E	STE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAGÃO FINAL DA
Т	ESE DEFENDIDA POR MOINCOS ANTÓNIO
	Na Lai EAPROVADA
p	ELA COMISSÃO JULGADORA EM 20, 12,2011
	Prof. Dr. Eugênio Besé Zoqui
UNIVERSIDADE ESTADUA	L DE CAMPINAS ADOR
FACULDADE DE ENGENHA	RIA MECANICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM	ENGENHARIA MECÂNICA

Marcos Antônio Naldi

Análise da viabilidade do uso da liga AA332 para processos de tixoconformação

Campinas, 2011

10/2012

Marcos Antônio Naldi

Análise da viabilidade do uso da liga AA332 para processos de tixoconformação

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

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Eugênio José Zoqui

Campinas, 2011 SP – Brasil

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

N146a	Naldi, Marcos Antônio Análise da viabilidade do uso da liga AA332 para processos de tixoconformação / Marcos Antonio Naldi Campinas, SP: [s.n.], 2011
	Orientador: Prof. Dr. Eugênio José Zoqui Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.
	1. Alumínio. 2. Fundição. 3. Ligas de alumínio - Tratamento térmico. 4. Reologia. 5. Viscosidade. I. Zoqui, Eugênio José. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Evaluation of Thixoformability of AA332 for the thixoforming technology
Palavras-chave em Inglês: Aluminum, Foundry, Aluminium alloys – Heat treatment, Rheology, Viscosity
Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação
Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica
Banca examinadora: Prof. Dr. Eugênio José Zoqui, Profa. Dra. Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo, Prof. Dra. Maria Helena Robert.
Data da defesa: 20.12.2011

Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica

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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

Análise da viabilidade do uso da liga AA332 para processos de tixoconformação

Autor: Marcos Antônio Naldi Orientador: Prof. Dr. Eugênio José Zoqui

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

Prof. Dr. Eugênio José Zoqui, Orientador. UNICAMP/Universidade Estadual de Campinas

Profa. Dra. Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo UNIFEI/Universidade Federal de Itajubá

Prof. Dra. Maria Helena Robert UNICAMP/Universidade Estadual de Campinas

Campinas, 20 de dezembro de 2011.

Dedicatória

Dedico este trabalho primeiramente a DEUS, a minha esposa Marli e as minhas filhas Mayara e Marcella, que não me deixaram esmorecer sempre acreditando e me incentivando, e contando com a compreensão quando precisei me dedicar a este trabalho e não pude estar presente.

Agradecimentos

Desejo expressar meus sinceros agradecimentos a todos os que me ajudaram durante a realização deste trabalho.

A minha esposa Marli e as minhas filhas Mayara e Marcella, pelo meu amor irrestrito, agora e por toda a minha vida.

Ao meu orientador, Professor e Doutor Eugênio José Zoqui, pela sua amizade, sua paciência, confiança por ter acreditado em mim, me incentivando e apoiando sempre nas dificuldades.

Ao corpo docente da Faculdade de Engenharia Mecânica (FEM), pelas tantas lições que me ensinaram.

Ao corpo técnico e aos amigos do departamento da FEM, pela grande ajuda e colaboração na realização dos ensaios necessários.

"Tentar sempre, conseguir às vezes, desistir jamais".

Resumo

NALDI, Marcos Antonio, Analise da viabilidade do uso da liga AA332 para processos de tixoconformação Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica Campinas, 2011. 49 p. Tese (MSc).

A tecnologia de semi-sólidos normalmente utiliza ligas de alumínio de baixo silício, como AA356 (Al-7,0wt%Si) como matéria-prima. Ligas contendo alto teor de silício com uma composição quasi-eutética diminuem a faixa semi-sólida, tornando difícil controlar a temperatura de tixoconformação. Entretanto, ligas de alumínio com alto teor de silício apresentam excelentes propriedades mecânicas.

Este trabalho tem por objetivo avaliar a tixoconformabilidade da liga Al-9,5wt%Si-2,5wt%Cu (AA332) abrangendo as etapas de caracterização em termos de micro e macroestrutura, caracterização do comportamento viscoso até o processo de tixoforjamento em prensa do tipo excêntrica em matriz do tipo aberta. Através das simulações do software Thermo-Calc e técnicas experimentais de DSC a temperatura de transição de sólido para líquido foi mapeada a fim de obter o melhor comportamento semi-sólido e, conseqüentemente, a melhor temperatura de tixoconformação. Amostras de 20 mm de diâmetro por 15 mm de altura foram aquecidas foram aquecidas a três temperaturas, 562°C, 567°C e 572°C, pra se obter cerca de 30%, 45% e 60% da fração sólida por tempos de permanência de 0s, 30s, 90s e 210s. A evolução morfológica e o comportamento semi-sólido das amostras para estas temperaturas foram determinados através do teste de compressão a quente. A despeito das temperaturas e tempos usados a estrutura se mostrou bastante estável sendo que o melhor comportamento semi-sólido ocorreu à temperatura de 572°C, com uma viscosidade aparente de até 1.5E+5 Pa.s.

Palavras-chave: Tixoconformação, Material Semi-Sólido, Liga de Alumínio-Silício.

Abstract

NALDI, Marcos Antonio, Evaluation of Thixoformability of AA332 for the thixoforming technology, Campinas: Faculty of Mechanical Engineering, State University of Campinas, 2011. 49 p. Thesis (MSc).

The thixoforming technology typically uses semi-solid aluminium alloys low silicon, as the AA356 (Al-7wt%Si-0.5wt%Mg) as raw material. Alloys with high content of silicon, with a quasi-eutectic composition decreases semi-solid range, making it difficult to control the thixoforming temperature. However, aluminium alloys with high silicon content present excellent mechanical properties.

