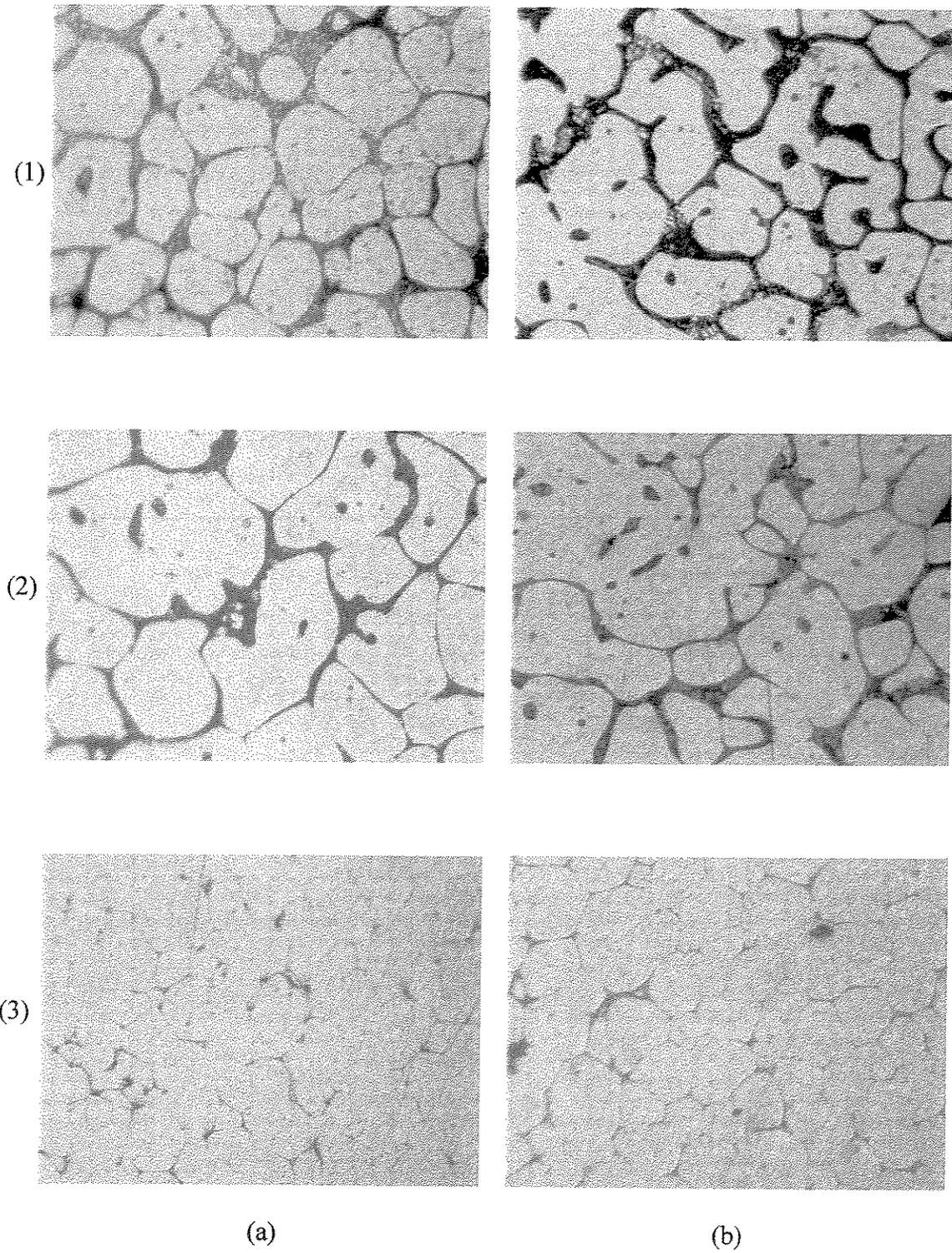


Figura 4.18. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 90s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg. Aumento (100X).

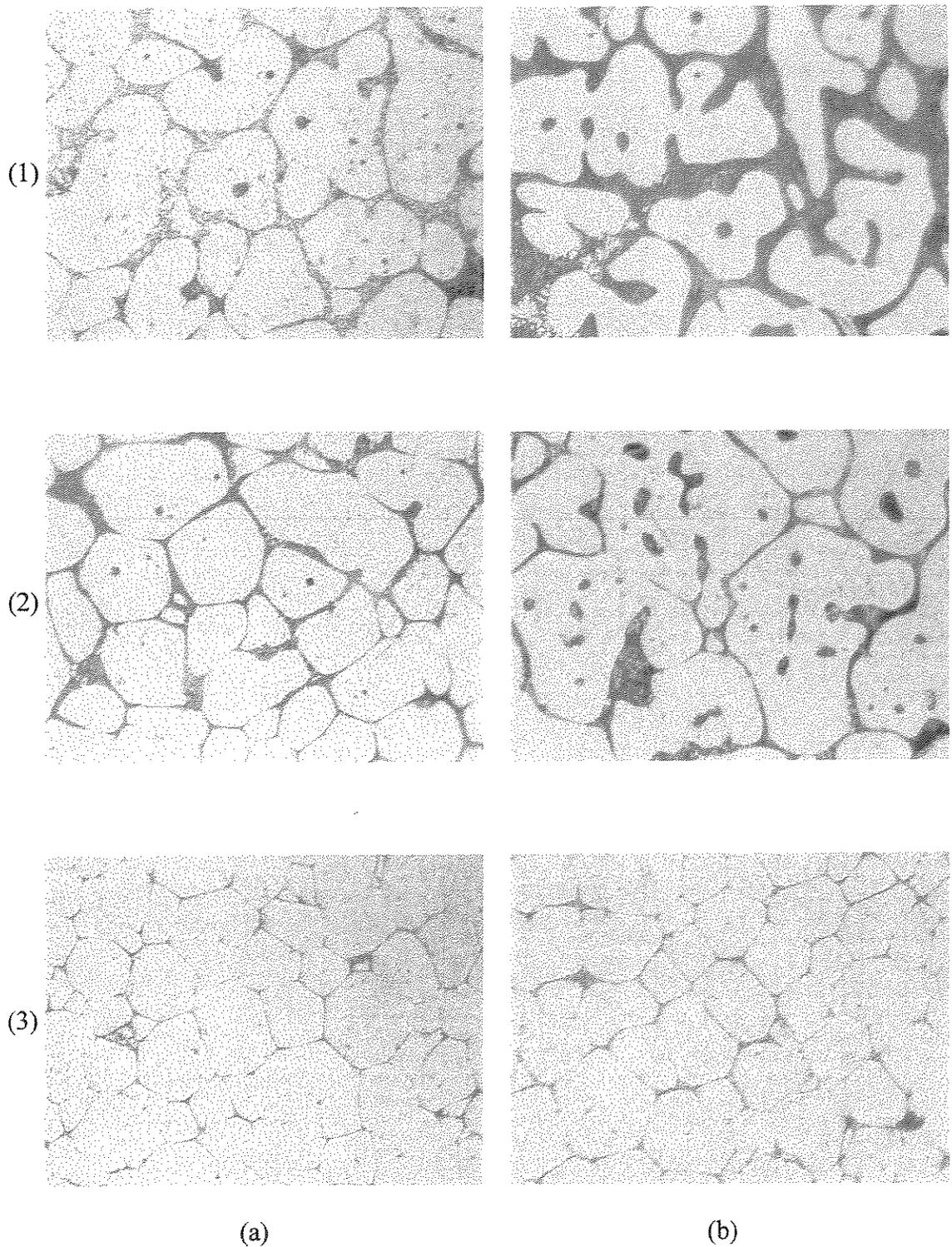


Figura 4.19. Modificações estruturais das ligas estudadas com tempo de globularização de 210s. (1) 7%Si, (2) 4%Si, (3) 1%Si; (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg. Aumento (100X).

apresenta variável x como sendo o tempo de globularização, y como teor de Mg e z o tamanho de grão.

Tabela. 4.9. Resultados estatísticos para tamanho do grão.

Variável de influência	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Média dos quadrados	Fo	P
Tempo de globularização	15889,8	1	15889,8	7,09	0,0092
Teor de Si	333250,5	1	333250,5	148,89	0,0000
Teor de Mg	194514,5	1	194514,5	86,90	0,0000

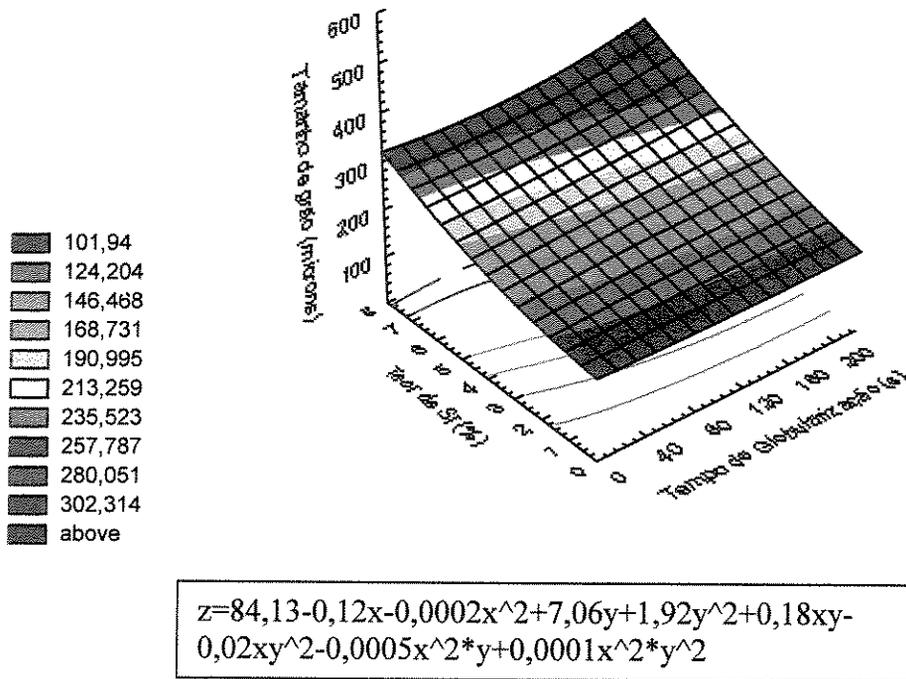


Figura 4.20. Superfície de resposta da influência do tempo de globularização e do teor de Si no tamanho de grão.

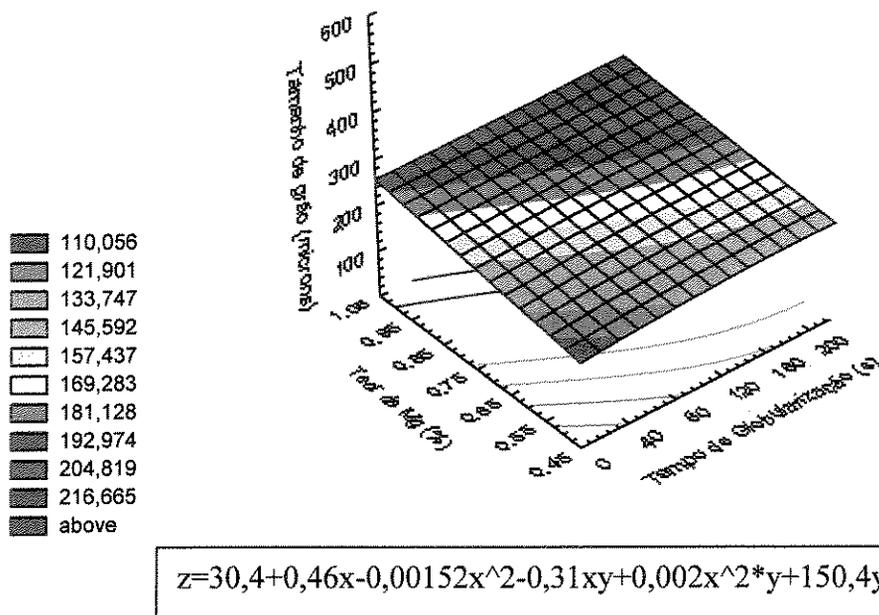


Figura 4.21. Superfície de resposta da influência do tempo de globularização e do teor de Mg no tamanho de grão.

Análise Metalúrgica: a figura 4.22 sintetiza os dados anteriores e mostra a evolução do tamanho de grão em função do teor de Si, Mg e tempo de globularização.

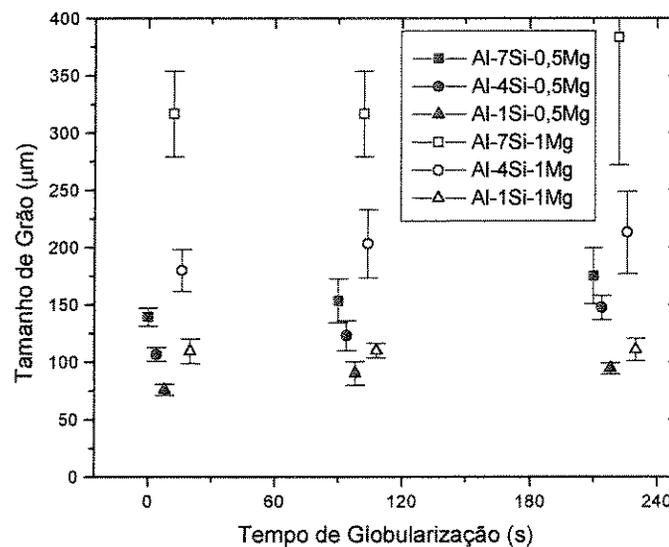


Figura 4.22. Evolução do tamanho de grão em função do tempo de globularização.

Como pode se observar, todas as ligas apresentam crescimento em função do aumento do tempo de globularização. Em ligas que apresentam estruturas mais dendríticas que possuem maior tamanho de grão, tem-se uma maior área superficial e dessa forma ela será mais apta a incorporar maiores quantidades de matéria conforme o mecanismo de *Ostwald Ripening*. No entanto, esse fenômeno é melhor avaliado quando se analisa a fase primária em termos volumétricos.

A equação clássica de LSW (Lifshitz, Slyozov e Wagner, 1961) permite calcularmos a evolução do tamanho de grão e glóbulo em termos volumétricos.:

$$D^n - D_o^n = D_o^n kt = Kt$$

onde D é o tamanho médio de grão e $K (D_o^n k)$ é a taxa de crescimento considerada constante com o expoente n variando entre 2 e 3 (para crescimento de grão devido a difusão como Ripening) e 4 para os casos de crescimento predominante por coalescimento de interfaces. Como ambos os mecanismos estão presentes, utilizaremos o expoente $n=3$. Para análise de grãos, chamaremos a taxa de crescimento como macro K .

A tabela 4.10 ilustra os valores de tamanho de grão e os valores de taxa de crescimento (K) para as ligas estudadas. Juntamente com a figura 4.23, pode-se observar melhor o fenômeno do crescimento do grão. As amostras que apresentaram estruturas mais dendríticas, são as que apresentam maiores taxas de crescimento, pois possuíam maiores tamanhos de grão iniciais. Neste caso, adotamos D_o como sendo o tamanho de grão do material bruto de fusão.

Tabela 4.10. Parâmetros macroestruturais das ligas estudadas.

Liga	Tempo de Globularização (s)	Tamanho de Grão (μm)	Macro K ($\mu\text{m}^3/\text{s}$)
Al-7Si-0,5Mg	0	139,3 \pm 7,9	
	90	153,6 \pm 19,0	12860
	210	175,2 \pm 24,6	
Al-4Si-0,5Mg	0	106,7 \pm 6,1	
	90	123,0 \pm 13,1	9633
	210	147,6 \pm 10,6	
Al-1Si-0,5Mg	0	76,0 \pm 4,9	
	90	90,2 \pm 10,2	1878
	210	94,5 \pm 4,9	
Al-7Si-1,0Mg	0	316,7 \pm 37,3	
	90	316,7 \pm 37,3	121640
	210	383,3 \pm 111,1	
Al-4Si-1,0Mg	0	180,0 \pm 18,3	
	90	203,3 \pm 29,8	18051
	210	213,3 \pm 36,1	
Al-1Si-1,0Mg	0	109,5 \pm 6,3	
	90	110,1 \pm 9,9	243
	210	110,9 \pm 10,7	

Pode-se comparar esses valores com o trabalho de Zoqui (2002), que obteve valores de macro K de 1297 $\mu\text{m}^3/\text{s}$ para amostras da liga A356 obtidas por agitação eletromagnética (liga A356 correspondente à Al-7Si-0,5Mg deste trabalho) e 46538 $\mu\text{m}^3/\text{s}$ para a mesma liga fundida convencionalmente. Assim, conclui-se que quanto mais dendrítica for a liga maior deve ser o macro K, pois maior será a área superficial e como consequência, maior o volume da partícula primária. Na agitação eletromagnética, a partícula primária deve estar bem mais fragmentada do que no ultra-refino, desta forma a taxa de crescimento (macro K) deve ser menor.

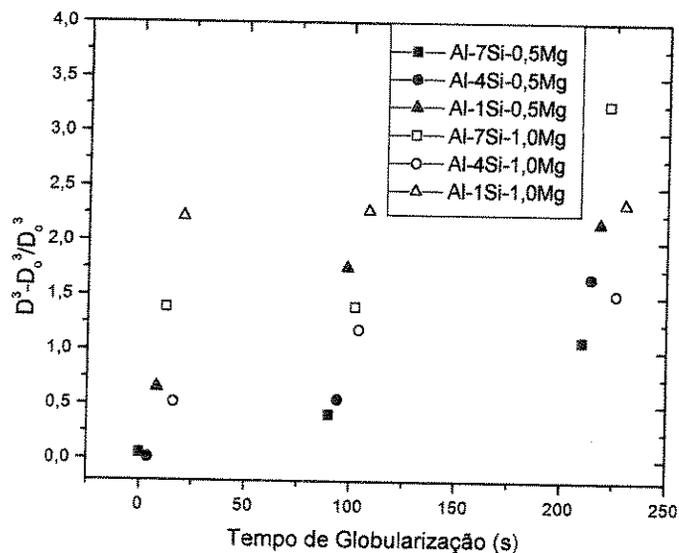


Figura 4.23. Evolução do tamanho de grão com o tempo de globularização segundo a lei de LSW.