The goal of this work was to evaluate the thixoformability of Al-9,5wt%Si-2,5wt%Cu(AA332) alloys, including the following stages process: characterization in terms of microstructure and macrostructures; characterization of the viscous behavior; and the tixoforging process in an eccentric press using a matrix-type open. Simulations using Thermo-Calc software and DSC experimental technique were used to map the transition temperature from solid to liquid to obtain the best semi-solid behaviour and, consequently, the best thixoforming temperature. Samples 20mm diameter, 15mm height were heated were heated at three distinct temperatures, 562°C, 567°C and 572°C, to obtain circa 30, 45 and 60% of solid fraction for soaking times of 0s, 30s, 90s and 210s. The morphological evolution and the behaviour of the semi-solid samples at these temperatures were determined by the hot compression test. Despite the different temperatures and times used, the structure proved to be quite stable and the best semi-solid behaviour occurred at a temperature of 572°C with an apparent viscosity of up to 1.5E+5 Pa.s.

Keywords: Thixoforming, Semi-solid Material, Aluminium-Silicon Alloys.

Lista de llustrações

Figura 2.1: Ilustração esquemática da evolução de crescimento dendrítico de uma partícula durante
sua solidificação07
Figura 2.2: Variação da viscosidade da liga AA356 reofundida sob agitação eletromagnética de
1200W em função da taxa de cisalhamento, para diferentes tempos de tratamento térmico de
reaquecimento à 580°C, para fração sólida de 45% (Zoqui,2001)11
Figura 2.3: Estrutura de uma liga AA356 tixofundida sob agitação eletromagnética de 1200W,
reaquecida à 580°C e mantida nesta condição durante 600s: a) macrografia mostrando os grãos da
amostra; b) micrografia mostrando os glóbulos de fase primária (ZOQUI, 2001)12
Figura 2.4: Curva ilustrativa de um pico de fusão para um ensaio de DSC (Adaptado de Lecomte-
Beckers et al., 2004)
Figura 2.5: Área sob a curva de um pico esquemático para um ensaio de DSC representando o
cálculo da fração líquida (Adaptado de Lecomte-Beckers et al., 2004)15
Figura 3.1: Fluxograma para preparação e caracterização da liga AA33216
Figura 3.2: Equipamento empregado nos ensaios de compressão a quente: a) detalhe da amostra
antes da compressão a quente; b) detalhe da amostra imediatamente após a compressão 19
Figura 3.3: Conjunto de equipamentos utilizados na realização dos ensaios de tixoforjamento 20
Figura 3.4: Dimensões finais das peças tixoforjadas e dimensões dos corpos de prova para os
ensaios de tração.(Torres, 2009)
Figura 3.5: Equipamento utilizado nos ensaios de tração: (a) máquina universal de ensaios com
garras acopladas; (b) detalhe da amostra antes do ensaio de tração; (c) detalhe da amostra
imediatamente após o ensaio de tração
Figura 4.1. Transição da liga AA332 de sólido para a líquido de acordo com a técnica de DSC e
software Thermo-Calc ®
Figura 4.2: Micrografia da liga fundida (como recebida). Aumento: 100x26
Figura 4.3 Micrografia da liga tratada termicamente para 30% da fração solida nos tempos de 0s,
30s, 90s e 210s respectivamente (Aumento 100X)27
Figura 4.4 Micrografia da liga tratada termicamente para 45% da fração solida nos tempos de 0s,
30s, 90s e 210s respectivamente (Aumento 100X)27

Figura 4.5 Micrografia da liga tratada termicamente para 60% da fração solida nos tempos de 0s,
30s, 90s e 210s respectivamente (Aumento 100X)
Figura 4.6 Macrografia da liga original (como recebida) Aumento 50 X 29
Figura 4.7 Macrografia da liga tratada termicamente para 30% da fração solida nos tempos de 0s,
30s, 90s e 210s respectivamente (Aumento 50X)
Figura 4.8 Macrografia da liga tratada termicamente para 45% da fração solida nos tempos de 0s,
30s, 90s e 210s respectivamente (Aumento 50X)
Figura 4.9 Macrografia da liga tratada termicamente para 60% da fração solida nos tempos de 0s,
30s, 90s e 210s respectivamente (Aumento 50X)
Figura 4.10 Curvas de tensão versus deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos
de 0s, 30s, 90s e 210s para 60% de fração sólida.(562°C)
Figura 4.11 Curvas de tensão versus deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos
de 0s, 30s, 90s e 210s para 45% de fração sólida.(567°C) 34
Figura 4.12 Curvas de tensão versus deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos
de 0s, 30s, 90s e 210s para 30% de fração sólida. (572°C) 34
Figura 4.13 Curvas da viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento da liga AA332 tratada
termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 60% da fração solida
Figura 4.14 Curvas da viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento da liga AA332 tratada
termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 45% da fração solida
Figura 4.15 Curvas de viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento da liga AA332 tratada
termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 30% da fração solida
Figura 4.16 Corpo de prova (a), Peça inicial obtida no pré ensaio de tixoforjamento(b)39
Figura 4.17 Replicas das peças tixoforjadas da liga AA332 tratada termicamente para 30%, 45% e
60% de fração solida nos tempos de tratamento de 0s, 30s 90s e 210s40
Figura 4.18 Curvas de tensão versus deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos
de 0s, 30s, 90s e 210s para 60% de fração sólida.(562°C) 42
Figura 4.19 Curvas de tensão versus deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos
de 0s, 30s, 90s e 210s para 45% de fração sólida.(567°C) 42
Figura 4.20 Curvas de tensão versus deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos
de 0s, 30s, 90s e 210s para 30% de fração sólida. (572°C)43

Lista de Tabelas

Tabela 3.1: Composição química da liga AA332 conforme fabricante
Tabela 4.1: Temperaturas equivalentes às frações sólidas de 45% e 60%, obtidas via ensaio de
DSC software Thermo-calc25
Tabela 4.2: Valores médios de tamanho de glóbulos primários e de contiguidade (fator de forma)
para cada condição de ensaio proposta28
Tabela 4.3: Valores medios de tamanho de grãos e de RQI para cada condição de ensaio
proposto
Tabela 4.4: Valores da tensão média e tensão máxima da liga AA332 estudada para cada condição
de ensaio proposto35
Tabela 4.5: Valores da viscosidade aparente média da liga AA332 estudada para cada condição de
ensaio proposta
Tabela 4.6: Valores da tensão limite de escoamento (σ e), alongamento (ε) e limite de resistência
à tração (LRT) da liga AA332 para cada condição de ensaio proposta44