4.3.4. Análise quantitativa microestrutural

A análise quantitativa microestrutural envolveu a avaliação da evolução do tamanho de glóbulo e fator de forma em função da permanência no estado semi-sólido. Em todos os casos uma análise estatística foi realizada conjuntamente com uma análise metalúrgica.

Análise estatística: a tabela 4.11 mostra os resultados obtidos após teste de comparação de médias realizados no software Statistica 5.0 usando o método ANOVA. Foram comparadas e testadas as influências das variáveis teor de Si, teor de Mg e tempo de globularização no tamanho de glóbulo das ligas estudadas. Como pode se observar, todas as variáveis influenciam no tamanho de glóbulo pois todos os valores de $p < 0,05$.

As figuras de 4.24 e 4.25 mostram as superfícies de resposta obtidas. Como se pode observar, os tamanhos de glóbulos foram maiores com os maiores tempos de globularização, com os maiores teores de Si e maiores teores de Mg. Um polinômio também pode ser ajustado à superfície de resposta, pois com a influência dos 3 fatores na variável de resposta, ele se torna

válido. Com a posse dessa equação pode-se prever valores de tamanho de glóbulo em função dos valores de teor de Si, Mg e tempo de globularização. Nestas equações, o valor de z representa o tamanho de glóbulo. Na figura 4.24, x é o tempo de globularização e y é o teor de Si. Na figura 4.25, x é o tempo de globularização e y é o teor de Mg.

Tabela. 4.11. Resultados estatísticos para tamanho do glóbulo.

Variável de influência	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Média dos quadrados	Fo	P
Tempo de globularização	3709,9	1	3709,9	28,8	0,0000
Teor de Si	47337,3	1	47337,3	367,7	0,0000
Teor de Mg	20548,1	1	20548,1	159,6	0,0000

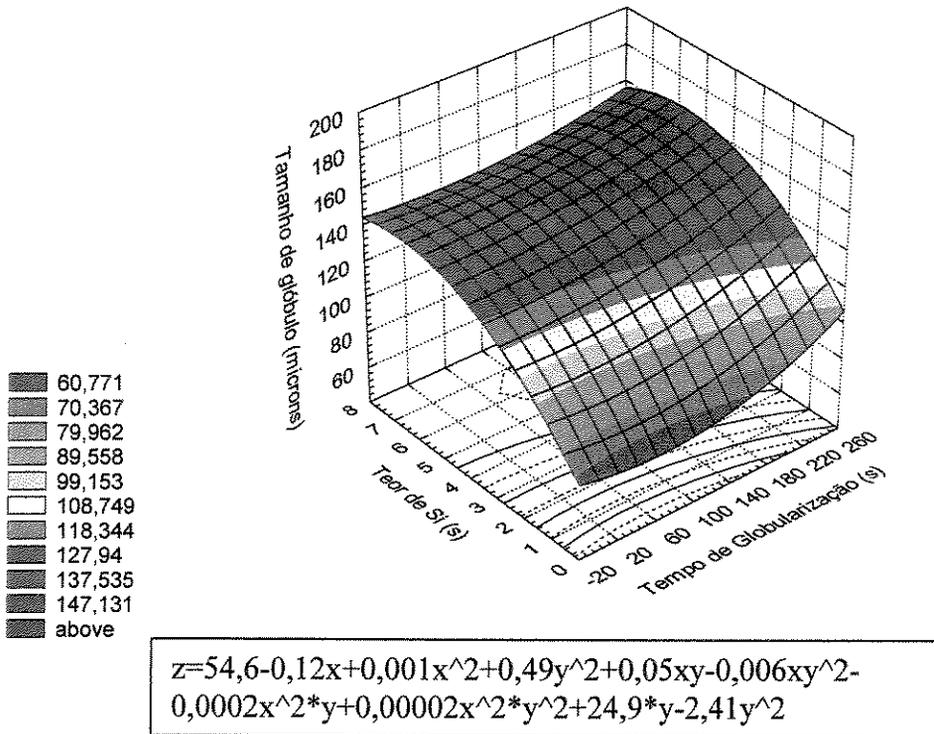


Figura 4.24. Superfície de resposta da influência do tempo de globularização e do teor de Si no tamanho de glóbulo.

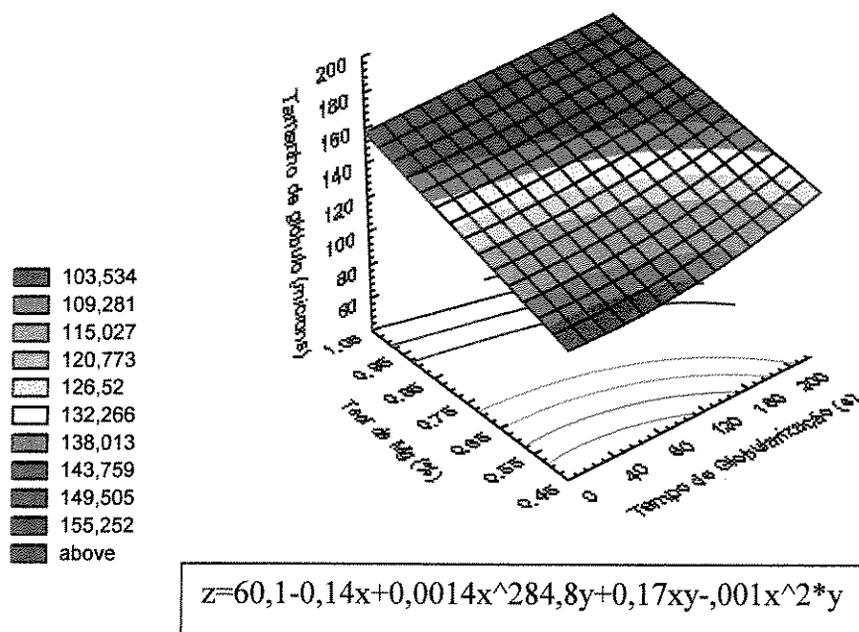


Figura 4.25. Superfície de resposta da influência do teor de Mg e do tempo de globularização no tamanho de glóbulo.

Uma segunda análise estatística foi realizada agora com o parâmetro fator de forma utilizando os mesmos parâmetros e software para o caso das partículas primárias. Como se pode observar, somente o tempo de globularização não influencia estatisticamente no fator de forma, visto que, o p é $> 0,05$ (tabela 4.12). As figuras 4.26 e 4.27 mostram as superfícies de resposta obtidas. Como podemos observar, os fatores de forma foram maiores com os menores tempos de globularização e maiores teores de Si. Nesta análise não foram ajustados polinômios, visto que, houve somente a influência de duas variáveis, teor de Si e Mg. Tem-se que o tempo de globularização implica no crescimento do grão mas não em verdadeira globularização.

Tabela. 4.12. Resultados estatísticos para o fator de forma.

Variável de influência	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Média dos quadrados	Fo	P
Tempo de globularização	0,12	1	0,12	2,18	0,1400
Teor de Si	13,5	1	13,5	239,8	0,0000
Teor de Mg	14,9	1	14,9	264,4	0,0000

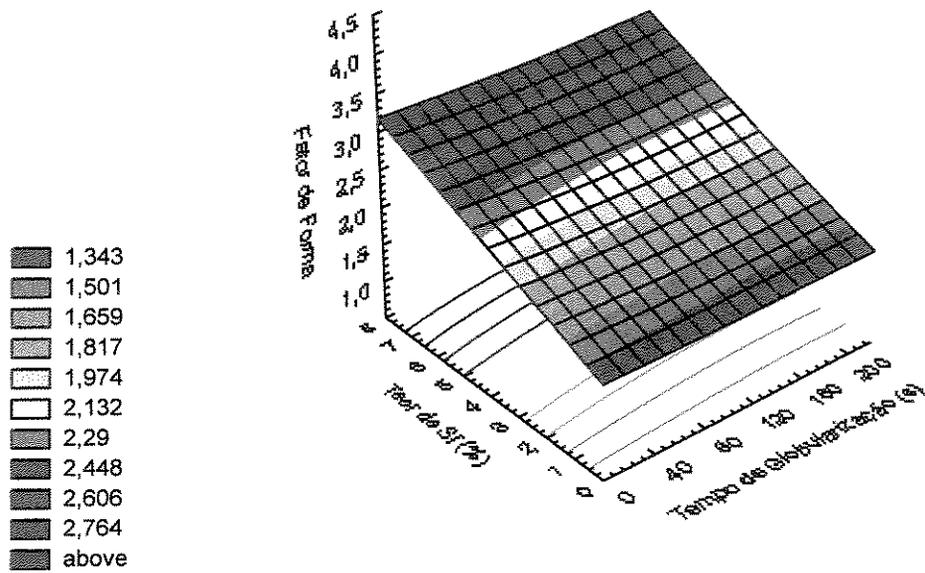


Figura 4.26. Superfície de resposta da influência do tempo de globularização e do teor de Si no fator de forma.

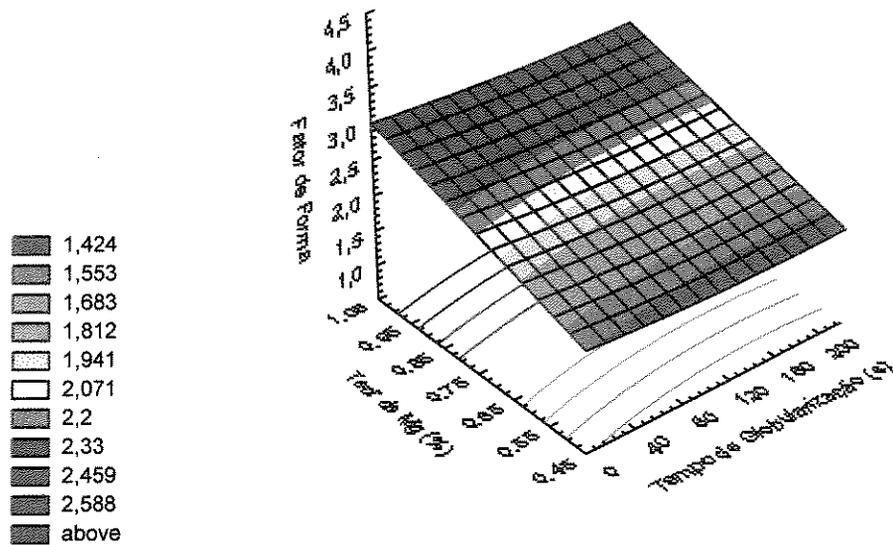


Figura 4.27. Superfície de resposta da influência do teor de Mg e do tempo de globularização no fator de forma.

Análise Metalúrgica: a figura 4.28 sumariza as análises envolvendo teores de Si, Mg, tempo de globularização em função do tamanho de glóbulo e fator de forma.

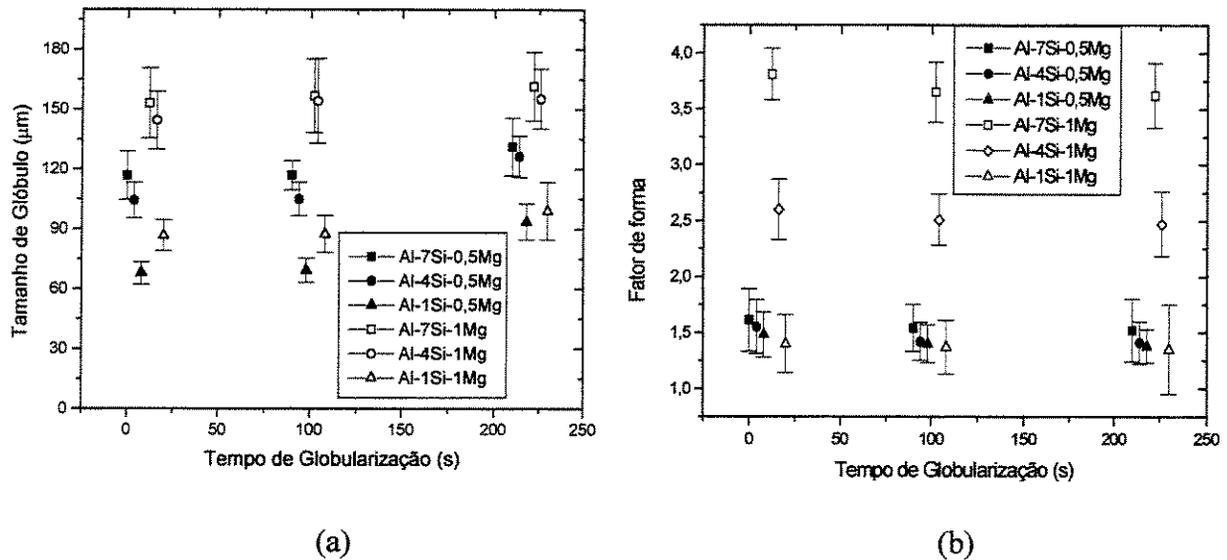


Figura 4.28. Evolução do tamanho de glóbulo e fator de forma em função do tempo de globularização.

Analisando a figura acima, observa-se que para ligas com 0,5% de Mg, existe uma evolução clara do tamanho de glóbulo com o tempo de globularização. Já para as ligas com 1,0% de Mg esse fenômeno não é tão claro. Talvez pelo fato de que as amostras com 4 e 7% de Si nesse teor de Mg estarem muito dendríticas e por isso o tempo não foi suficiente para efetivar a globularização prevista. Dessa forma, à medida que o tempo evolui o processo de globularização se dá de forma muito lenta.

A análise da tabela 4.13 permite também visualizar a complexidade das estruturas obtidas. As maiores taxas de crescimento (micro K) são respectivas às estruturas que partiram com maior tamanho de partícula primária e como consequência neste estudo, mais dendrítica. No entanto, as amostras com 4 % de Si foram as que apresentaram maior valor de micro K. Isso porque, a microestrutura que as originou se aglomerou mais rapidamente do que as estruturas com 7 % de Si fazendo com que os glóbulos crescessem numa velocidade maior.

Tabela 4.13. Parâmetros microestruturais das ligas estudadas.

Liga	Tempo de Globularização (s)	Tamanho de Glóbulo (μm)	Fator de Forma	Micro K ($\mu\text{m}^3/\text{s}$)	RQI
Al-7Si-0,5Mg	0	116,6 \pm 12,1	1,61 \pm 0,28		0,52
	90	116,7 \pm 7,4	1,54 \pm 0,21	3308	0,49
	210	131,1 \pm 14,4	1,52 \pm 0,28		0,49
Al-4Si-0,5Mg	0	104,2 \pm 8,4	1,55 \pm 0,24		0,63
	90	104,8 \pm 8,8	1,42 \pm 0,17	4349	0,60
	210	126,2 \pm 10,4	1,41 \pm 0,19		0,61
Al-1Si-0,5Mg	0	67,7 \pm 5,5	1,48 \pm 0,20		0,60
	90	69,1 \pm 6,0	1,40 \pm 0,17	2503	0,55
	210	93,5 \pm 9,0	1,38 \pm 0,15		0,71
Al-7Si-1,0Mg	0	152,9 \pm 17,6	3,81 \pm 0,23		0,13
	90	156,6 \pm 18,4	3,65 \pm 0,27	2962	0,13
	210	161,3 \pm 17,3	3,62 \pm 0,29		0,11
Al-4Si-1,0Mg	0	144,2 \pm 14,5	2,60 \pm 0,27		0,31
	90	154,0 \pm 21,2	2,51 \pm 0,23	3489	0,30
	210	155,1 \pm 15,0	2,47 \pm 0,29		0,29
Al-1Si-1,0Mg	0	86,6 \pm 7,7	1,40 \pm 0,26		0,56
	90	87,3 \pm 9,2	1,37 \pm 0,24	1568	0,58
	210	98,9 \pm 14,4	1,35 \pm 0,40		0,66

Já as ligas com 1% de Si, apresentaram os menores valores de micro K. Isso porque a amostra já se encontrava bastante refinada e, além disso, por serem compostas de praticamente fase α somente, os fenômenos de globularização e engrossamento são prejudicados.

Comparando os resultados obtidos com os valores do micro K retirado de Zoqui (2002) onde as amostras foram produzidas por agitação eletromagnética, temos para esse último o valor de $1696\mu\text{m}^3/\text{s}$ para a liga A356 correspondente à liga Al-7Si-0,5Mg deste trabalho que

apresentou valor de $3308\mu\text{m}^3/\text{s}$. Isso nos leva a crer que a agitação eletromagnética deve promover uma maior refino da estrutura.

Na análise do fator de forma, observa-se que existe uma queda em seu valor com o aumento do tempo de globularização em virtude dos fenômenos de redução de energia superficial que tendem a tornar a fase primária mais esférica. Esse fato pode não ser facilmente visualizado pois trata-se de um parâmetro sensível cujas reduções mínimas em seu valores são bastante significativas durante o processamento no estado semi-sólido. Em ligas com 1% de Si que apresentam baixíssima fração de eutético esse fenômeno tende a ser menos pronunciado ainda.

A figura 4.29 apresenta a evolução do *RQI* com o tempo de globularização. Observa-se que de forma geral para as ligas que contém 0,5 % de Mg, tem-se um aumento do *RQI* com o aumento do tempo de tratamento. No entanto, as amostras das ligas contendo 1,0% de Mg não tiveram variação significativa com o tempo de globularização. Isso é devido à estrutura bruta de fundição apresentar maior tamanho de grão e ser mais dendrítica. Esses fatores fazem com que seja necessário um maior tempo de tratamento para a ocorrência de uma efetiva globularização da

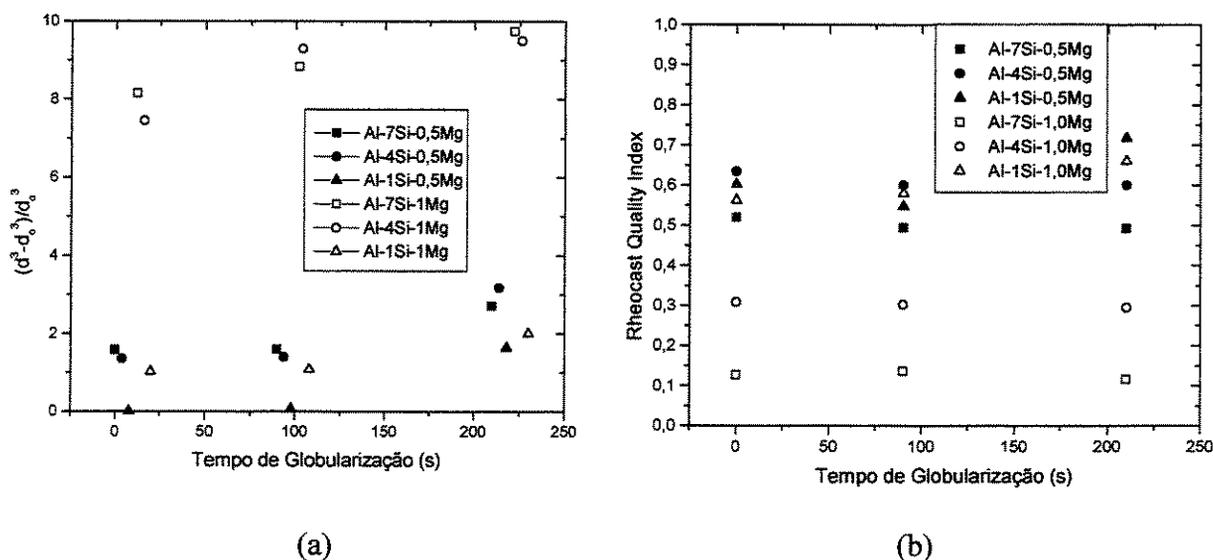
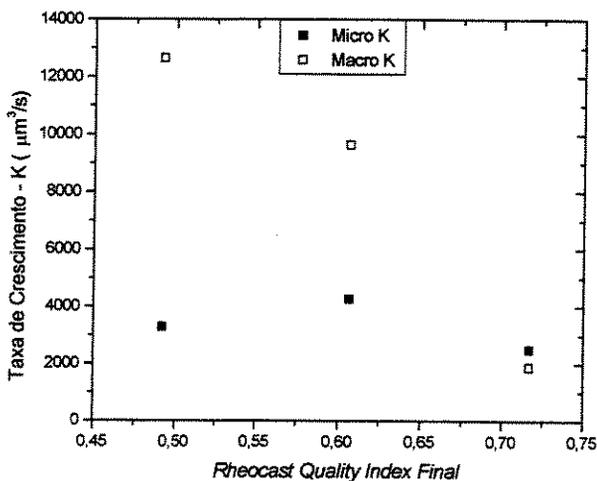


Figura 4.29. Evolução do tamanho de glóbulo de acordo com a lei de LSW (a) e evolução do *Rheocast Quality Index* em função do tempo de globularização.

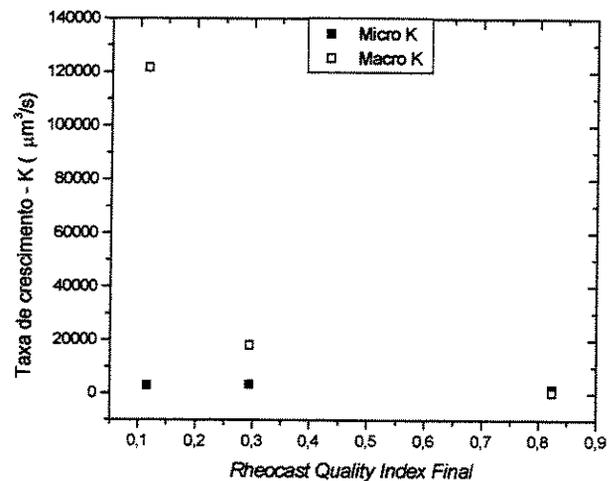
estrutura. Com exceção da liga Al-7Si-1,0Mg que apresentou valores baixos de *RQI*. Uma boa matéria-prima reofundida deve gerar uma estrutura com alto *RQI*, dessa forma, as ligas com 1,0% de Mg devem apresentar a princípio, os piores resultados durante o processamento semi-sólido do material, com exceção da liga com 1,0% de Si. A tabela 4.14 apresenta os valores do *RQI* final calculados com o maior tempo de globularização (210s) onde se espera que tenha ocorrido a máxima globularização da estrutura. Espera-se que as ligas Al-1Si-0,5Mg e Al-1Si-1Mg tenham melhor comportamento reológico devido aos maiores valores de *RQI*. No entanto, esse parâmetro leva em consideração somente a fase sólida. É preciso analisar conjuntamente com a fase líquida.

Tabela 4.14. Parâmetros estruturais das ligas estudadas.

Liga	Micro K	Macro K	RQI Final
Al-7Si-0,5Mg	3308	12860	0,49229
Al-4Si-0,5Mg	4349	9633	0,60639
Al-1Si-0,5Mg	2503	1878	0,71697
Al-7Si-1,0Mg	2962	121640	0,11625
Al-4Si-1,0Mg	3489	18051	0,29439
Al-1Si-1,0Mg	1568	243	0,66539



(a)



(b)

Figura 4.30. Evolução da taxa de crescimento de grão (macro K) e da taxa de crescimento de glóbulo (micro K) com o RQI. (a) 0,5% Mg e (b) 1,0% de Mg.

Analisando essa tabela juntamente com a figura 4.30, observamos que quanto maior o *RQI* atingido, menor é a taxa de crescimento tanto macro quanto micro. Porém, com relação a esta última, a variação parece não ser significativa. Isso indica que para se ter uma excelente matéria-prima reofundida, sua macro e microestrutura devem ser idênticas, ou seja, o *RQI* deve ser alto.

Na figura 4.30 (a) temos a variação dos pontos da esquerda para direita relativos à liga Al-7Si-0,5Mg, Al-4Si-0,5Mg e Al-1Si-0,5Mg respectivamente, confirmando os comentários anteriores de que ligas com maiores teores de Si apresentam maiores taxas de crescimento e menores valores de *RQI*. O mesmo para a figura 4.30 (b) onde a variação dos pontos da esquerda para direita são relativos à liga Al-7Si-1,0Mg, Al-4Si-1,0Mg e Al-1Si-1,0Mg respectivamente.

O reaquecimento dos metais ao estágio semi-sólido somente tem sentido para a tixoconformação, pois possibilita especular uma previsão do comportamento do reofundido durante o processo, para tanto o item seguinte tratará da caracterização da viscosidade das ligas propostas.

4.4. Compressão a quente

Conforme citado no capítulo 3, os ensaios de compressão a quente foram realizadas em 3 tempos diferentes para cada liga com fração sólida de 0,45 (mesma fração usada no tratamento térmico item 4.3), isso implica em diferentes temperaturas por se tratar de 6 ligas diferentes. Uma alta velocidade de deformação foi utilizada (10mm/s) visando simular o comportamento próximo a situações práticas, uma vez que esses materiais são utilizados em sua maioria para operações de tixoforjamento e tixoinjeção. As curvas apresentadas a seguir, representam os comportamentos com a mesma taxa de aquecimento e não os valores médios dos 3 testes.

As análises a seguir, levarão em consideração 2 fenômenos: o grau de globularização e a quantidade de Si no líquido. O primeiro, tem uma influência direta no *RQI* que trata somente da fase sólida. O segundo, influencia diretamente na fluidez da pasta e trata somente da fase líquida. Quanto maior o grau de globularização tem-se favorecimento para redução da viscosidade, que é um ponto positivo. O aumento da quantidade de Si no líquido, também deve reduzir a

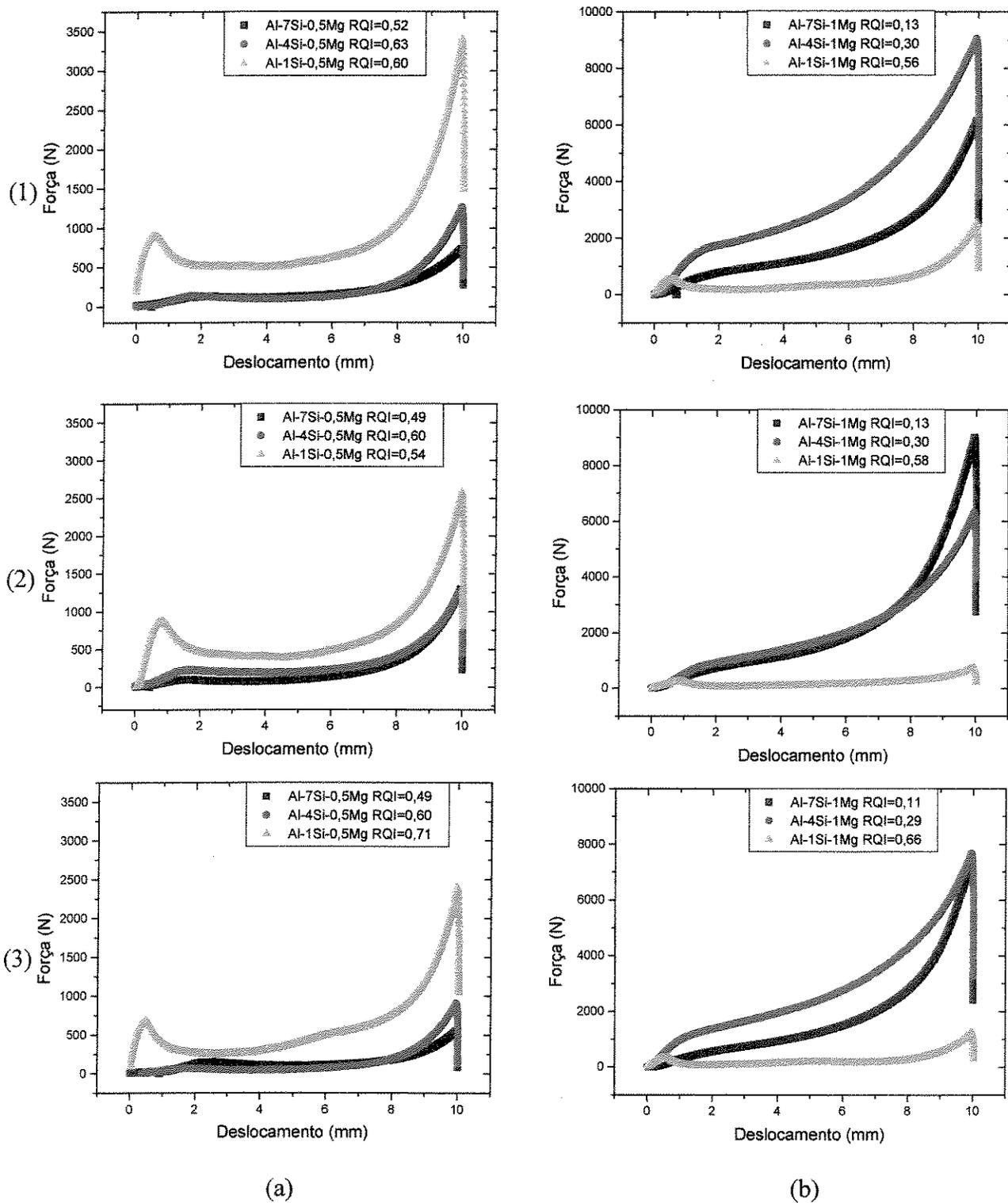
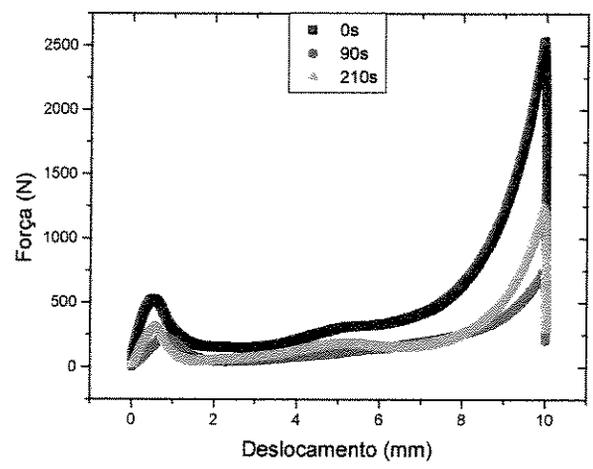
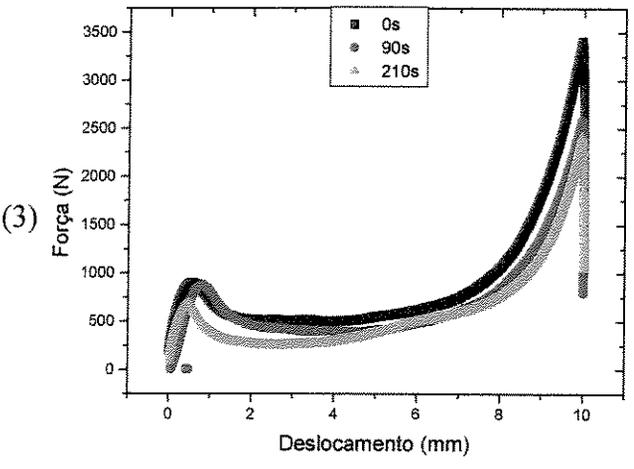
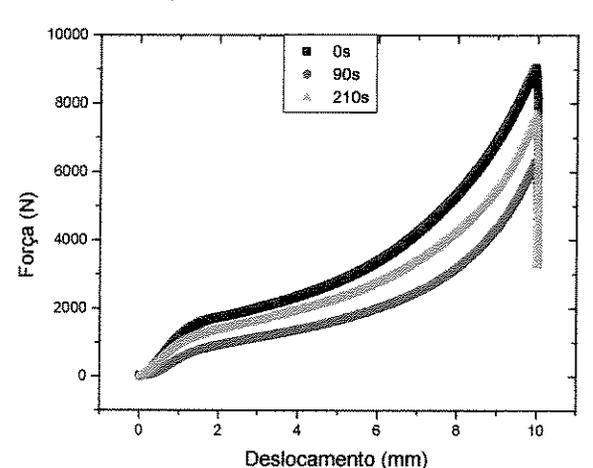
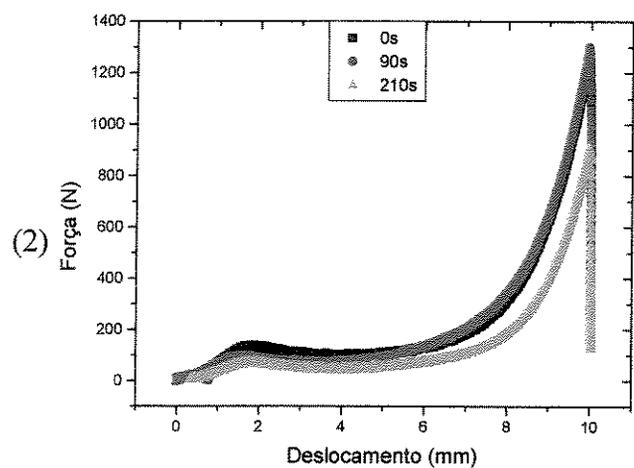
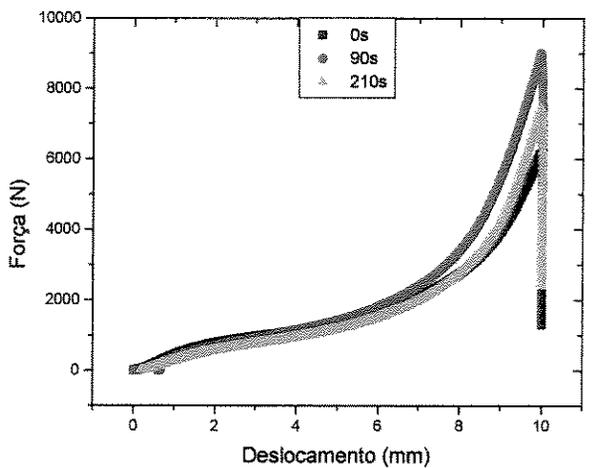
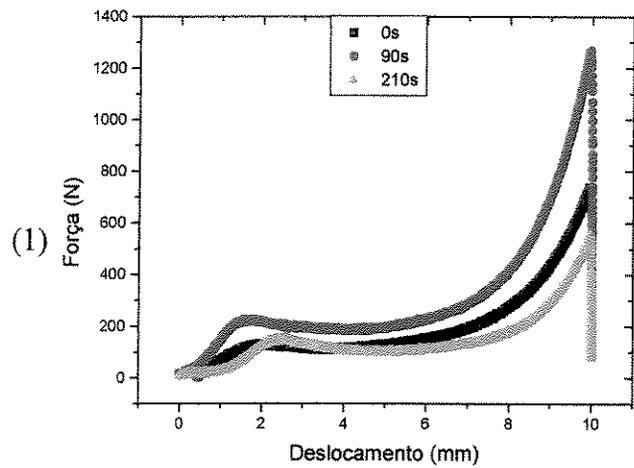


Figura 4.31. Curvas força versus deslocamento para as ligas Al-Si com (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg nos seguintes tempos de globularização (1) 0s; (2) 90s e (3) 210s.