Lista de Abreviaturas e Siglas

Letras Latinas

$\mathbf{A}_{\boldsymbol{\alpha}}$	área da entidade avaliada	[µm]	
$C_{\alpha\alpha}$	quantidade de contatos sólido-sólido na estrutura semi-sólida		
$C_{\alpha L}$	quantidade de contatos sólido-líquido na estrutura semi-sólida		
$\mathbf{C}_{\mathbf{L}}$	concentração de soluto no líquido		
Cs	concentração de soluto no sólido		
Cs	contigüidade da fase sólida		
Csfs	contigüidade por volume		
\mathbf{d}_{0}	diâmetro inicial	[mm]	
e	deformação de engenharia		
F	força	[N]	
\mathbf{H}_{0}	altura inicial	[mm]	
Н	altura instantânea	[mm]	
k	coeficiente de redistribuição de soluto		
m	constante de proporcionalidade		
n	Power-Law Index		
Pα	perímetro da entidade avaliada	[µm]	
t	tempo	[s]	
T ₀	temperatura inicial	[°C]	
Τ	temperatura	[°C]	
$\mathbf{T}_{\mathbf{L}}$	temperatura liquidus	[°C]	
$\mathbf{T}_{\mathbf{F}}$	temperatura de fusão	[°C]	
V	volume	$[mm^3]$	

Letras Gregas

α	solução sólida	
γ	taxa de cisalhamento	$[s^{-1}]$

μ	viscosidade	[Pa.s]
σ	tensão normal	[MPa]
τ	tensão de cisalhamento	[MPa]
Abrevi	ações	
fl	fração líquida	
fs	fração sólida	
GLS	globule size (tamanho de glóbulo)	[µm]
GS	grain size (tamanho de grão)	[µm]

- **SF** *shape factor* (fator de forma)
- wt% weight percent

Siglas

ABAL	Associação Brasileira do Alumínio			
AISI	American Iron and Steel Institute			
ASTM	American Society for Testing and Materials			
DEF	Departamento de Engenharia de Fabricação			
DEMa	Departamento de Engenharia de Materiais			
DSC	Differential Scanning Calorimetry			
FEM	Faculdade de Engenharia Mecânica			
FPC	Fusão Parcial Controlada			
RQI	Rheocast Quality Index			
SSM	Semi-solid Metal			
UNICAMP	Universidade Estadual de Campinas			

xiii

SUMÁRIO

DEDICATÓRIAiv
AGRADECIMENTOSv
RESUMOvii
ABSTRACTviii
LISTA DE ILUSTRAÇÕESix
LISTA DE TABELASxi
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLASxii
1 INTRODUÇÃO1
1.1 Objetivos1
1.2 ORGANIZAÇÃO2
2 REVISÃO DA LITERATURA
2.1. Alumínio: conceito geral
2.2. Reofundição e Tixoconformação: conceitos gerais4
2.3. Tixoconformação: vantagens e desvantagens5
2.4. Metodos de obtenção da materia prima6
2.5. Características de escoamento do material semi-solido (SSM)8
2.6. Macroestruturas e microestruturas tixofundidas11
2.7. Ensaios de Calorimetria Exploratoria Diferencial (DSC)13
3 MATERIAIS E METODOS16
3.1 Material17
3.2 Análises de DSC e <i>Software</i> Thermo-Calc [®] 17
3.3 Caracterização micro e macroestrutural17
3.4 Tratamento térmico de globularização18
3.5 Ensaios de compressão a quente18
3.6 Montagem do sistema de tixoforjamento em prensa excêntrica20
3.7 Ensaios de tração23
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES24
4.1 Avaliação das temperaturas de trabalho24
4.2 Caracterização micro e macroestrutural25

4.2.1 Caracterização microestrutural	26
4.2.2 Caracterização macroestrutural	
4.3 Caracterização da viscosidade (ensaio de compressão a quente)	32
4.3.1 Tensão x Deformação	
4.3.2 Viscosidade aparente	
4.4 TIXOFORJAMENTO EM PRENSA EXCÊNTRICA	
4.5 Comportamento mecânico em tração	41
Anexo A – Tabela ensaios realizados	45
5 CONCLUSÕES	46
REFERENCIAS	47

1 INTRODUÇÃO

A tecnologia de processamento de ligas metálicas no estado semi-sólido tem feito avanços consideráveis desde a sua descoberta em 1973. Porém, após quase 40 anos, pouquíssimas matérias-primas são usadas como materiais de tixoconformação. Notadamente, somente as ligas AA356 e AA357 são amplamente usadas na indústria como SSM. Podemos destacar que a matéria-prima semi-sólida (SSM) tem um custo mais elevado do que a usada normalmente no processo convencional, custando mais que a fundição por injeção e mais do que fundidos por de moldagem permanente. No entanto, no custo total de processo, envolvendo ferramentas, capital, mão-de-obra, tratamento térmico, usinagem, acabamento, etc, indicam que o custo da tixoconformação e menor que por injeção, e dos moldes permanentes. O desenvolvimento de novas ligas e novos processos de baixo custo pode ser o fator chave para a disseminação desta tecnologia.

Trabalhos anteriores descreveram as tentativas para produzir tais matérias-primas usando grãos de ultra-refino (UR) e técnicas de agitação magnética. Onde mostraram que a viscosidade do sistema de liga Al-Si varia muito pouco em função da fração sólida, e que uma liga de baixo silício pode ter quase a mesma viscosidade da liga AA356. A estrutura deste trabalho segue a de trabalhos anteriores, discute o comportamento morfológico e reológico de uma liga convencional Al-9,5wt%Si-2,5wt%Cu (próxima da composição da AA332), produzida por lingotamento convencional *Direct Casting* (DC), em função do tratamento térmico à fase semi-sólida em frações sólidas de 30%, 45% e 60%, e descreve a tixoconformação desta liga numa prensa industrial excêntrica usando uma matriz aberta. O aquecimento ao estado semi-sólido permite estudar e evolução morfológica e o teste de compressão a quente, (Laxmanan e Flemings, 1980), são utilizados para determinar o comportamento viscoso, pois são os testes mais confiáveis para determinar a viscosidade aparente de tais materiais.

1.1 Objetivos

Este trabalho tem como objetivo contribuir com o desenvolvimento do campo da conformação semi-sólida, ou tixoconformação, testando a viabilidade de se utilizar a liga comercial Al-9,5wt%Si-2,5wt%Cu (AA332) como contribuição para o desenvolvimento de uma matéria prima tixoconformável em termos de caracterização micro e macroestrutural, comportamento viscoso e de propriedades mecânicas decorrentes do processo de tixoforjamento. Amostras de 20 mm de diâmetro por 15 mm de altura foram aquecidas foram aquecidas a três temperaturas, 562°C, 567°C e 572°C, pra se obter cerca de 30%, 45% e 60% da fração sólida por tempos de permanência de 0s, 30s, 90s e 210s. Assim, peças semi-sólidas podem ser obtidas utilizando este material de baixo custo, sem qualquer preparação especial.

1.2 Organização

Será apresentada uma breve descrição conceitual de forma a fornecer uma visão generalizada das propriedades das ligas de alumínio, conceitos referentes à tixoconformação, seus principais meios de obtenção, características de escoamento, além de abordagens sobre macro e microestruturas tixoconformadas.

Os materiais e a metodologia utilizada serão descritos posteriormente, a forma de caracterização da nova liga, os ensaios de DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) e o uso do *software* Thermo-Calc[®], assim como os tratamentos térmicos e os testes de compressão a quente e ensaios de tração.

Os resultados encontrados acerca das características macro e microestruturais destacando as caracterizações de tamanhos de grãos, tamanhos de glóbulos primários, fator de forma (*SF*), cálculos do *Rheocast Quality Index* (RQI), as características de escoamento das ligas, como por exemplo, a tensão média e máxima de escoamento como também a viscosidade aparente, além das propriedades mecânicas.

As considerações finais serão apresentadas juntamente com as hipóteses supracitadas.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1. Alumínio: conceito geral

Devido a excelentes combinações das propriedades das ligas de alumínio, a indústria tem aumentado, de maneira bastante significativa, sua utilização comercial, resultando assim em diversas aplicações de engenharia. Sua aplicação e viabilidade comercial se dão devido ao fato de que podem ser manufaturado por diversos processos metalúrgicos convencionais. É um dos grupos de materiais metálicos mais versáteis, econômicos e atrativos dentre todos os metais usualmente conhecidos, sendo que, como metais estruturais, suas aplicações só são menores que a dos aços. Com sua densidade em 2,7g/cm³, aproximadamente um terço da densidade do aço, o que somado à sua elevada resistência mecânica o torna bastante útil em diversas aplicações. Além disso, o alumínio não é ferromagnético, possui elevada condutividade térmica e elétrica e com determinados tratamentos e/ou elementos de liga, pode se tornar resistente à corrosão garantindo sua utilização em meios bastante agressivos. O alumínio possui excelentes propriedades mecânicas quando comparadas com os outros materiais, entre elas, pode-se citar: (Kearney,1992.a)

- Limite de resistência à tração: Para o alumínio puro recozido, essa razão é de aproximadamente 48 MPa, sendo que o valor aumenta em função da liga, do trabalho a frio e do tratamento térmico (quando possível); até valores de 300 MPa.
- Limite de escoamento: O limite do alumínio puro é de aproximadamente 13 MPa para ligas até 200 MPa.
- Dureza: Os elementos de liga aumentam em muito sua resistência, assim como o tratamento térmico e o endurecimento pelo trabalho a frio. Entretanto a dureza é significativamente mais baixa do que a maioria dos aços; até 180 HB.
- Módulo de elasticidade: O módulo de elasticidade do alumínio é de 69 GPa. Representa um terço do módulo de elasticidade do aço. Essa propriedade tem como vantagem dar às estruturas de alumínio uma elevada capacidade de amortecimento aos impactos causados pelo processo de conformação e reduzir as tensões produzidas pela variação da temperatura.

As ligas de alumínio são divididas em duas categorias, as ligas trabalhadas, destinadas a trabalho mecânico (forjamento, laminação, extrusão, entre outros), e as ligas fundidas destinadas à produção de componentes via fundição. Cada uma delas subdivide-se em diversas classes de acordo com sua composição (ROOY, 1992a):

- Ligas trabalhadas: Produtos comerciais de ligas de alumínio trabalhadas são divididos em cinco grupos baseados nos métodos de produção aplicados e nas configurações geométricas do produto. Produtos laminados planos (folhas, placas, chapas, etc); barras, vergalhões e fios; produtos tubulares; perfis e forjados. Os principais empregos destas ligas vão desde aplicações gerais como carrocerias de ônibus e furgões, utensílios domésticos, embarcações, calhas, forros, construção civil e fachadas, até fins mais específicos como equipamentos para a indústria alimentícia, química e de bebidas e confecção de peças sujeitas aos mais elevados esforços mecânicos na indústria aeronáutica, militar, máquinas e equipamentos, moldes para injeção de plástico e estruturas (CAYLESS, 1992).
- Ligas fundidas: As ligas fundidas de alumínio garantem a maior versatilidade dentre as ligas convencionais de fundição por possuírem maiores taxas de fundibilidade, tais como: fluidez para preencher seções delgadas; baixo ponto de fusão comparado à maioria dos demais metais; rápida transferência de calor do alumínio fundido para o molde gerando menores ciclos de processo; estabilidade química, boa superfície do material bruto de fusão com superfície brilhante e pouco ou nenhum defeito, entre outros (KEARNEY E ROOY, 1992).

2.2. Reofundição e tixoconformação: conceitos gerais

Os termos reofundição e tixoconformação se referem às tecnologias aplicadas à obtenção de componentes a partir da conformação de ligas no estado semi-sólido. Enquanto a reofundição refere-se a esta obtenção de peças a partir do líquido, a tixoconformação faz o caminho inverso usando matéria prima inicialmente sólida (ROOY,1992.a). Na década de 70, Spencer foi o primeiro a observar o comportamento reológico de pastas metálicas semi-sólidas, relacionados com a formação e desenvolvimento de trincas por contração durante a solidificação da liga Sn-15wt% Pb sob ação de forças cisalhantes, a liga mantinha pouca viscosidade mesmo quando havia uma significativa fração solidificada. (FLEMINGS, 1991).