(a)

(b)

Figura 4.32. Curvas forças versus deslocamento para as ligas (1) Al-7%Si; (2) Al-4%Si e (3) Al-1%Si com (a) 0,5Mg e (b) 1,0Mg.

viscosidade devido ao aumento da fluidez. No entanto, com os dados obtidos até agora no trabalho, as ligas que obtêm maior globularização são as que possuem baixos teores de Si.

A figura 4.31 apresenta as curvas força x deslocamento para os materiais estudados nos 3 tempos (0, 90 e 210s) comparando suas propriedades em função do teor de Si e Mg. Para as ligas com 0,5% de Mg e 4 e 7% de Si observamos claramente o comportamento tixotrópico onde é necessário a aplicação de uma força mínima para iniciar a deformação, fato observado nos 3 tempos de globularização. Após um deslocamento de 2 mm, observamos que não há praticamente aumento da força para deformação do material, permanecendo num patamar constante. Esse comportamento ocorre até praticamente um deslocamento entre 5 e 6 mm, a partir do qual, começa a ocorrer um aumento da força. Nas ligas com 1% de Si e 0,5% de Mg, tem-se um comportamento bem diferente. As forças necessárias são bem maiores para deformar o material nos três tempos utilizados. Isso deve ocorrer devido ao fato de existir pouco eutético nesta liga, assim, não existe a ação lubrificante e necessária para que haja o escoamento característico de materiais refundidos.

Para todas as amostras, o aumento da força a partir do deslocamento entre 5 e 6 mm, se deve ao fato de que durante o processo o líquido presente é constantemente expulso para a periferia do corpo de prova, desta forma, quando todo ele é expulso, o material começa a se comportar como um sólido onde é necessário um aumento da força para a deformação.

Analisando ainda as ligas com 0,5% de Mg, tem-se que a força máxima é maior para estruturas menos dendríticas no caso, a liga com 7% de Si que apresentou maior tamanho de glóbulo e maior tamanho de grão. A liga com 1% de Si é uma exceção, pois embora possua menor tamanho de grão e glóbulo, possui baixíssimo teor de eutético o que dificulta o escoamento das partículas durante o processamento. Além disso, o início do aumento da resistência se dá num valor de deslocamento menor, em torno de 4mm pois o líquido presente é expulso em menos tempo. Outro ponto importante é que aparentemente, não existe muita diferença entre a liga Al-7Si-0,5Mg e Al-4Si-0,5Mg com relação ao escoamento. A figura 4.29 apresentou os valores de *RQI* para as duas ligas e pode-se observar que eles são muito próximos o

que pode explicar o fenômeno. Mas de forma geral, quanto maior o *RQI*, menor a força de compressão.

Analisando agora o comportamento das ligas que contém 1,0% de Mg, observa-se um comportamento diferente da curva $F \times d$. Em ligas com 4 e 7% de Si não é tão evidente o fenômeno característico de materiais com comportamento tixotrópico onde existe uma força mínima necessária para ocorrer a deformação seguido de um patamar. Pelo contrário, a força necessária para iniciar a deformação é maior para essas ligas comparando-se com as ligas com 0,5% de Mg. Além disso, não ocorre o patamar de escoamento e sim um aumento crescente da força muito parecido com o resultados de compressão de materiais sólidos.

Comparando as ligas com 4 e 7% de Si, temos um comportamento não esperado pois de acordo com os dados de *RQI* calculados, as curva deveriam estar invertidas, ou seja, para a liga com 4% de Si que possui *RQI* maior, seria necessário menores forças para ocorrer o escoamento. Embora ainda não se tenha uma explicação objetiva para esse fenômeno, podemos especular que a estrutura da liga com 4% de Si se apresenta menos dendrítica do que a da liga com 7 % de Si. Dessa forma, menores tempos de tratamento são necessários para início da ocorrência dos fenômenos de coalescência e engrossamento da fase primária. Como se pode observar na figura 4.31, já no tempo de 0s a liga com 4% de Si se apresenta um tanto coalescida e com muito líquido retido apresentando uma estrutura típica de rede. Talvez esse fenômeno prevaleça, fazendo com que forças maiores sejam necessárias para a deformação do material. Além disso, à medida que o tempo aumenta, parece existir uma tendência de as duas curvas se aproximarem.

Analisando a liga Al-1Si-1,0Mg, observa-se um comportamento muito interessante. Por ser uma liga formada com pouco eutético e baixo teor de elementos de liga, o que implica em se esperar um comportamento onde seria necessário forças maiores para ocorrer a deformação em comparação com ligas de 4 e 7% de Si, no entanto, tem-se forças bem inferiores. Esse fenômeno se deve principalmente ao valor do *RQI* encontrado para essa liga que é elevado. Isso significa que há uma boa matéria-prima para o processamento semi-sólido e que a macro e microestrutura tem uma influência muito grande no comportamento do material semi-sólido. Ou seja, o teor de Si no líquido e o grau de globularização interferem na tixoconformação.

Comparando as ligas de 0,5 e 1,0% de Mg, temos que as ligas com esta última composição de magnésio apresentam valores de força superiores para deformação (com exceção da liga com 1,0% de Si) devido à diferença de macro e microestrutura já discutidos anteriormente. A liga Al-1Si-1,0Mg foi a que teve melhor desempenho dentro das ligas com 1,0% de Mg, porém, em comparação com as ligas com 0,5% de Mg, os valores de força são um pouco menores mas que tendem a se aproximar com o aumento do tempo de globularização.

A figura 4.32 apresenta as curvas força x deslocamento para as ligas estudadas em função do tempo de globularização. De forma geral, observa-se, embora de maneira pouco pronunciada, uma redução dos valores de força com o aumento do tempo de tratamento, pois dessa forma temos um aumento na globularização da partícula primária e assim, melhor comportamento tixotrópico. A liga Al-7Si-0,5Mg, apresenta um comportamento diferente no tempo de 90s. Esse aumento dos valores de força pode ser devido a formação de uma rede de partículas primárias coalescidas que necessitam maiores forças para a deformação.

Para ligas com 1,0% de Mg parece existir pouca influência do tempo de globularização nas características mecânicas. Isso se deve ao fato de possuírem baixíssimos valores de RQI em comparação com as outras ligas, com exceção da liga Al-1Si-1,0Mg. Conforme citado anteriormente, essas ligas apresentam estruturas mais dendríticas (que necessitam maiores tempos de tratamento para a globularização) e maior teor de Mg, que parece gerar um redução da fluidez durante o processamento.

As figuras 4.33 e 4.34 apresentam as curvas tensão-deformação de engenharia para as ligas estudadas. Mais uma vez, é possível observar o fenômeno tixotrópico nos estágios iniciais do ensaio, mais precisamente entre os valores de deformação de 0 e 0,1. Isso implica que sob baixa tensão, o material pode ser manuseado como um sólido. Após esse último ponto, temos a presença de um patamar onde não há praticamente variação no valor de tensão que se estende até aproximadamente 0,4 de deformação. Nesta etapa, o líquido está sendo expulso para as bordas necessitando de menores tensões para a deformação. A partir desse valor de deformação, não existe mais lubrificante (líquido) entre os glóbulos, fazendo com que apareça um contato direto sólido-sólido. Nesse estágio, para garantir a continuidade da deformação, o sistema necessita

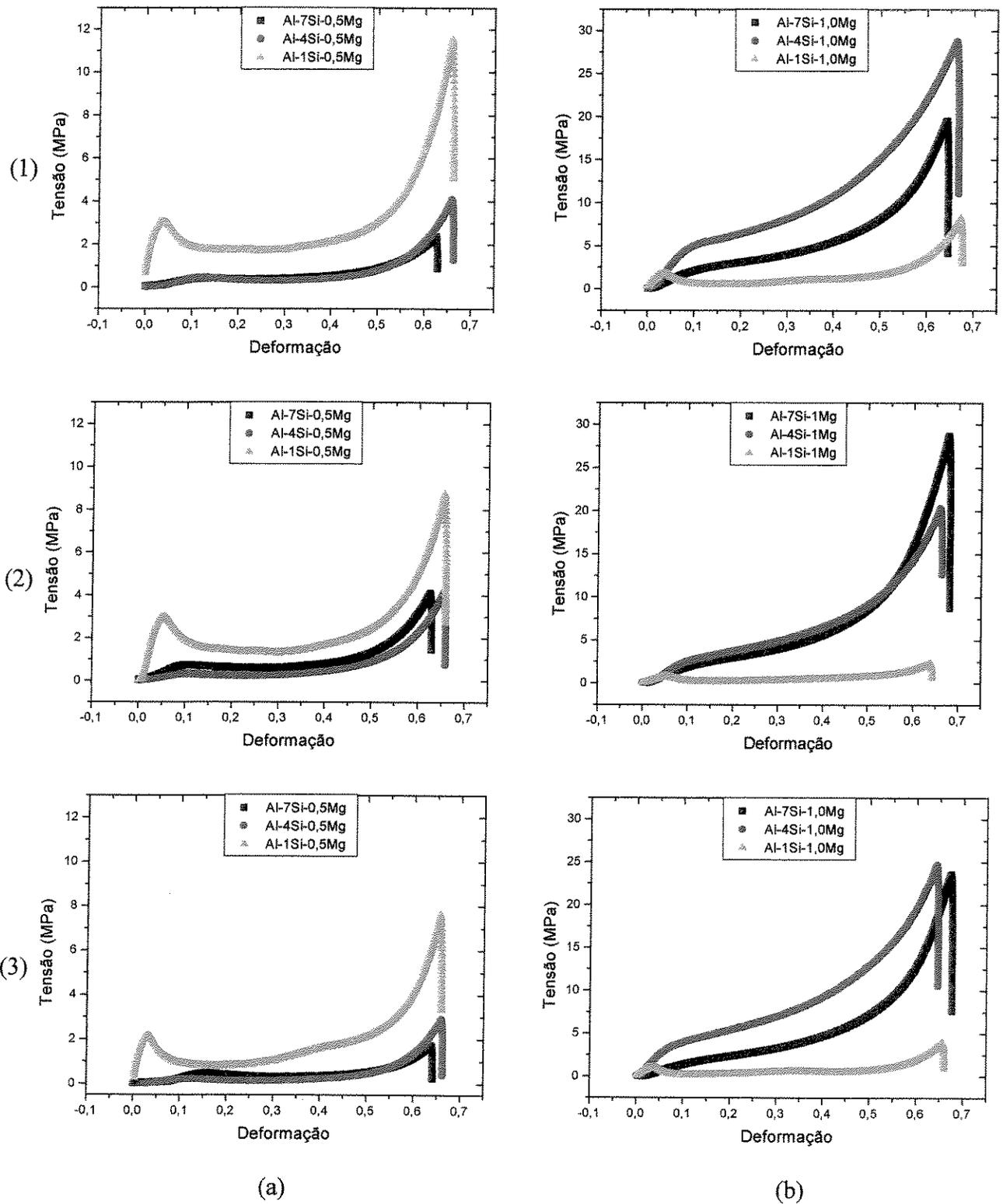


Figura 4.33. Curvas tensão versus deformação para as ligas Al-Si com (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg nos seguintes tempos de globularização (1) 0s; (2) 90s e (3) 210s.

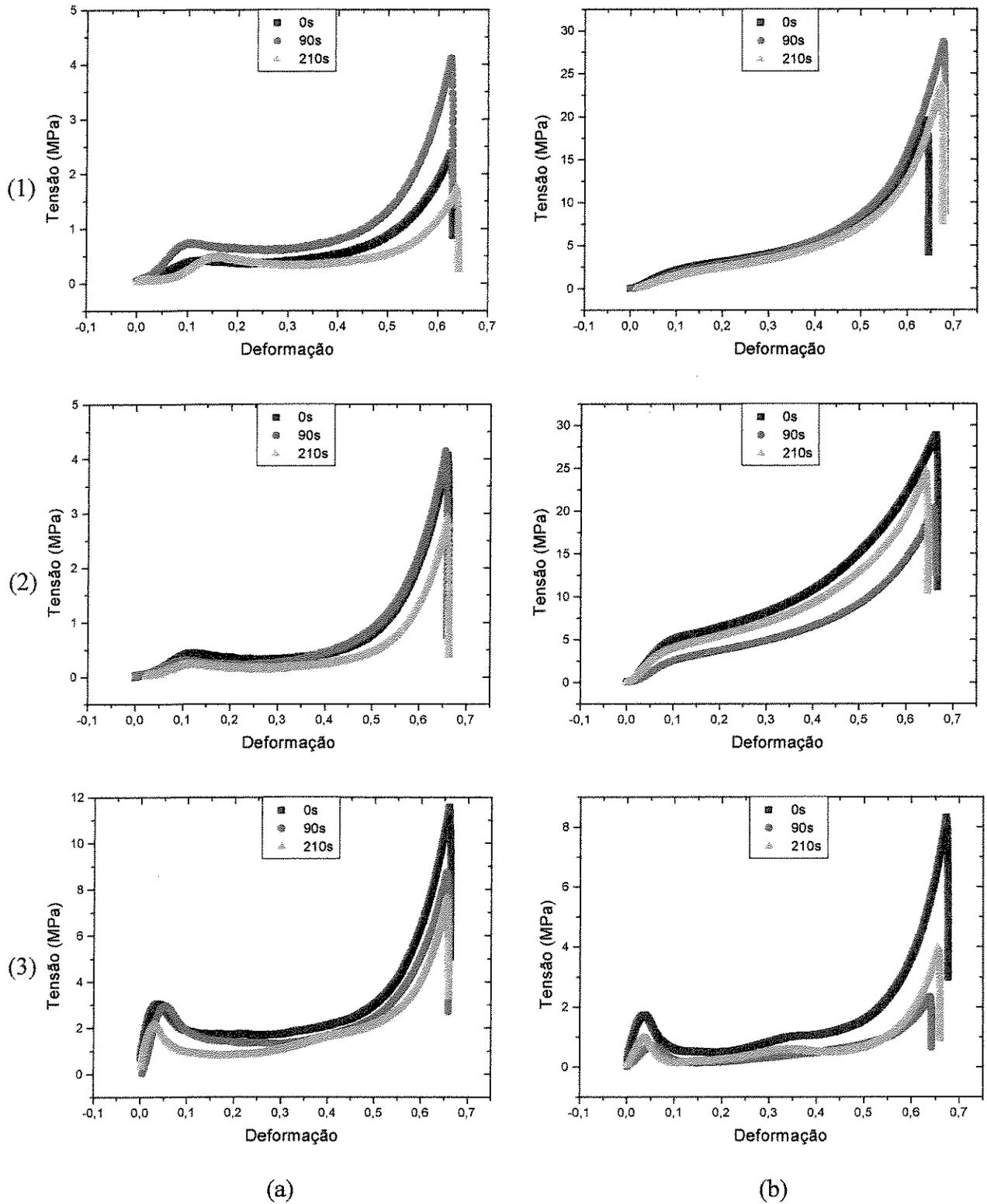


Figura 4.34. Curvas tensão versus deformação para as ligas (1) Al-7%Si; (2) Al-4%Si e (3) Al-1%Si com (a) 0,5Mg e (b) 1,0Mg.

estar deformando os próprios glóbulos da fase primária, necessitando então de maiores tensões. A tabela 4.15 apresenta alguns resultados de ensaio de tração que foram correlacionados com algumas características das ligas produzidas. A tensão de escoamento foi calculada para valores de deformação de 0,1 para as ligas com 7 e 4% de Si e 0,5 e 1,0% de Mg. Para ligas com 1% de Si, essa propriedade foi determinada com o valor de deformação de 0,05. Destaca-se que não se seguiu os métodos padrões de se determinar a tensão de escoamento através do valor de deformação de 0,02% por não se tratar de um ensaio de um material sólido.

Com auxílio da tabela 4.15 e da figura 4.35, analisou-se as ligas com 0,5% de Mg e observou-se que de modo geral, existe uma tendência de queda da tensão de escoamento com o aumento do tempo de globularização. Isto se deve principalmente ao fato de que com o aumento do tempo de globularização, temos um aumento do tamanho de grão e uma queda no valor do fator de forma, ou seja, a estrutura está mais globular. Assim, menores tensões são necessárias para iniciar o escoamento do material semi-sólido. Observa-se que não há quase diferença entre as ligas com 4 e 7% de Si, talvez pelo fato de que seus tamanhos de grão são próximos. A liga com 1% de Si apresenta um comportamento diferente do previsto pelo *RQI* (figura 4.29), pois esse parâmetro não leva em consideração o teor de eutético que nesta liga específica é muito baixo. Já nas ligas com 1,0% de Mg observamos a tendência de queda somente para a liga com 7% de Si. Nas ligas com 1 e 4% de Si existe a tendência de queda somente até 90s. Após isso, tem-se um aumento da tensão de escoamento. O que deve ocorrer neste ponto é a formação de uma interligação muito forte entre as partículas primárias que embora não reflitam diretamente no valor médio de fator de forma, reflete em seus valores de desvio padrão que são maiores. Desta forma, com a estrutura mais heterogênea, maiores tensões são necessárias para ocorrer o escoamento. Nas ligas com 4% de Si e 1% de Mg, observou-se seus valores médios acima das outras ligas. Especula-se que a presença de líquido retido em grande quantidade torna mais difícil o início do escoamento, pois com a formação de uma rede de partículas primárias mais força é necessária para o início do processo. Pelo fato desta liga ser menos dendrítica do que a Al-7Si-1,0Mg, ela sofre ação dos fenômenos de coalescimento primeiro fazendo com que as partículas cresçam mais.