Spencer notou que a viscosidade da liga em solidificação apresentava um comportamento diferenciado, apresentando melhor fluidez, mesmo para altas frações sólidas presentes na pasta. A

pasta apresentava comportamento tixotrópico, no qual a sua viscosidade aparente é dependente da taxa de cisalhamento a que é submetida e do seu tempo de aplicação. Spencer observou que o efeito das forças cisalhantes sobre a liga em solidificação faz sua formação dendrítica natural romper-se, com isso as partículas sólidas remanescentes deste processo de rompimento ficam suspensas no líquido em movimento. Mantendo a temperatura da liga num valor intermediário entre as linhas *solidus* e *liquidus*, as partículas sólidas suspensas no líquido assumiram uma geometria esférica, ou globular, por efeito da necessidade da redução da tensão superficial do glóbulo cristalino.

2.3. Tixoconformação: vantagens e desvantagens

Todos os processos apresentam vantagens e desvantagens. De acordo com Atkinson (2005), as principais vantagens da tixoconformação comparando-se com a fundição sob pressão, são:

- Eficiência energética menor consumo de energia, não é necessário manter o material no estado líquido por um período longo de tempo;
- Altas taxas de produtividade, iguais ou superiores às encontradas para fundição sob pressão, possibilidade de uso de diversas ligas e formas geométricas;
- Preenchimento não turbulento do molde sem aprisionamento de ar e com baixa porosidade de contração confere ao produto melhor qualidade;
- Temperaturas de processo mais baixas reduzem o choque térmico nas matrizes, aumentando sua vida útil e permitindo que materiais não tradicionais para a confecção destas sejam empregados – permite também o processamento de ligas com alto ponto de fusão, como aços ferramenta, que são difíceis de serem conformados por outros meios;
- Formação de microestruturas são finas e uniformes, sob a forma equiaxial ou de rosetas que auxiliam no aumento das propriedades mecânicas;
- Menores contrações de solidificação fornecem dimensões próximas ao *near net shape* e justificam a eliminação de etapas de usinagem;

As principais desvantagens segundo Atkinson (2005) são descritas abaixo:

- O custo da matéria-prima pode ser alto;
- O know-how e a experiência no processo devem estar em constante evolução;
- Controle da temperatura a fração solida e viscosidade são diretamente dependentes da temperatura.

2.4 Métodos para obtenção da matéria prima

Geralmente as ligas de uso industrial solidificam-se através das estruturas dendríticas. As propriedades mecânicas dessas ligas podem ser melhoradas pela transformação de sua estrutura dendrítica através de diversos processos termos-mecânico, entre os quais os necessários à tixoconformação, no qual se busca uma estrutura globular. O mais comum é a aplicação de tensões de cisalhamento na região semi-sólida, que leva à fragmentação dos braços dendríticos que se tornam pequenas partículas. A sucessiva redução da temperatura e aplicação de tensões causa deformações nas partículas, que se transformam em rosetas e então em formas globulares. Tem-se uma estrutura final homogênea constituída por estrutura primária globular circundada pela fase secundária, geralmente eutética e dendrítica. (PAHLEVANI et al 2004).

Otimizando-se esta estrutura globular bastante refinada, tem-se, como resultado, o semisólido se comportando como uma pasta tixotrópica, ou seja, a viscosidade da liga mostra uma dependência com o tempo e diminui em função do aumento das taxas de cisalhamento. As ligas semi-sólidas retêm seu comportamento de pasta viscosa mesmo após entrar na faixa sólido-líquido da solidificação e podem ser conformadas com facilidade nesta região. Com a aplicação de cisalhamento, esta reassume suas propriedades de fluido, e pode ser moldado sob pressão, forjada (tixoforjada), injetada (tixoinjetada) ou extrudada (tixoextrudada), de acordo com a composição sólido/líquido presente. (LAXMANAN e FLEMINGS, 1980).

As matérias-primas empregadas na tixoconformação do metal no estado semi-sólido (SSM) podem ser obtidas através de dois caminhos: processamento durante á solidificação e processamento posterior à solidificação. Em ambos os grupos os processos visam à modificação da morfologia da microestrutura em formação ou, já formada, de dendrítica para globular. Nestes processos, a globularização apenas parcial já é suficiente, pois em geral os processos posteriores de tixoconformação implicarão em reaquecimento desta matéria prima à temperatura intermediária entre *solidus* e *liquidus* para viabilizar a conformação, o que implicará na continuidade do fenômeno de globularização da fase primária (ZOQUI, 2001). A formação da estrutura reofundida não dendrítica depende fundamentalmente da quebra das dendritas em formação e de sua posterior esferoidização, contudo a base para isto é a nucleação inicialmente dendrítica. No caso da obtenção de reofundidos através de técnicas de agitação do líquido em solidificação este

mecanismo de formação do núcleo dendrítico original compreende em geral, os seguintes passos (FLEMINGS, 1991):

- Fratura inicial do ramo ou braço dendrítico em formação devido ao intenso fluxo de líquido;
- Refusão da raiz dos braços dendríticos devido ao acúmulo de soluto através do mecanismo de *ripening*.
- Esferoidização como resultado da tensão induzida pela turbulência do líquido com uma penetração rápida deste líquido ao longo dos novos contornos de grão.

Tem-se, portanto, que a base para a formação da estrutura reofundida está no controle da nucleação dos primeiros sólidos dendríticos. O crescimento do braço ou ramo dendrítico destacado da parede do molde continua de maneira dendrítica. Com a continuidade da agitação e com o controle da taxa de resfriamento a morfologia dendrítica passa a uma forma híbrida conhecida como roseta. Isto é o resultado de mecanismo de *ripening* e da coalescência, assim como da própria abrasão entre várias rosetas. O *ripening* e a coalescência prosseguem durante o restante da solidificação. Com suficiente tempo e agitação as partículas se tornam esferoidais ou quase-esferoidais, com uma pequena quantidade de líquido em seu interior conhecido como *entrapped liquid*, devido aos mecanismos de dobramento. A Figura 2.1 ilustra a seqüência destes fenômenos.