Analisando a figura 4.36, observou-se o mesmo fenômeno comparando com os valores de tamanho de glóbulo. As mesmas observações e explicações para a figura 4.31 são válidas neste item. Comparando de modo geral as ligas com 0,5 e 1,0% de Mg, observa-se que as ligas com maior teor de magnésio tendem a apresentar maiores valores de tensão de escoamento, sendo que a liga que mais se aproxima dos baixos valores de escoamento da ligas com menor teor de Mg, é a Al-1Si-1Mg. Isso porque, ligas com mais Mg possuem maiores tamanhos de grão, maiores fatores de forma e menores *RQI*, embora a análise deste último deve ser cuidadosa por motivos explicados anteriormente.

Tabela 4.15. Resultados de ensaio de compressão das ligas estudadas.

Liga	Tempo de Globularização (s)	Força Máxima (N)	Tensão de escoamento (MPa)	Tensão Máxima (MPa)	RQI
Al-7Si-0,5Mg	0	737,5	0,39	2,36	0,52
	90	1264,3	0,73	4,10	0,49
	210	532,1	0,47	1,73	0,49
Al-4Si-0,5Mg	0	1263,6	0,45	4,09	0,63
	90	1262,5	0,39	4,03	0,60
	210	905,2	0,24	2,85	0,61
Al-1Si-0,5Mg	0	3410,1	3,02	11,52	0,60
	90	2576,5	2,93	8,65	0,55
	210	2399,8	2,08	7,49	0,71
Al-7Si-1,0Mg	0	6141,6	2,23	19,51	0,13
	90	9001,9	2,12	28,62	0,13
	210	7403,2	1,52	23,70	0,11
Al-4Si-1,0Mg	0	9050,2	5,12	28,85	0,31
	90	7151,8	2,60	20,14	0,30
	210	7672,3	3,79	24,54	0,29
Al-1Si-1,0Mg	0	2534,8	1,75	8,19	0,56
	90	708,9	0,66	2,26	0,58
	210	1230,4	0,93	3,97	0,66

A figura 4.37 apresenta os valores de tensão de escoamento em função do fator de forma. Observando as ligas com 0,5% de Mg, temos uma tendência de aumento da tensão de escoamento com o aumento do fator de forma. Claramente, quanto maior esse último menos globular está a estrutura e desta forma, mais difícil é o início do escoamento.

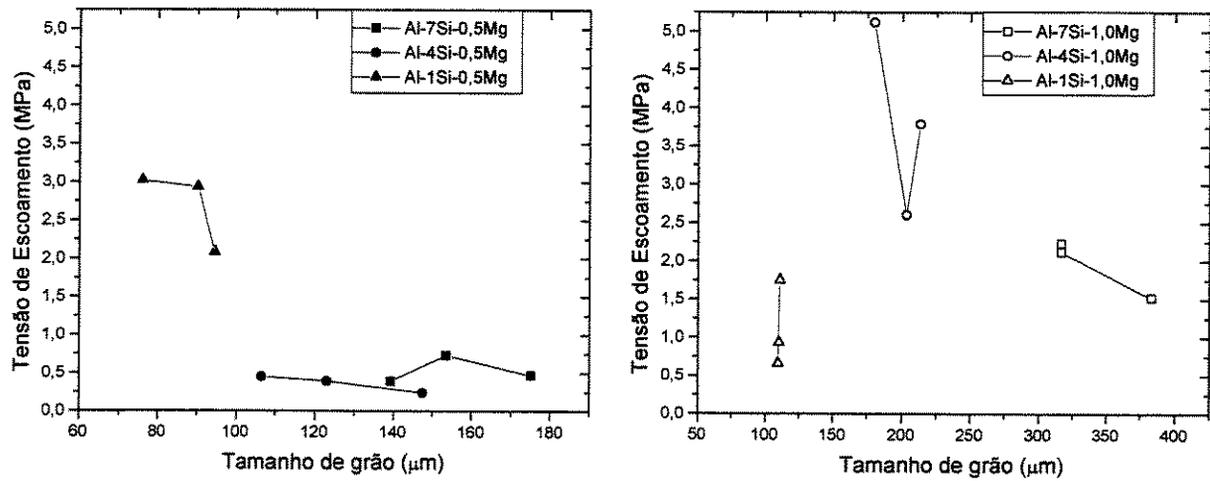


Figura 4.35. Tensão de escoamento em função do tamanho de grão para todas as ligas testadas.

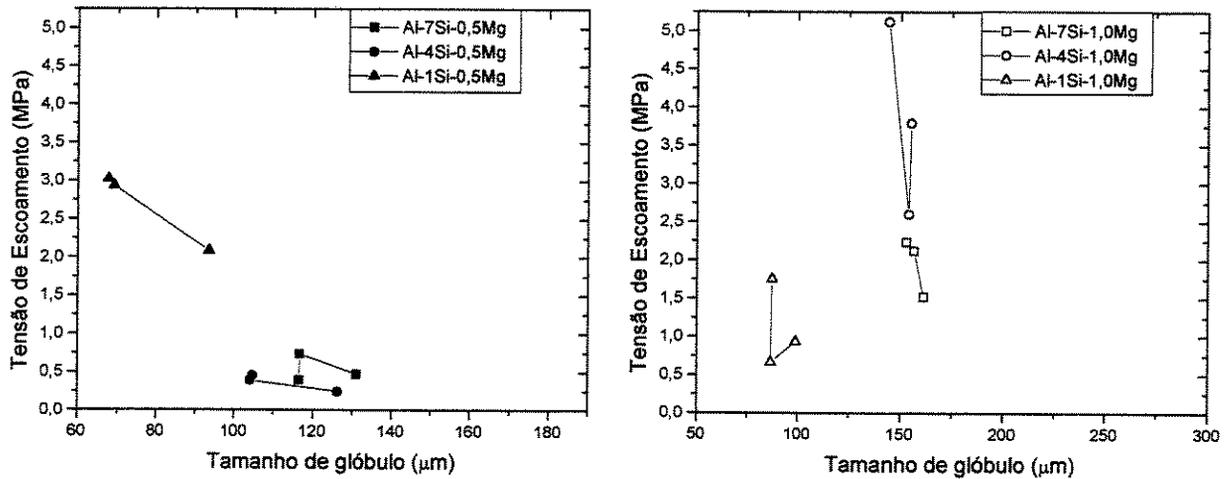


Figura 4.36. Tensão de escoamento em função do tamanho de glóbulo para todas as ligas testadas.

Nas ligas com 1% de Mg, existe uma queda no valor do escoamento até 90s (neste gráfico tempos de 0, 90 e 210s da direita para esquerda respectivamente) em seguida um leve aumento na tensão de escoamento foi observado.

A figura 4.38 apresenta os valores de tensão máxima em função do tamanho de grão. Como no caso da análise da tensão de escoamento, a tensão máxima diminui com o aumento do tamanho de grão pelos mesmos motivos. Nas ligas com 1% de Mg, temos um aumento da tensão máxima pelas mesmas razões discutidas anteriormente, com exceção da liga com 7% de Si. Essa liga, apresenta um comportamento anômalo devido a sua complexidade microestrutural e que foge dos padrões utilizados para análise.

Na figura 4.39, observa-se o mesmo comportamento quando se analisa o tamanho de glóbulo. Novamente, as ligas com 1,0% de Mg apresentam um comportamento não previsível.

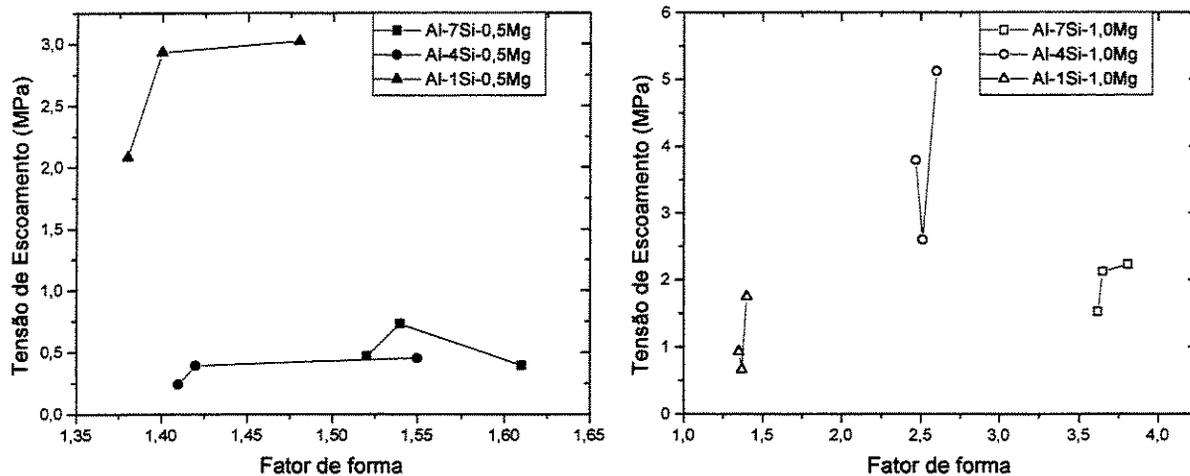


Figura 4.37. Tensão de escoamento em função do fator de forma para todas as ligas testadas.

Na figura 4.40, temos uma queda no valor da tensão máxima com a diminuição do fator de forma, logicamente, quanto mais globular a estrutura mais fácil será a deformação e conseqüentemente menor a tensão máxima.

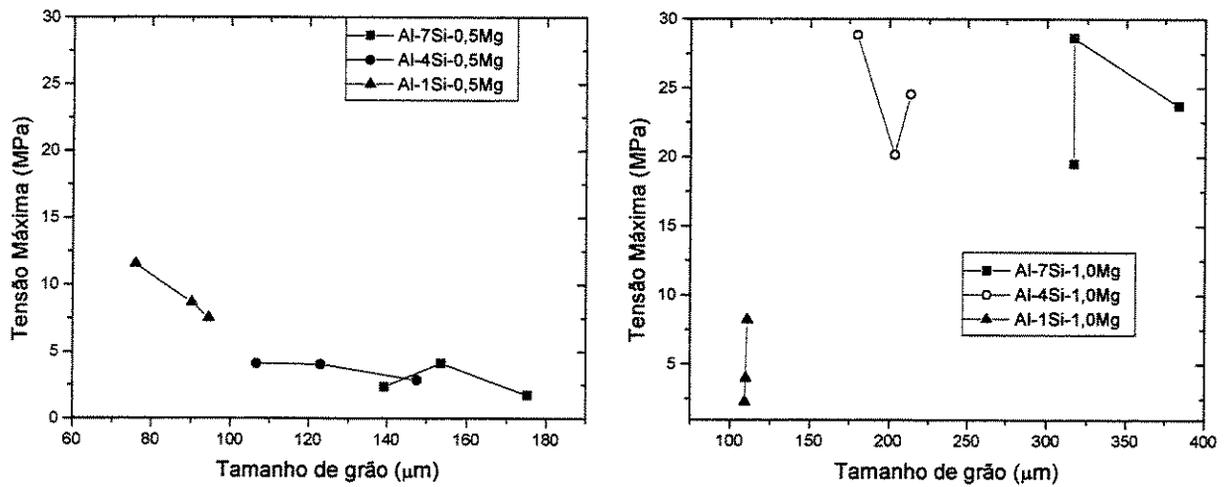


Figura 4.38. Tensão máxima em função do tamanho de grão para todas as ligas testadas.

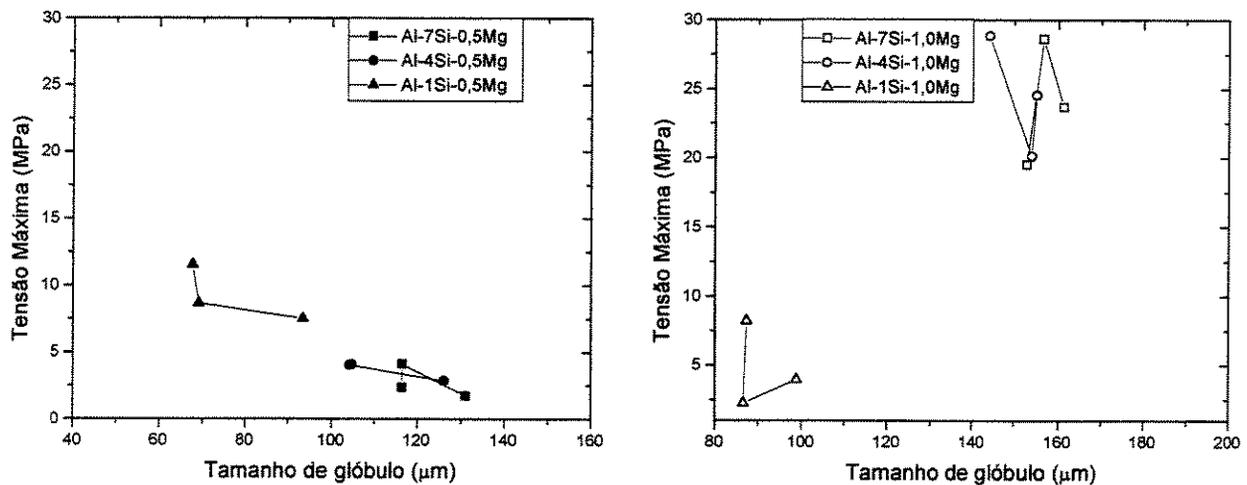


Figura 4.39. Tensão Máxima em função do tamanho de glóbulo para todas as ligas testadas.

A figura 4.41 apresenta a evolução da tensão máxima e de escoamento com a liga e o tempo de globularização. De maneira geral, observamos uma tendência de queda da tensão de escoamento com o aumento do tempo de globularização para todas as ligas, com exceção da liga Al-4Si-1Mg. As ligas Al-7Si-0,5Mg e Al-4Si-0,5Mg são as que apresentam as menores tensões de escoamento, obedecendo aos maiores valores de *RQI* que possuem. Seguida pela liga Al-1Si-1Mg também obedecendo aos valores de *RQI*.

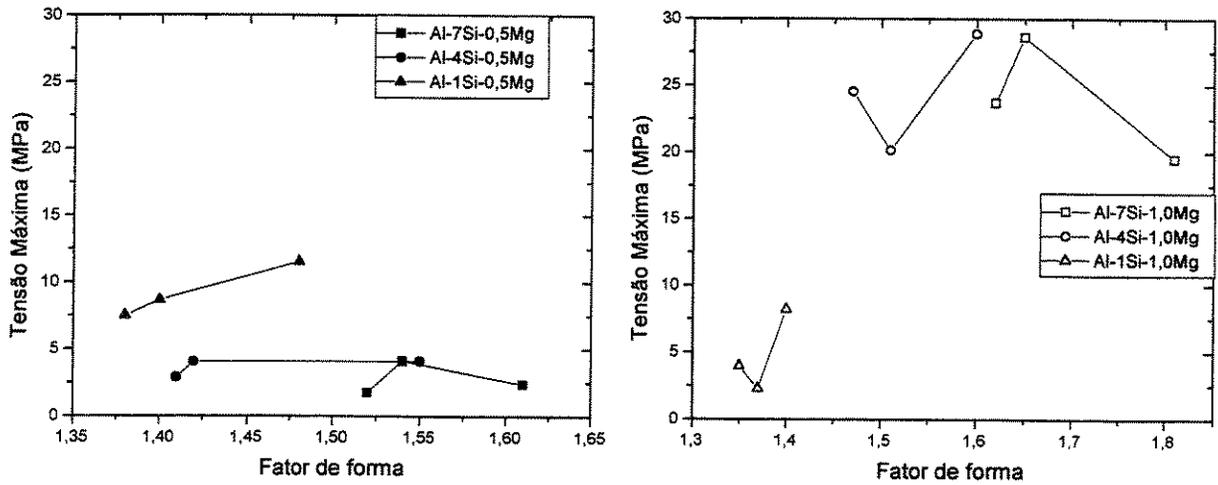


Figura 4.40. Tensão máxima em função do fator de forma para todas as ligas testadas.

A liga Al-1Si-0,5Mg é a que foge do padrão de *RQI*, conforme explicado anteriormente, o baixo teor de eutético dificulta o escoamento da estrutura levando-a para maiores valores de tensão. Outra liga que não segue o *RQI* é a liga Al-4Si-1Mg. Talvez pela forte presença de líquido retido em sua estrutura, ela apresente maiores valores de tensão de escoamento conforme explicado anteriormente. A análise da tensão máxima leva as mesmas conclusões quando se analisa a tensão de escoamento.

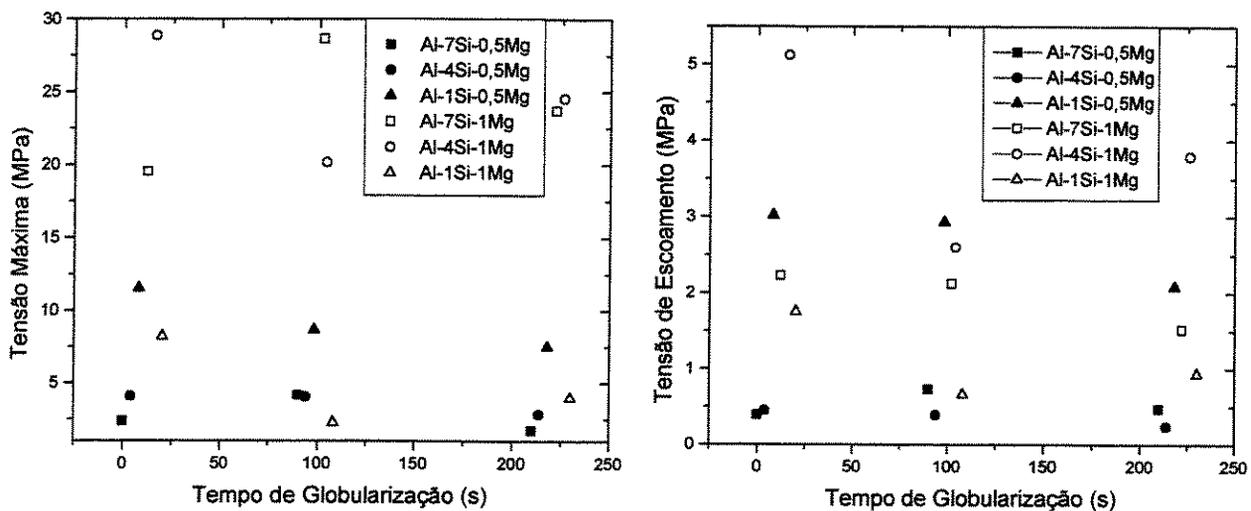


Figura 4.41. Evolução dos parâmetros do teste de tração de acordo com a liga e o tempo de globularização.

A figura 4.42 apresenta as curvas de viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento para as ligas estudadas. Analisando primeiramente as ligas com 0,5% de Mg, observamos que para todo os tempos de tratamento térmico, a liga com 1% de Si sempre mantém seus valores de viscosidade acima das ligas com 4 e 7% de Si. Isso ocorre devido a pouca presença de eutético nessa liga que dificulta o escoamento dos glóbulos. Outro ponto importante é que as viscosidades das ligas com 4 e 7% de Si são bem próximas e em algumas situações com os valores da liga com 4% de Si um pouco abaixo das ligas com 7% de Si. Seguindo os valores previstos pelo *RQI*. Nas ligas com 1% de Mg, temos que a liga com 1% de Si apresenta os menores valores de viscosidade devido a seu elevado valor de *RQI*. Nas ligas com 4 e 7% de Si não existe uma diferença muito grande. Em algumas situações, temos que a liga com 4% de Si apresenta viscosidade maior do que a liga com 7% de Si devido a fatores já discutidos anteriormente. Analisando de modo geral as figuras 4.42 e 4.43, observa-se que a partir da taxa de cisalhamento de $0,5s^{-1}$, temos uma viscosidade praticamente constante (fato não observado nas ligas Al-7Si-1Mg e Al-4Si-1Mg).

Isto ocorre para materiais com menores valores de fator de forma, ou seja, para estruturas mais globulares. Ligas com maiores fatores de forma, devido à complexidade da estrutura, necessitam de forças maiores para a deformação e conseqüentemente apresentam maior viscosidade.

Nas curvas de viscosidade, foram medidos os valores de μ_p , que é a viscosidade a $0,5s^{-1}$ de taxa de cisalhamento. Esse ponto é muito importante, pois a partir dele, o material escoia sem aumento da viscosidade (exceto nas ligas Al-7Si-1Mg e Al-4Si-1Mg) se estabelecendo em um patamar.

A figura 4.44 mostra a evolução da viscosidade com o tamanho de grão. Temos um comportamento muito semelhante quando se analisou a tensão de escoamento e a tensão máxima.

Tem-se uma queda da viscosidade com o aumento do tamanho de grão. Novamente a explicação é a globularização quanto maior o grão, mais globularizado ele está. Desta forma, menores valores de viscosidades são observados.

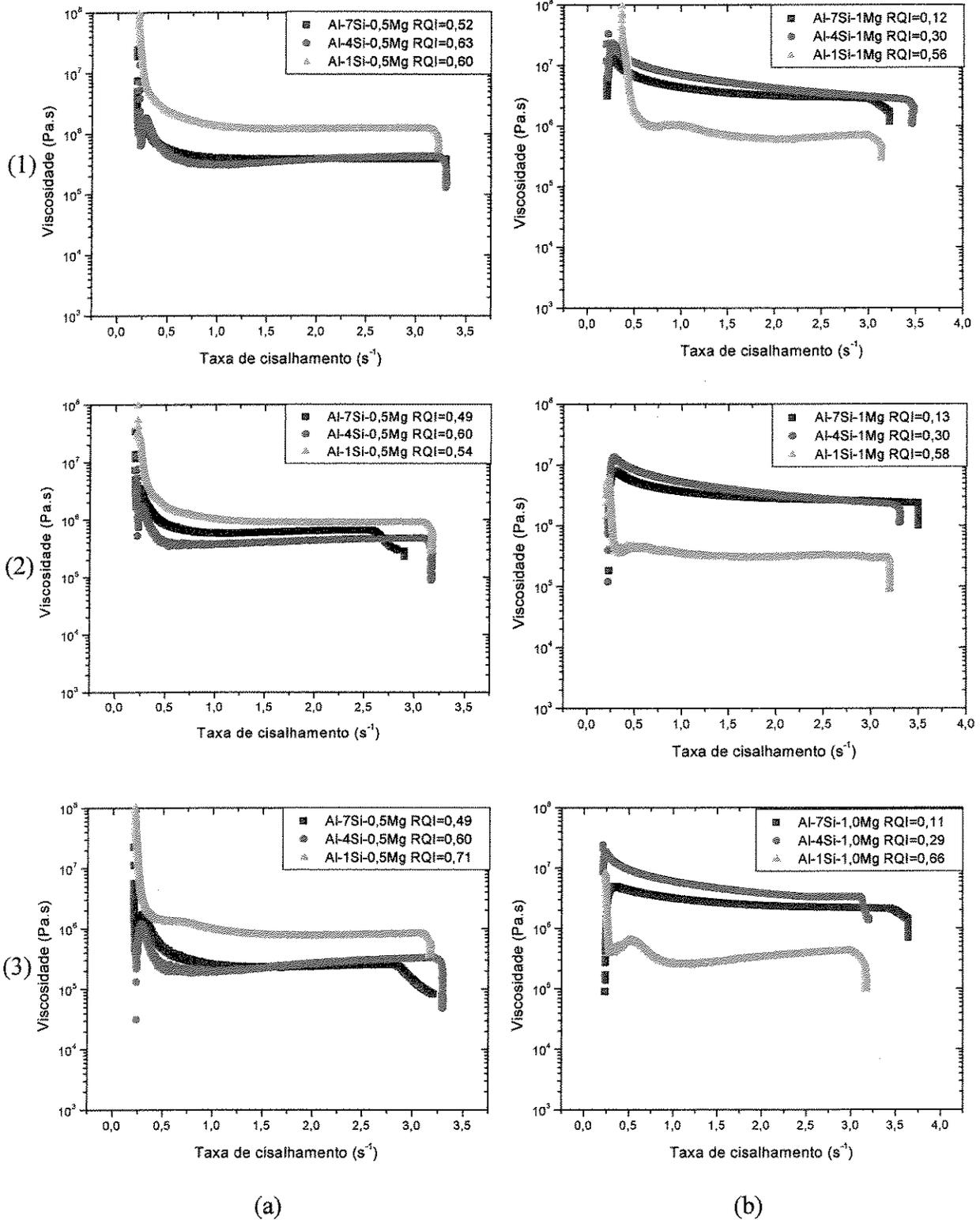


Figura 4.42. Curvas viscosidade aparente versus taxa de deformação para as ligas Al-Si com (a) 0,5%Mg e (b) 1,0%Mg nos seguintes tempos de globularização (1) 0s; (2) 90s e (3) 210s.

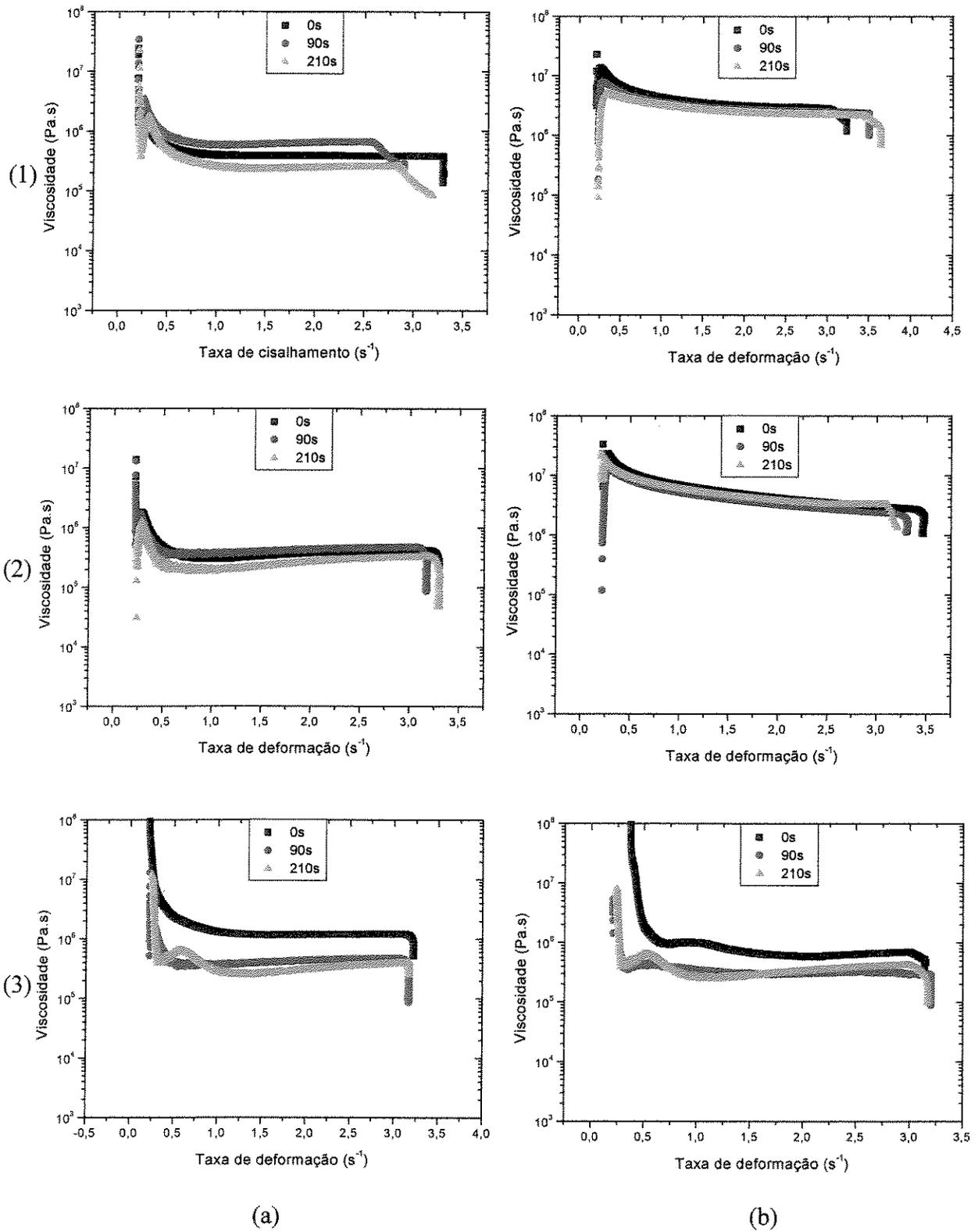


Figura 4.43. Curvas viscosidade aparente versus taxa de deformação para as ligas (1) Al-7%Si; (2) Al-4%Si e (3) Al-1%Si com (a) 0,5Mg e (b) 1,0Mg.

Com relação à liga com 1% de Mg, o mesmo comportamento é observado, porém, não se evidencia uma relação tão direta quanto nas ligas com 0,5% de Mg. O mesmo vale para a figura 4.45 em função do tamanho de glóbulo.

Tabela 4.16. Resultados de viscosidade do ensaio de compressão.

Liga	Tempo de Globularização (s)	μ_p (Pa.s)	RQI
Al-7Si-0,5Mg	0	5,7E5	0,51990
	90	8,4E5	0,49335
	210	4,8E5	0,49229
Al-4Si-0,5Mg	0	4,5E5	0,63367
	90	3,8E5	0,59659
	210	2,3E5	0,60639
Al-1Si-0,5Mg	0	24,3E5	0,60188
	90	16,5E5	0,54720
	210	14,1E5	0,71697
Al-7Si-1,0Mg	0	67,7E5	0,12672
	90	53,6E5	0,13547
	210	42,1E5	0,11625
Al-4Si-1,0Mg	0	112,3E5	0,30812
	90	82,5E5	0,30179
	210	96,6E5	0,29439
Al-1Si-1,0Mg	0	17,8E5	0,56228
	90	4,5E5	0,57728
	210	6,2E5	0,66539

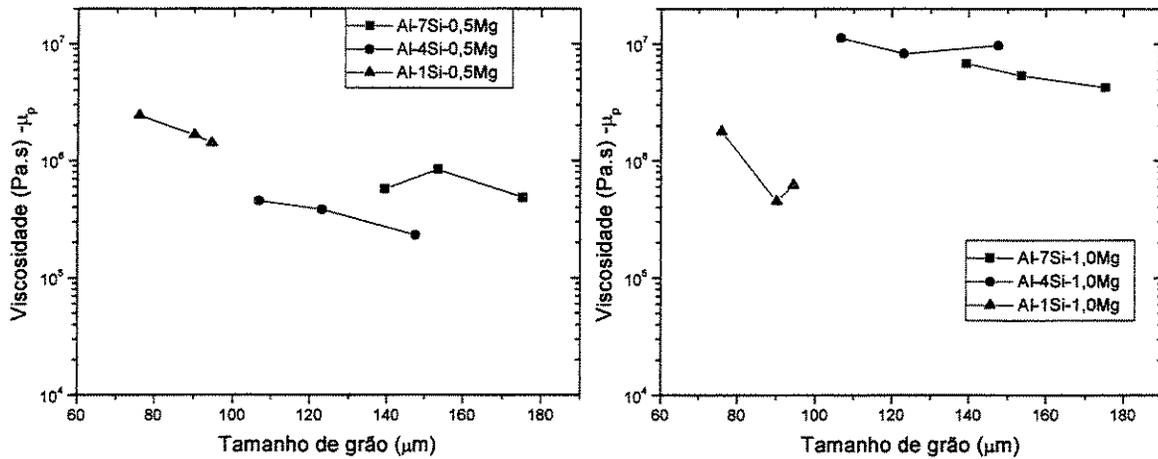


Figura 4.44. Viscosidade aparente em função do tamanho de grão para as ligas estudadas.

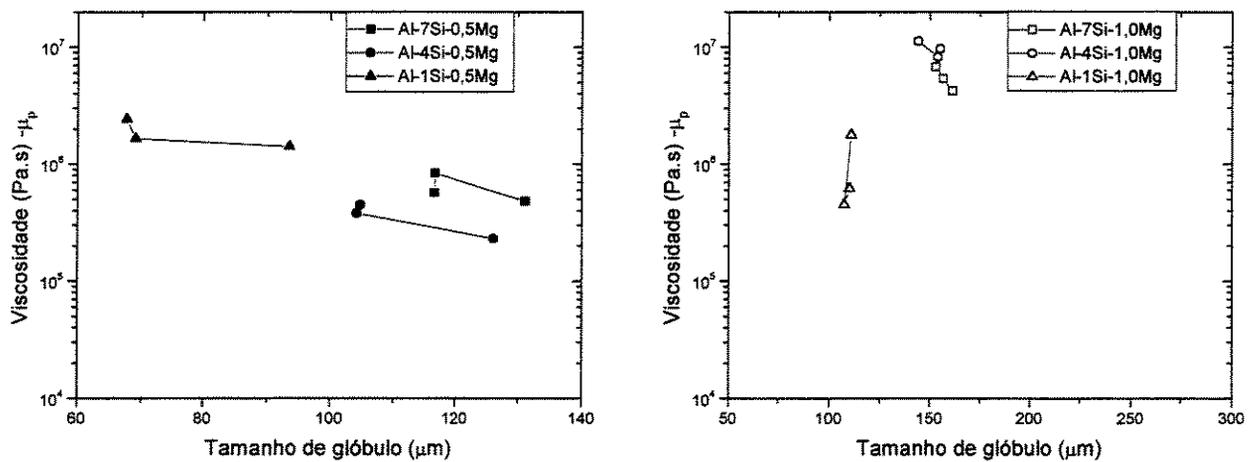


Figura 4.45. Viscosidade aparente em função do tamanho de glóbulo para as ligas estudadas.

A figura 4.46 apresenta a variação da viscosidade com o fator de forma. Observa-se uma queda nos valores de viscosidade com a queda do fator de forma. Novamente, quanto mais globular está a estrutura menor será a viscosidade. Desta forma, tem-se uma dependência direta do fator de forma com o comportamento reológico da ligas estudadas.

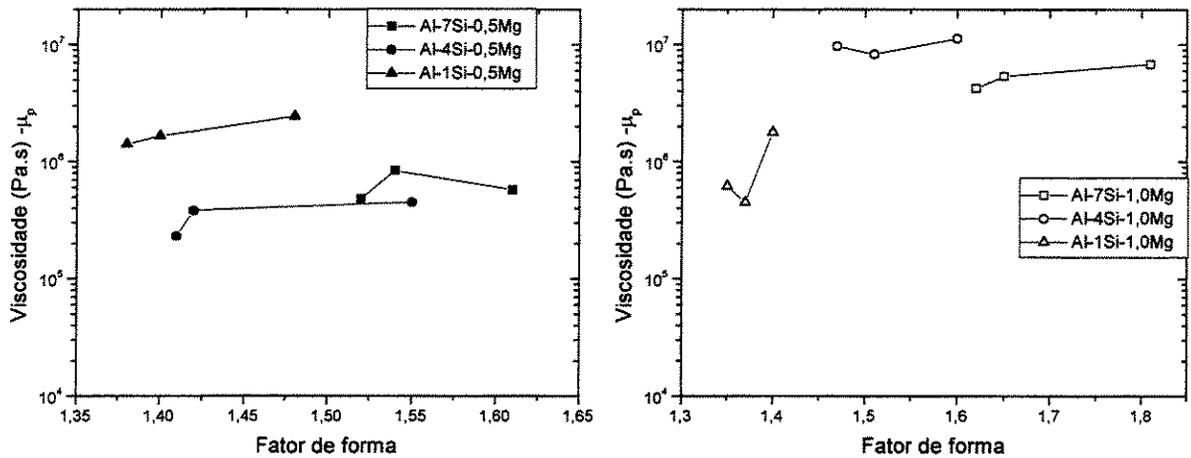


Figura 4.46. Viscosidade aparente em função do fator de forma para as ligas estudadas.