Aumento do Tempo Aumento da Taxa de Cisalhamento Diminuição da taxa de resfriamento

Figura 2.1: Ilustração esquemática da evolução de crescimento dendrítico de uma partícula durante sua solidificação. (ZOQUI, 2001).

Pode-se assim então definir os processos de coalescimento e os mecanismos de *Ostwald ripening* como sendo fenômenos de engrossamento dos braços dendríticos. Nestes processos há o desaparecimento de ramos dendríticos secundários e o engrossamento dos ramos primários, levando a uma rápida globularização. Os fenômenos de engrossamento ocorrem desde o início da solidificação, quando as distâncias para a difusão são ainda pequenas. Os mecanismos de *Ostwald ripening* são regidos por três modelos, propostos por Kattamis, Coughin e Flemings (1967) e Kahlweit (1968), que envolvem os fenômenos de dissolução de ramos menores, difusão de soluto no meio líquido entre os ramos e incorporação de soluto nos ramos mais grosseiros. O resultado é a redução do número de ramos e o aumento da distância entre eles. Já com relação aos processos de coalescência, existem dois modelos propostos por Young (1992) e Kirkwood (1994) e Genda, Yoyon e Geing (1987), que envolvem a aglomeração, ou aproximação, de ramos secundários devido à deposição de soluto em regiões com raio de curvatura negativo (regiões côncavas), ou ainda à aproximação física das superfícies e seu contato. Estes dois modelos resultam na supressão de superfícies de separação levando à união de dois ou mais braços em um só, de maior dimensão.

2.5. Características de escoamento do material semi solido (SSM)

Spencer, Mehrabian e Flemings (1972) descobriram que ligas metálicas no estado semisólido, cuja microestrutura compõe-se por partículas sólidas globulares envoltas por líquido, apresentam comportamento tixotrópico para um processamento semi-sólido. Quando uma microestrutura semi-sólida é mantida em repouso, as partículas sólidas aglomeram-se, e a viscosidade aumenta; se o material é cisalhado, a aglomeração é quebrada e a viscosidade diminui (ATKINSON, 2005).

Em um fluido newtoniano, como por exemplo, a água, a tensão de cisalhamento (τ) é proporcional à taxa de cisalhamento (γ) e a constante de proporcionalidade é a viscosidade (μ). Fluidos tixotrópicos são não-newtonianos, isto é, a tensão de cisalhamento não é proporcional à taxa de cisalhamento. A viscosidade é então renomeada para viscosidade aparente, e passa a ser dependente da taxa de cisalhamento, pressão, temperatura e tempo, aponta Atkinson (2005).

Assim, para uma dada tensão, a pasta apresenta uma definida viscosidade aparente; se a carga for repentinamente modificada, a resposta não é imediata, isto é, o novo valor de viscosidade aparente somente é atingido após certo tempo. Por exemplo, a redução da carga leva à redução da viscosidade aparente através de uma histerese; a área dessa histerese define o grau de tixotropia do material. Em geral ao se deformar as pastas reofundidas apresentam uma alta viscosidade aparente tendendo a diminuir à medida que a tensão é aplicada. Ao se alterar, durante esta deformação, a taxa de cisalhamento aplicada à pasta, apresentará novamente uma alta viscosidade para, em seguida, atingir um novo valor médio (HAN, 1976).

As análises das características de escoamento do material semi-sólido obtidos tomaram como base o trabalho de Laxmanan e Flemings. Seqüencialmente, serão apresentadas as equações utilizadas. Considerou-se como ponto de partida uma amostra cilíndrica de altura inicial H_0 e diâmetro inicial d_0 . A deformação de engenharia, e, em um dado tempo t em compressão, com altura instantânea H, é dada por:

$$e = 1 - \frac{H}{H_0}$$
(Equação 2.1)

Sendo o volume V constante durante todo o ensaio de compressão, e considerando que a amostra seja comprimida entre duas placas cuja área é maior que a maior área ocupada pelo material deformado, a tensão σ em um determinado tempo *t* de ensaio será dada por:

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

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

$$\frac{1}{H^4} - \frac{1}{H_0^4} = \frac{8\pi Ft}{3\mu V^2}$$
(Equação 2.3)

Desta maneira, é possível obter-se a viscosidade μ ao se montar um gráfico de $(\frac{1}{H^4} - \frac{1}{H_0^4})$ em função de t. Mas, como veremos adiante, a carga utilizada nesta pesquisa não permaneceu constante, sendo então necessário isolar a viscosidade μ em função do tempo. Neste caso, tem-se:

$$\mu = \left(\frac{8\pi F}{3V^2}\right) \left(\frac{1}{H^4} - \frac{1}{H_0^4}\right)^{-1} t$$
 (Equação 2.4)

Além dos cálculos para a obtenção da viscosidade, Laxmanan propôs uma maneira simplificada para se obter a taxa de cisalhamento média, γ'_{AV} , dada por:

$$\gamma'_{\rm AV} = -\left(\sqrt{\frac{V}{\pi}}\right) \left(\frac{\delta H}{2H^{2.5}}\right)$$
 (Equação 2.5)

Assim, nota-se que é possível determinar a viscosidade em função do tempo, bem como a taxa média de cisalhamento. A caracterização de ambos visa estabelecer meios para analisar o comportamento não newtoniano desta pasta, uma vez que, o material tixofundido não se comporta como um material newtoniano, mas sim como um fluido tixotrópico. Laxmanan e Flemings (1980) aplicaram, então, o modelo *de Ostwald-de-Waele (Power Law)*, conforme a Equação 2.6, em pastas reofundidas submetidas a ensaio de compressão a quente em um viscosímetro de placas paralelas, e conseguiu correlacionar a curva tensão-deformação com a viscosidade aparente.

•

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

Onde m é conhecida como constante de consistência ou proporcionalidade e n é conhecido como *Power-Law Index*. Quanto menor o valor de n, maior é o comportamento pseudoplástico. Porém, vários são os fatores que influenciam estas medidas, tais como a taxa de cisalhamento imposta. Para altíssimas taxas de cisalhamento, não há tempo para que ocorram fenômenos de aglomeração de glóbulos primários, originando um baixo valor para a viscosidade; para baixas taxas de cisalhamento, a interação entre as partículas primárias é facilitada, originando altos valores de viscosidade (FLEMINGS, 1991).