A figura 4.47 apresenta a evolução da viscosidade com o tempo de globularização. De maneira geral, observa-se que existe uma tendência de queda desta com o aumento do tempo de globularização, pois à medida que este último cresce, o fator de forma diminui, como já foi comentado.

No entanto, a relação da viscosidade com o *RQI* não se apresenta de forma válida a toda as situações. Nas ligas com 0,5% de Mg temos a liga com 1% de Si como sendo a que apresentou a maior viscosidade, fato não previsto pelo *RQI*. As ligas com 4 e 7% de Si também se apresentam de forma não coerente. Parece existir um valor mínimo de *RQI* abaixo do qual o teor de eutético prevalece. Com pode-se observar na figura 4.29, os valores de *RQI* para essas ligas são bem próximos. Ligas com 1% de Mg, apresentam maiores viscosidades pois tem menores valores de *RQI*. Na liga Al-1Si-1Mg o *RQI* elevado, leva a crer que a estrutura tem uma influência importante no comportamento tixotrópico das ligas. Mesmo tendo baixo teor de eutético, seu tamanho de grão é tão próximo do tamanho de glóbulo que esse efeito sobressai.

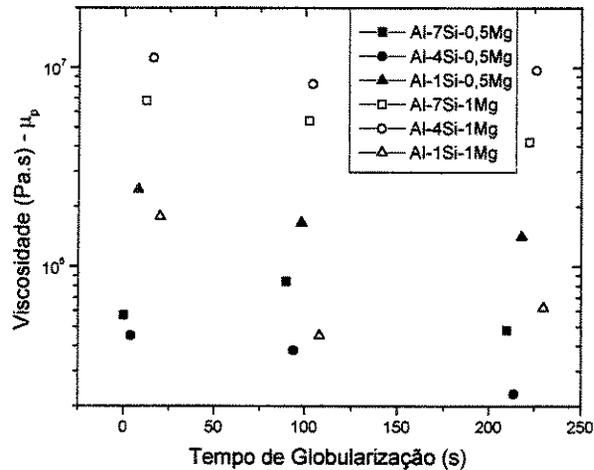


Figura 4.47. Evolução da viscosidade aparente com o tempo de globularização.

Podemos observar que a liga Al-1Si-1Mg tem um valor de *RQI* suficientemente alto para superar a falta de eutético o que não acontece na liga Al-1Si-0,5Mg. As ligas Al-7Si-0,5Mg e Al-4Si-0,5Mg apresentaram altos valores de *RQI* justificando o comportamento. Nas ligas Al-7Si-1Mg e Al-4Si-1Mg também apresentam valores de viscosidade compatíveis com os do *RQI*, embora exista uma inversão de comportamento pois a liga com 4% de Si apresentou muito líquido retido.

Diante dos resultados apresentados observou-se que:

- Para ligas com 0,5% de Mg prevalece o teor de Si no eutético para redução da viscosidade, visto o aumento da fluidez. Em função disso, a liga Al-1Si-0,5Mg embora apresente um valor elevado de *RQI*, tem maior viscosidade.
- Para ligas com 1,0% de Mg, os menores valores de *RQI* colocam ligas com 4 e 7% de Si na faixa de maiores viscosidades. Assim, parece existir um efeito de bloqueio da ação de aumento da fluidez gerada pelo Si. Desta forma, prevalece o efeito do *RQI* (fase sólida) na redução da viscosidade da pasta reofundida.
- As ligas Al-7Si-0,5Mg e Al-4Si-0,5Mg apresentam características apropriadas para o processo de tixoconformação visto que apresentam, bom grau de globularização

(associado com o RQI) e adequada quantidade de Si no eutético. Estas ligas, poderiam ser substituídas pela liga Al-1Si-1Mg em processos de tixoconformação, visto a similaridade entre estas em termos de propriedades mecânicas e de comportamento reológico.

- As ligas Al-7Si-1Mg e Al-4Si-1Mg não apresentam características adequadas para processos de tixoconformação. Visto os elevados valores de força necessários para a deformação e os maiores valores de viscosidade entre todas as ligas propostas.

Capítulo 5

Conclusões

Primeiramente é necessário ressaltar que o aprofundamento alcançado no presente trabalho, utilizando-se de novas técnicas para a produção de pastas reofundidas da liga Al-Si-Mg, assim como o estudo aprofundado da evolução e da utilização de novas técnicas para caracterização de tais pastas, podem ser aplicados diretamente à utilização piloto ou em escala industrial destes materiais. Trata-se de um trabalho de desenvolvimento extenso, prático e facilmente adaptável à indústria de transformação, e é um dos trabalhos mais completos produzidos pelo Laboratório de Tixoconformação da Faculdade de Engenharia Mecânica da Unicamp, uma vez que aborda desde o processo de obtenção como a caracterização da aplicação, restando somente a avaliação das propriedades mecânica do componente final, que, aliás, é uma das sugestões para futuros trabalhos. Para facilitar as observações geradas no decorrer do trabalho, as conclusões serão apresentadas seguindo a mesma evolução do trabalho, produção da pasta, evolução morfológica durante o reaquecimento e caracterização das propriedades de viscosidade:

- a) Quanto à produção das pastas reofundidas da liga Al-Si-Mg.
 - Foi possível obter as novas ligas Al-Si-Mg propostas com composição química dentro da especificação proposta no trabalho e compatíveis com as principais matérias-primas pesquisadas da literatura.
 - Das seis ligas propostas, somente as ligas Al-7Si-1Mg e Al-4Si-1Mg apresentaram estrutura bruta não adequada a processos de tixoconformação

- O tamanho de grão e o caráter dendrítico aumentam com o aumento do teor de Si e de Mg, devido ao aumento do super-resfriamento constitucional com o aumento da quantidade de elementos de liga. Existe ainda o efeito da interação entre esses elementos e o Ti inibindo a ação refinadora.
 - O *Rheocast Quality Index (RQI)*, que explica a interação entre tamanho de grão, tamanho de partícula primária e fator de forma, aumenta à medida que se reduz o teor de Si e se reduz o teor de Mg nas ligas brutas. Concluiu-se que nessa situação, as ligas com menores teores de Si e Mg possuem os melhores comportamentos tixotrópicos, sendo mais aptas a tixoconformação.
- b) Quanto à evolução morfológica no estado semi-sólido.
- Durante o tratamento térmico de globularização os tamanhos de grão tendem a aumentar com o aumento do tempo de tratamento. O fator de forma tende a diminuir com o aumento do tempo de tratamento, visto a ação dos fenômenos de globularização envolvidos. As ligas com 0,5% de Mg apresentaram menores valores de fator de forma em comparação com as ligas de 1,0% de Mg dado ao seu menor caráter dendrítico inicial que também levou a apresentar menor taxa de crescimento volumétrica (macro K). As ligas com 1% de Mg apresentaram estrutura bastante dendríticas e com maiores tamanhos de grão mesmo após o tempo máximo de tratamento de 210s, exceto as ligas com 1% de Si.
 - As ligas com 0,5% de Mg apresentaram menores tamanhos de grão durante a evolução do tratamento térmico em comparação com as ligas de 1% de Mg e apresentaram em média menores valores de tamanho de glóbulo do que as ligas com 1% de Mg. Para ligas com 0,5% de Mg, o efeito do tempo de globularização é mais evidente mostrando um aumento do tamanho de glóbulo com aumento daquele.
 - No fator de forma, existe uma leve queda deste com o aumento do tempo de tratamento e a taxa de crescimento volumétrico (micro K) não apresentou muita diferença entre as ligas com 0,5 e 1% de Mg.
 - Os valores de *RQI* durante a evolução do tratamento térmico, mostram que ligas com 0,5% de Mg apresentam maiores valores, se mostrando como sendo as mais adequadas para o processo de tixoconformação. Exceto a liga Al-1Si-1Mg que

apresentou valores de RQI bem elevados. Assim, ligas com menor teor de Si e menor teor de Mg são, portanto tixotrópicas em função da estrutura metalúrgica.

c) Quanto ao comportamento de viscosidade das ligas Al-Si-Mg.

- Dois fenômenos favorecem a redução da viscosidade das ligas refundidas estudadas: o grau de globularização e a quantidade de Si no líquido. O primeiro está relacionado com o fator de forma e o RQI da liga que trata da fração sólida. O segundo trata da fluidez da liga durante o processamento. O material ideal para tixotrofia apresenta suficiente teor de Si e alto RQI
- Quanto maior o grau de globularização inicial e o maior o teor de Si no líquido, menor será a viscosidade. Ligas com 0,5% de Mg apresentam comportamento tixotrópico. Das ligas com 1% de Mg, somente a Al-1Si-1Mg apresenta o mesmo comportamento.
- Há pouca influência do tempo de globularização no comportamento das ligas estudadas, sendo mais significativo em ligas com menores teores de Si.
- Ligas com 1% de Mg se apresentam mais resistentes à deformação, com exceção da liga Al-1Si-1Mg. Menores valores de RQI influenciaram de maneira não adequada ao processamento semi-sólido.
- De forma geral, a tensão de escoamento é menor para maiores tempos de globularização, o mesmo valendo para a tensão máxima. Para ligas com 0,5% de Mg, há redução da tensão de escoamento e tensão máxima com o aumento do tamanho de grão e de glóbulo. Para ligas com 1% de Mg, a evolução não é tão clara.
- Com relação ao comportamento de viscosidade, as ligas com 0,5% de Mg possuem menores valores de viscosidade. Com este teor de Mg, as ligas com 4 e 7% de Si possuem comportamentos similares e com os menores valores de viscosidade. A liga Al-1Si-0,5Mg embora possua um elevado RQI , apresenta viscosidade elevada.
- Ligas com 1% de Mg possuem maiores valores de viscosidade (exceto a liga Al-1Si-1Mg) pois, embora possuam elevados teores de Si, possuem baixos valores de RQI e mais Mg.
- A viscosidade diminui com o aumento do tamanho de grão e de glóbulo, fato mais evidente em ligas com 0,5% de Mg. Com o aumento de fator de forma a viscosidade aumenta.

- As novas ligas obtidas podem ter aplicação direta em processos de tixoonformação, exceto as ligas Al-7Si-1Mg e Al-4Si-1Mg que apresentaram elevados valores de viscosidade.
- As hipóteses de partida de que ligas com baixos teores de Si podem ter comportamento reológico similar a ligas com maiores teores desse elemento, só não vale quando se reduz muito o teor de Si, no caso a liga Al-1Si-1,0Mg. No entanto, essa mesma liga pode ter seu comportamento melhorado com a adição de apenas 0,5% de Mg.
- A segunda hipótese de que baixos teores de Mg não influenciam nas propriedades reológicas também é verdadeira. O problema é associar maior teor de Mg com alto teor de Si, isso aumenta consideravelmente a viscosidade da pasta reofundida.

Sugestões para trabalhos futuros

Várias são as possibilidades de continuidade para este trabalho, das quais destaca-se:

- Testar ligas com teores de Si intermediários aos estudados (2,5 e 5%) para um completo estudo do efeito deste elemento.
- Testar maiores tempos de globularização durante o tratamento térmico e para o ensaio de compressão.
- Utilização de técnicas de difração de raios-x para identificação completa de todas as fases presentes em todas as ligas em todos os tempos de tratamento térmico utilizados.
- Análise macro e microestrutural das amostras após testes de compressão.
- Produção de peças por tixoinjeção das novas ligas para observar o comportamento destas durante o processamento real e suas propriedades finais.
- Utilizar menores taxas de deformação para compreender e mapear as características reológicas das novas ligas produzidas.
- Produzir as mesmas ligas utilizando outro método de refino eficaz, como agitação eletromagnética ou fusão parcial controlada.
- Realizar um trabalho de modelagem matemática da evolução da estrutura e correlacionar com as características reológicas das ligas.

Referências bibliográficas

- Apelian, D., A Roadmap for Semi-Solid Processing, *Proceeding of the 6th International Conference on the Processing of Semisolid Alloys and Composite*, Turim, 2000, pp. 47-54.
- ASM Metals Handbook, v.2, 1992, p.23-169.
- ASM Specialty Handbook, 1a edição, 1993, p.532-535.
- Bartos-Tausig, G., Xia, K., Rheocast Microstructure of a Usually Wrought Aluminium Alloy, *Materials Science Forum*, vol. 217-222, pp.323-328, 1996.
- Bergsma, S.C. et al, Semi-Solid Transformation of Al-Si Alloys, *Proceedings of the 5th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, 1998, p.149-155.
- Brown, S.B., Flemings, M.C., Net shape forming via semi-solid processing, *Advanced materials & processes*, v.1, pp. 36-40, 1993.
- Buffière, J. Y., et al, Characterization of internal damage in a MMC_p using X-Ray synchrotron phase contrast microtomography, *Acta Materialia*, v.47, pp.1613-1625, 1999.
- Chiarmetta, G., Why Thixo?, *Proceedings of the 6th International Conference on the Processing of Semisolid Alloys and Composites*, Turim, 2000, pp. 15-21.

- Choi, J.C., Park, H.J., Kim, B.M., The influence of induction heating on the microstructure of A356 for semi-solid forging, *Journal of Materials Processing Technology*, v.87, pp. 46-52, 1999.
- Choi, J.C., et al., Manufacture of aluminum automotive piston by semi-solid forming with a statistical approach, *Proceedings of the 6th International Conference on Semisolid Processing of alloys and Components*, Turim, 2000, pp. 79-84.
- Dantzig, J.A., Midson, S.P., Billet heating for semi-solid forming, *Proceedings of the 2nd International Conference on the Processing of Semisolid Alloys and Composite*, M.I.T., 1992, pp.105-118.
- Desnain, P., et al, Prediction of equiaxed grain density in multicomponent alloys stirred electromagnetically, *Acta metallurgica materialia*, v.38, pp. 1513-1523, 1990.
- Ferrante, M., Freitas, E., Rheology and Microstructural Development of a Al-4wt%Cu Alloy in the Semi-solid State, *Materials Science and Engineering A*, pp. 172-180, 1999.
- Fiorini, P. et al, Primary and Wrought Products for Semi-Solid Forming of Aluminium Alloys, *La Metallurgia Italiana*, Vol.86, n.2, 1994.
- Flemings, M.C., Riek, R.G., Young, K.P., Rheocasting, *Material Science and Engineering*, v.25, pp. 103-117, 1976.
- Flemings, M.C., Behavior of Metal Alloys in the Semisolid State, *Metallurgical Transactions*, v.22 A, pp. 957-981, maio 1991.
- Garcia, A., *Solidificação Fundamentos e Aplicações*, Editora da UNICAMP, 2001 pp. 29-53.
- Genda G., et al, Mechanism of coarsening of dendrite during solidification, *Proceedings of Solidification Processing Conference*, Sheffield, Inglaterra, 1987, pp. 416-419.

- Giordano, P., Boero, F., Chiarmetta, G., Thixoformed space-frames for series vehicles. Study, development and applications, *Proceedings of the 6th International Conference on Semisolid Processing of alloys and Componentes*, Turim, 2000, pp. 29-35.
- Gullo, G.C., Steinhoff, K., Uggowitzer, P.J., Metallurgical Aspects of Thixoforming of Al-Mg-Si – Wrought Alloys, *Materials Science Forum*, v.331-337, pp. 235-240, 2000.
- Gullo, G.C., Steinhoff, K., Uggowitzer, P.J., Microstructural changes during reheating of semi-solid alloy AA6082, modified with barium, *Proceedings of the 6th International Conference on Semisolid Processing of alloys and Components*, Turim, 2000, pp. 367-372.
- Hirt, G., Zillgen, M. Microstructural effects of electromagnetic stirring in continuous casting of various aluminium alloys, 06, 1996, *Proceedings of the 4th International Conference on Semisolid Processing of alloys and Components*, Sheffield, 1996, pp. 180-186.
- Ichikawa, K., et al, Homogenization of microstructure and improvement of elevated temperature tensile properties in a Ni-base superalloy by rheocasting, *Materials Transactions, JIM*, v. 31, pp. 730-738, 1990.
- Ichikawa, I., Ishizuka, S., Homogenization of microstructures and improvement of mechanical properties in Cu-Al and Cu-Si alloys by rheocasting, *Materials Transactions, JIM*, v.30, pp. 915-924, 1989.
- Idegomori, T. et al, The Manufacturing of Automobile Parts Using Semi-Solid Metal Processing, *Proceedings of the 5th Int. Conf. on Semi-Solid Proc. of Alloys and Composites*, 1998, pp. 71-77.
- Ito, Y. et al, Rheological Behaviour and Microstructure of Al-6,5%wtSi, *The Minerals, Metals & Materials Society*, pp.3-17, 1991.

- Jung, H.K., The induction heating process of semi-solid aluminium alloys for thixoforming and their microstructure evaluation, *Journal of Materials Processing and Technology*, v.105, pp. 176-190, 2000.
- Jung, H.K., Kang, C.G., Reheating process of cast and wrought aluminum alloys for thixoforging and their globularization mechanism, *Journal of Materials Processing and Technology*, v.104, pp.244 -253, 2000.
- Jung, B.I., et al., Electromagnetic stirring and Sr modification in A356 alloy, *Journal of Materials Processing and Technology*, v.111, pp. 69-73, 2001.
- Kahlweit, M., On the ageing of dendrites, *Scripta metallurgica*, v.2, pp. 251-254, 1968.
- Kang, C.G., Choi, J.S., Kim, K.H., The Effect of Strain Rate on Macroscopic Behaviour in the Compression Forming of Semi-Solid Aluminum Alloy, *Journal of Materials Processing Technology*, pp. 159-168, 1999.
- Kang, C.G., Seo, P.K., Jung, H.K., Numerical analysis by new proposed coil design method in induction heating process for semi-solid forming and its experimental verification with globalized evaluation, *Materials Science and Engineering A*, 341 (1-2), pp. 121-138, 2003.
- Kapranos, P., Robert, M.H., Tixoconformação de Ligas de Alumínio, *Anais do VI Seminário de Tecnologia da Indústria do Alumínio*, Associação brasileira do alumínio, 1997, v.1, pp. 239-252.
- Kapranos, P., et al., Investigation into Rapid Compression of Semi-Solid Alloy Slugs, *Journal of Materials Processing Technology*, 111, pp. 31-36, 2001.
- Kapranos, P., et al., Near net shaping by semi-solid metal processing, *Materials & Design*, 21, pp. 387-394, 2000.

- Kattamis, T.Z., Casting of semi-solid metals, 1977, *Proceedings of Quality Control of Engineering alloys and the Role of Metals Science-International Symposium*, Holanda, 1977, pp. 189-201.
- Kattamis, T.Z., et al, Influence of coarsening on dendritic arm spacing of Al-Cu alloys, *Transactions of the metallurgical society of AIME*, v.239, pp.1504-1511, 1967.
- Kearns, M.A., Cooper, P.S., Effects of solutes on grain refinement of selected wrought aluminium alloys, *Materials Science and Technology*, v.13, pp. 650-654, 1997.
- Kim, N.S., Kang, C.G., An investigation of flow characteristics considering the effect of viscosity variation in the thixoforming process, *Journal of Materials Processing Technology*, v.103, pp. 237-246, 2000.
- Kirkwood, M.C., Young, K.P., *Nature and properties of semisolid materials*, Ed J.A.Sekhar e J.A.Dantzig, TMS, 1992, pp. 245-266.
- Kliauga, A.M., Ferrante, M., The effect of Sn additions on the semi-solid microstructure of an Al-7Si-0,3Mg alloy, *Materials Science and Engineering A*, v.337 (1-2), pp. 67-72, 2002.
- Kori, S.A., Murty, B.S., Chakraborty, M., Development of an efficient grain refiner for Al-7Si alloy, *Materials Science and Engineering A*, A280, pp. 58-61, 2000.
- Kori, S.A., Murty, B.S., Chakraborty, M., Development of an efficient grain refiner for Al-7Si and its modification with strontium, *Materials Science and Engineering A*, A283, pp. 94-104, 2000.
- Kral, M.V., et al., Three-dimensional analysis of microstructures, *Materials Characterization*, v.45, pp. 17-23, 2000.

- Laxmanan, V., Flemings, M.C., Deformation of Semi-solid Sn-15PctPbAlloy, *Metallurgical Transactions A*, pp. 1927-1937, 1980.
- Lee, Y.C., Dahle, A.K., StJohn D.H., Hutt, J.E.C., The effect of grain refinement and silicon content on grain formation in hypoeutectic Al-Si alloys, *Materials Science and Engineering A*, A259, pp. 43-52, 1999.
- Li, D.N., Jr, L., Wu, S.S., Study on the semi-solid rheocasting of magnesium alloy by mechanical stirring, *Journal of Materials Processing and Technology*, v.129 (1-3), pp. 431-434, 2002.
- Lifshitz, I.M., et al, The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Pergamon Press, v.19, pp. 35-50, 1961.
- Lim, S., Yoon, E., The effect of eletromagnetic stirring on the microstructure of Al-7%wtSi alloy, *Journal of materials science letters*, v.16, pp. 104-109, 1997.
- McCartney, D.G., Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants, *International Materials Review*, v.34, pp. 247-260, 1989.
- Modigell, M., Koke, J., Rheological modelling on semi-solid metal alloys and simulation of thixocasting processes, *Journal of Materials Processing Technology*, v.111, pp. 53-58, 2001.
- Mondolfo, L.F., *Aluminum Alloys: Structure and Properties*, Ed. The Whitefriars Press Ltd., 1976, pp.759-774,.
- Montgomery, D.C., "Design and Analysis of Experiments", 3a edição, John Wiley and Sons, 1991.

- Moreau, R., Applications métallurgiques de la magnétohydrodynamique, *Proceedings of the XV International Congress of Theoretical and Applied Mechanics*, University Of Toronto-Canada, 1980.

- Moreau, R., *Magneto hydrodynamics*, Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 1990.

- Müller-Spath, H., Atchen, M., Sahm, P.R., SSP-process – a new technology for homogeneous billet production, *Proceeding of the 4th International Conference on Semisolid Processing of alloys and Componentes*, Sheffield, 1996, pp. 174-179.

- Mullis, A. M., Growth induced dendritic bending and rosette formation during solidification in a shearing flow, *Acta Materialia*, v.47, pp. 1783-1789, 1999.

- Nicholas, N.H. et al, Application of Semi-solid Metal Forming to the Production of Small Components, *Proceedings of the 5th Int. Conf. on Semi-Solid Proc. of Alloys and Composites*, 1998, pp. 79-86.

- Niroumand, B., Xia, K., *Materials Science and Engineering A*, v.25, pp.70-75, 2000.

- Niu, X.P. et al, Semi-solid Forming of Cast and Wrought Aluminium Alloys, *Proceedings of the 5th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, 1998, pp. 141-148.

- Ogris, E., Luchinger, H., Uggowitzzer, P.J., Silison spheroidization treatment of thixoformed Al-Si-Mg alloys, *Materials Science Forum*, v.396-4, pp. 149-154, 2002.

- Paes, M., Zoqui, E.J., Obtenção de estrutura reofundida da liga Al-4,5%wtCu: comparação entre o ultra-refino e a agitação eletromagnética, *Anais dos Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica*, 1999.

- Paes, M., *Otimização de processo de obtenção de reofundidos da liga A356 sob agitação eletromagnética*. Dissertação de Mestrado, UNICAMP, 2000.

- Paes, M., Umebayashi, M., Zoqui, E.J., Robert, M.H., Análise da evolução estrutural na reofundição utilizando técnicas de computação gráfica, *Anais do 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais*, 2000.
- Paes, M., Robert, M.H., Zoqui, E.J., Modificações estruturais da liga A356 semi-sólida em função do tipo de reaquecimento, *Anais do 15º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos materiais*, 2002.
- Polmear, I.J., *Light Alloys – Metallurgy of the Light Metals*, Ed. Thomson Litho Ltd., 1980, pp. 111-123.
- Robert, M.H., Kirkwood, D.H., Alloy slurry formation by partial melting, *Proceedings of Solidification Processing Conference*, Sheffield, 1987, pp. 373-376.
- Robert, M.H., Proposição de um Novo Processo para a Obtenção de Pastas Metálicas Reofundidas, UNICAMP, 1989, Tese Livre-Docência.
- Robert, M. H., Martins, A.C., Desenvolvimento de Processo para Obtenção de Compósito Metal-Cerâmica via Matriz Reofundida, *Anais do 10º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais*, 1992.
- Robert, M.H., Partial Melting as an Efficient Method to Produce Rheocast Alloy Slurries, *Transactions of the Japan Foundrymen's Society*, vol. 12, 1993, pp.45-51.
- Rovira, M.M.M., *Viabilização do tixoforjamento da liga Al-4,5%Cu super-refinada*, Dissertação de Mestrado, UNICAMP, 1996.
- Saito, N., et al, The development of join parts for automobile body by thixocasting, *JSAE Review*, v.22, pp. 29-38, 2001.

- Sannes, S. et al, Orientational Relationships in Semi-Solid Al-6,5%Si, *The Minerals, Metals & Materials Society*, pp. 795-798, 1996.
- Spencer, D.B. et al, Rheological Behaviour of Sn-15%Pb in Crystallization Range, *Metals Transactions*, vol.3, pp. 1925-1932, 1972.
- Stucky, M., Richard, M., Influence of Electromagnetic Stirring, Partial Remelting and Thixoforming on Mechanical Properties of A356 alloys, *Proceedings of the 5th Int. Conf. on Semi-Solid Proc. of Alloys and Composites*, pp. 513-521, 1998.
- Tissier, A., Apelian, D., Regazzoni, G., Magnesium rheocasting: a study of processing-microstructure interactions, *Journal of Material Science*, v.25, pp. 1184-1196, 1990.
- US Patent, Meyer, *Method of producing thixotropic metallic products by continuous casting with polyphase current eletromagnetic agitation*. US005219018A. Jun. 15, 1993.
- US Patent, Kelly et al, *Method and apparatus for rheocasting*. US005178204A. Jan. 12, 1993.
- Vivés, C., Adam, F., Thixoforming of Electromagnetically Elaborated Aluminum Alloys Slurries and Semi-Solid Metal Matrix Composites, *Materials Science Forum*, vol.217-222, pp. 329-334, 1996.
- Vivés, C., Elaboration of Semisolid Alloys by Means of New Eletromagnetic_Rheocasting Processes, *Metallurgical Transactions*, v.23B, pp. 189-206, abril 1992.
- Vivés, C., Elaboration of Metal Matrix Composites from Thixotropic Slurries using a New Magnetohydrodynamic Caster, *Metallurgical Transactions*, v.24B, pp. 493-510, junho 1993.
- Wang, P., Cui, J.Z., Nondendritic microstructure of A356 alloy obtained by the nearby liquidus casting and thixoformed properties, *Acta Metallurgica*, v.38, pp. 952-955, 2002.

- Zoqui, E.J. *Obtenção e caracterização mecânico-metalúrgico da liga Al-4,5wt%Cu no estado reofundido*, UNICAMP, 1995, tese (doutorado).
- Zoqui, E.J., *Obtenção e caracterização de ligas Al-Si reofundidas*, UNICAMP, 2002, tese de livre docência.
- Zoqui, E.J., Paes, M., SSM Aluminium Alloys Produced by Eletromagnetic Stirring: the Brazilian Way, *Proceedings of the 6th International Conference on the Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, pp. 693-698, 2000.

ANEXOS

ANEXO 1

Tabela aleatória de ensaios para o tratamento térmico de globularização e teste de compressão.

Ensaio	Teor Si (%)	Teor Mg (%)	Tempo de globularização (s).
1	7	0,5	210
2	4	0,5	210
3	4	0,5	210
4	4	1	90
5	7	0,5	210
6	7	0,5	90
7	1	0,5	0
8	4	1	0
9	4	0,5	90
10	7	0,5	0
11	4	1	210
12	1	1	90
13	7	0,5	210
14	4	0,5	0
15	4	1	0
16	7	0,5	90
17	4	0,5	0
18	1	1	210
19	7	1	0
20	1	1	90
21	4	0,5	210
22	7	1	210
23	4	0,5	90
24	7	1	210

25	1	1	0
26	7	0,5	0
27	1	1	210
28	7	1	90
29	4	1	90
30	1	1	0
31	7	1	90
32	1	1	90
33	7	0,5	0
34	7	1	0
35	1	0,5	210
36	4	0,5	90
37	1	1	210
38	4	1	210
39	1	0,5	90
40	1	0,5	90
41	4	0,5	0
42	7	1	90
43	1	0,5	0
44	1	1	0
45	4	1	210
46	1	0,5	90
47	4	1	0
48	4	1	90
49	7	1	0
50	1	0,5	210
51	1	0,5	0
52	1	0,5	210
53	7	1	210
54	7	0,5	90

ANEXO 2

Análise Estatística

Para as análises estatísticas realizadas antes do tratamento térmico, utilizou-se um planejamento com dois fatores (A e B) com 3 e 2 níveis.

O teste de hipóteses busca definir se as variáveis têm ou não influência e também se sua interação afeta a variável de resposta. Assim, esse teste fica:

$$H_0 : \tau_i = 0 \text{ (para pelo menos um } i)$$

$$H_0 : \beta_j = 0 \text{ (para pelo menos um } j) \text{ ou}$$

$$H_0 : (\tau\beta)_{ij} = 0 \text{ (para pelo menos um par } i,j)$$

Onde

$i = 1, \dots, a$ representa os níveis de A

$j = 1, \dots, b$ representa os níveis de B

$k = 1, \dots, n$ representa as réplicas

τ_i é o efeito do fator A

β_j é o efeito do fator B

$(\tau\beta)_{ij}$ o efeito da interação de A e B e,

A somatória dos quadrados das diferenças é representada pela expressão e pelo quadro de análise apresentados a seguir.

$$SST = SSA + SSB + SSAB + SSE$$

Somatória de quadrados

Graus de liberdade

$$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^c y_{ijk}^2 - \frac{y^2}{abn} \quad abn-1$$

$$SS_A = \sum_{i=1}^a \frac{y_i^2}{bn} - \frac{y^2}{abn} \quad a-1$$

$$SS_B = \sum_{j=1}^b \frac{y_j^2}{an} - \frac{y^2}{abn} \quad b-1$$

$$SS_{AB} = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \frac{y_{ij}^2}{n} - \frac{y^2}{abn} - SS_A - SS_B \quad (a-1)(b-1)$$

$$SS_E = SS_T - SS_A - SS_B - SS_{AB} \quad ab.(n-1)$$

Para a análise estatística das hipóteses, tem-se que SS_T é uma soma de quadrados de variáveis aleatórias normalmente distribuídas, SS_T/σ^2 , SS_A/σ^2 , SS_B/σ^2 , SS_{AB}/σ^2 , SS_E/σ^2 são distribuídas como chi-quadrado respectivamente, com $N-1$, $a-1$, $b-1$, $(a-1)(b-1)$ e $ab(n-1)$ graus de liberdade, se a hipótese nula (H_0) for verdadeira.

Assim tem-se:

$$F_0 = \frac{SS_A / (a-1)}{SS_E / ab(n-1)} \quad \text{ou} \quad F_0 = \frac{SS_B / (b-1)}{SS_E / ab(n-1)} \quad \text{ou} \quad F_0 = \frac{SS_{AB} / (a-1).(b-1)}{SS_E / ab(n-1)}$$

A hipótese nula será rejeitada se $F_0 > F_{\alpha, x, ab(n-1)}$, com $x = a-1$, $b-1$ ou $(a-1).(b-1)$,

concluindo-se que os fatores influenciam a resposta e que sua interação também tem influência.

Para as análises estatísticas das amostras tratadas termicamente e das amostras que sofreram compressão a quente, pode-se utilizar o planejamento fatorial com três fatores ou o planejamento aleatorizado por blocos, como se segue.

O teste de hipóteses é dado por:

$$\begin{aligned}
 H_0 &: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_a \\
 H_1 &: \mu_i \neq \mu_j \text{ (pelo menos para um par } i, j) \\
 &\text{ou,} \\
 H_0 &: t_1 = t_2 = \dots = t_a = 0 \\
 H_1 &: t_i \neq 0 \text{ (para pelo menos um } i)
 \end{aligned}$$

As somatórias dos quadrados das diferenças podem ser relacionadas como:

$$SST = SS_{Tratamentos} + SS_{blocos} + SSE$$

o que fornece o seguinte quadro de análise:

Somatória de quadrados	Graus de liberdade
$SS_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b (y_{ij} - \bar{y})^2$	N-1
$SS_{TRAT} = b \sum_{i=1}^a (\bar{y}_i - \bar{y})^2$	a-1
$SS_{BLOCOS} = a \sum_{j=1}^b (\bar{y}_j - \bar{y})^2$	b-1
$SS_E = SS_T - SS_{TRAT} - SS_{BLOCOS}$	(a-1)(b-1)

Para a análise estatística das hipóteses, tem-se que SST é uma soma de quadrados de variáveis aleatórias normalmente distribuídas, SST/σ^2 , $SS_{TRATAMENTOS}/\sigma^2$, SS_{BLOCOS}/σ^2 e

SSE/σ^2 são distribuídas como chi-quadrado respectivamente, com $N-1$, $a-1$, $b-1$ e $(a-1)(b-1)$ graus de liberdade, se a hipótese nula $H_0 : \mu_i = 0$ for verdadeira.

Se a hipótese nula é verdadeira, ou seja, não há diferença entre as médias dos tratamentos, a razão

$$F_o = \frac{SS_{TRAT} / (a-1)}{SS_E / ((a-1)(b-1))} \text{ para os tratamentos, ou}$$

$$F_o = \frac{SS_{BLOCOS} / (b-1)}{SS_E / ((a-1)(b-1))} \text{ para os blocos}$$

são distribuições F com $a-1$ e $(a-1)(b-1)$ e $b-1$; e $b-1$ e $(a-1)(b-1)$ graus de liberdade, respectivamente.

No caso da hipótese nula ser verdadeira, tanto o numerador quanto o denominador da expressão são estimadores confiáveis de s^2 . Assim, se o valor esperado para o numerador é maior que o valor esperado para o denominador, deve-se rejeitar H_0 para valores do teste de hipóteses que sejam muito grandes, ou seja, a hipótese nula será rejeitada se

$$F_o > F_{\alpha, a-1, (a-1)(b-1)} \text{ para o teste dos tratamentos, ou}$$

$$F_o > F_{\alpha, b-1, (a-1)(b-1)} \text{ para o teste dos blocos}$$

O *p-value* ou simplesmente P, corresponde ao menor nível de significância que pode ser assumido para rejeitar a hipótese nula. Dizemos que há significância estatística quando o P é menor que o nível de significância adotado. Por exemplo, quando o $p=0,0001$, pode-se dizer que o resultado é bastante significativo, pois este valor é bem menor do que o nível de significância utilizado neste trabalho, ou seja, 0,05 ou 5%.

O *p-value* (P) é facilmente calculado através de uma distribuição de probabilidade F onde:

$$p\text{-value} = \text{dist.F}(F_0; \text{graus de liberdade 1}; \text{graus de liberdade 2})$$