Segundo Zoqui (2001), para um metal que será processado no estado semi-sólido por tixoconformação, a determinação da viscosidade do material em função da taxa de cisalhamento talvez seja a caracterização mais importante. Observando-se a Figura 2.2 pode-se notar que a viscosidade apresenta um comportamento de queda com o aumento da taxa de cisalhamento para a liga apresentada, quanto maior o caráter globular do material, menor a queda da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento. A amostra que apresentou o maior grau de globularização apresentou a partir de taxa de 0,5s⁻¹, viscosidade praticamente constante.



Figura 2.2: Variação da viscosidade da liga AA356 reofundida sob agitação eletromagnética de 1200watts em função da taxa de cisalhamento, para diferentes tempos de tratamento térmico de reaquecimento à 580°C, para fração sólida de 45% (ZOQUI, 2001).

2.6. Macroestruturas e microestruturas tixofundidas

O tamanho de grão na macroestrutura às vezes é fácil de reconhecer, contrariamente a microestrutura, especialmente nas situações com maior tamanho de grão. Deve-se salientar que o tamanho de glóbulo é na realidade o tamanho médio da fase primária observada na microestrutura, que para a estrutura fundida corresponde ao espaçamento dendrítico secundário médio e para as estruturas reofundidas corresponde ao tamanho médio das partículas de fase primária isoladas. As partículas conectadas são contadas como sendo uma entidade. É importante notar que devido às interconexões existentes na microestrutura, este "tamanho de glóbulo" corresponde apenas em parte ao real tamanho de glóbulo, que na realidade, seria o tamanho de todo o aglomerado, ou seja, o grão. A Figura 2.3 exemplifica o que através da liga AA356 tixofundida denominou-se de grão e glóbulo.

Ainda segundo Zoqui (2001), ao se confrontar o tamanho de grãos (metalografia colorida ou macrografia) com o tamanho de glóbulos (micrografia) em uma liga reofundida, pode-se estabelecer uma correlação direta entre o grão, glóbulo e fator de forma da fase primária; investigou-se também o comportamento reológico de ligas Al–Si produzidas por agitação eletromagnética e observou-se a influência da interconexão dos glóbulos na viscosidade aparente deste material.



Figura 2.3: Estrutura de uma liga AA356 tixofundida sob agitação eletromagnética de 1200W, reaquecida à 580°C e mantida nesta condição durante 600s: a) macrografia mostrando os grãos da amostra; b) micrografia mostrando os glóbulos de fase primária (ZOQUI, 2001).

Com as informações dos tamanhos de grãos e partículas primárias disponíveis, Zoqui (2001) desenvolveu uma ferramenta, o RQI, que correlaciona parâmetros morfológicos e parâmetros macro e microestruturais, permitindo assim analisar a eficiência do método de obtenção da matéria-prima, segundo a Equação 2.7:

$$RQI = \left(\frac{GLS}{GS}\right)SF$$
 (Equação 2.7)

Onde:

GLS = tamanho da partícula primária GS = tamanho de grão SF = fator de forma

Dividindo-se o tamanho da partícula primária pelo tamanho do grão chega-se a uma razão entre a macro e a microestrutura do material, para a qual se espera que o valor encontrado seja o mais próximo possível de "1", pois nestas condições o tamanho de grão seria igual ao tamanho de glóbulo, fato que implicaria em uma estrutura menos complexa e mais globular.

O fator de forma é dado pela seguinte expressão:

$$SF = \frac{4\pi A_{\alpha}}{P_{\alpha}^2}$$
(Equação 2.8)

Onde:

 A_{α} = área da entidade avaliada

 P_{α} = perímetro da entidade avaliada

Foram utilizadas a contigüidade da fase sólida, Cs, e a contigüidade por volume, Csfs, para determinar o grau de coesão entre as partículas da fase primária. A contigüidade é a medida da quantidade relativa de contatos entre partículas sólidas em uma estrutura semi-sólida, e é definida como a fração média de superfície compartilhada por um glóbulo com todos os glóbulos vizinhos de mesma fase A contigüidade por volume trata deste valor multiplicado pela quantidade relativa de fase sólida. De modo geral, Cs e Csfs podem ser calculadas pelas equações a seguir: (Gullo, Steinhoff e Uggowitzer – 2000)

$$Cs = \frac{2C_{\alpha\alpha}}{2C_{\alpha\alpha} + C_{\alpha L}}$$
(Equação 2.9)

Onde:

 $C_{\alpha\alpha}$ = quantidade de contato sólido-sólido em uma estrutura semi-sólida $C_{\alpha L}$ = quantidade de contato sólido-líquido de uma estrutura semi-sólida

$$Csfs = (Cs).(fs)$$
 (Equação 2.10)

Onde:

Cs = contigüidade da fase sólida fs = fração sólida

Outro ponto importante no processamento de materiais no estado semi-sólido é a morfologia e a porcentagem da fase líquida, pois elas definem as características de escoamento do material. O material que apresentar a estrutura mais globular terá o escoamento facilitado durante o tixoprocessamento (PAES, 2004).

2.7. Ensaios de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Os ensaios de Calorimetria Exploratória Diferencial (*DSC*) medem a diferença de energia necessária ao aquecimento de 1°C da substância em estudo e um material de referência, inerte de modo térmico, enquanto ambos são submetidos a uma variação controlada de temperatura, de

maneira que a amostra em referência seja mantida em condição isotérmica, independente do evento térmico que esteja ocorrendo. Podendo ser definido como uma técnica que mede a temperatura e o fluxo de calor associado com a transição do material em função da temperatura e do tempo. Tal medida fornece informação qualitativa e quantitativa sobre mudanças físicas e químicas que envolvem processos endotérmicos (absorção de calor), exotérmicos (evolução de calor) ou mudanças na capacidade calorífica. O *DSC* pode proporcionar informações sobre caracterização e medidas específicas tais como: transição vítrea, temperatura e tempo de cristalização, ponto de fusão, calor específico, oxidação, pureza, estabilidade química, ponto de ebulição, grau de velocidade de cura, cinética de reação, entre outros (MOTHÉ E AZEVEDO, 2002).

Quando o *DSC* é usado para medidas específicas de calor, os desvios da linha base tornamse importantes e condições como tamanho de partícula da amostra e diluente, simetria, sistema de empacotamento e outras condições devem ser acuradas para fornecer resultados reprodutíveis. Quantidades pequenas de amostra fornecem boa resolução com picos mais estreitos (melhor definição) e permitem altas taxas de aquecimento. Em grandes quantidades de amostra há ocorrência de transições pequenas, amostras heterogêneas, picos largos com baixa resolução e exatidão de medida de temperatura, exige baixas taxas de aquecimento e a sensibilidade é maior.

Uma curva de *DSC* normalmente se apresenta como sendo uma função do diferencial da entalpia por tempo no eixo das ordenadas *versus* a temperatura (T) no eixo das abscissas, onde as mudanças de inclinação, saltos e picos denotam os eventos térmicos ocorridos, como transformações de fases, reações químicas, entre outros; a Figura 2.4 mostra um pico típico de fusão. Além disso, a área sob um pico de transformação representa a variação de entalpia da transformação, o calor específico é calculado a partir da linha de base da curva e o intervalo de transformação é dado pela diferença entre T_f e T₀ (LECOMTE-BECKERS *et al.*, 2004).



Figura 2.4: Curva ilustrativa de um pico de fusão para um ensaio de DSC (Adaptado de LECOMTE-BECKERS *et al.*, 2004).

É comum também, no caso do estudo e caracterização de *SSM*, tais gráficos se apresentarem com a fração líquida (fl) no eixo das ordenadas e a temperatura (T) no eixo das abscissas; admitindo-se que fl é proporcional à energia absorvida durante a transformação ocorrida, a avaliação da distribuição da fase líquida pode ser realizada através da aplicação de uma integração parcial da curva de DSC no trecho correspondente ao pico de transformação, conforme ilustra a Figura 2.5 (Lecomte-Beckers et al., 2004).



Figura 2.5: Área sob a curva de um pico esquemático para um ensaio de DSC representando o cálculo da fração líquida (Adaptado de LECOMTE-BECKERS *et al.*, 2004).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A liga de alumínio Al-9,5wt%Si-2,5wt%Cu-0,5wt%Fe-0,7wt%Mg-0,26wt%-Zn, mais conhecida como AA332 foi produzida, preparada e fornecida pela empresa Alcoa Ltda. O plano de estudo da viabilidade de se usar este material como matéria prima tixoconformável foi subdividido em quatro etapas, como descrito no fluxograma da Figura 3.1. Iniciou-se pela caracterização da temperatura *liquidus* e temperatura relativa às frações sólidas de 30%, 45% e 60%, através da técnica *DSC* e também com o uso do *software* Thermo-Calc[®]. Fez-se a caracterização da macro e microestrutura da liga fundida e tratada termicamente (medição do tamanho de grão e glóbulo primário, fator de forma e RQI). Fez-se a determinação da viscosidade aparente através de teste de compressão a quente, e avaliação das propriedades mecânicas através de ensaios de tração do produto tixoconformado.



Figura 3.1: Fluxograma para preparação e caracterização da liga AA332.

3.1. Material

Segundo o fabricante, a composição química da liga AA332 encontra-se na Tabela 3.1.

	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn	Ti
Limites	9.50 ± 0.50	2.50 ± 0.30	≤ 1.00	≤ 0.50	≤ 0.30	≤ 0.30	≤ 0.10
Liga	9.92	2.78	0.72	0.30	0.05	0.03	0.019

Tabela 3.1: Composição química da liga conforme fabricante.

3.2. Análises de DSC e software Thermo-Calc®

A análise de *DSC* tem como objetivo obter não só as temperaturas *solidus* e *liquidus* da liga, como também todas as temperaturas intermediárias existentes. Tais análises foram feitas no Laboratório de Caracterização de Materiais do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da FEM/UNICAMP em amostras com massa aproximada de 70mg com auxílio de um equipamento de análise térmica NETZSCH STA 409C, utilizando-se uma taxa de aquecimento de 5°C/min até 700°C e resfriamento até temperatura ambiente com taxa de resfriamento análoga. A partir dos ensaios de *DSC* foi possível construir uma curva da fração líquida *versus* temperatura para a liga estudada, o que fornece diretamente as temperaturas correspondentes às frações sólidas de 30%, 45% e 60%.

Para as simulações com o *software* Thermo-Calc[®], foi utilizada a composição ideal da liga, obtendo a curva de temperatura *versus* fração sólida. Com esta simulação, o *software* empregou uma rotina de cálculos avaliando condições de solidificação dentro e fora do equilíbrio, tomando como base os modelos da Regra da Alavanca e Scheil, respectivamente. Com *software* Thermo-Calc[®], determinam-se também as temperaturas correspondentes às frações sólidas de 30%, 45% e 60%.

3.3 Caracterização micro e macroestrutural

A liga foi caracterizada micro e macroestruturalmente após o processo de tratamento térmico de globularização. A primeira etapa da caracterização da micro e macroestrutura foi à preparação metalográfica. As amostras foram cortadas e embutidas com resina de cura a frio, depois foram lixadas e na seqüência polidas com pastas de diamantes de 6µm e 1µm respectivamente. Após o lixamento e polimento das amostras, foi realizado o ataque químico com

ácido fluorídrico (HF) 1,0% durante aproximadamente 10s para a revelação da microestrutura; após este processo foram capturadas as imagens através de um microscópio óptico Leica DM ILM do Departamento de Engenharia de Fabricação (DEF) da FEM/UNICAMP. Para as medições do tamanho das partículas primárias, empregou-se o Método dos Interceptos de Heyn, regido pela norma *ASTM* E112 (ASTM, 1996). A contagem dos glóbulos primários foi realizada em cinco diferentes campos de cada micrografia, sendo que para cada amostra empregou-se cinco imagens de diferentes seções. A contagem do fator de forma obedeceu exatamente o mesmo critério adotado para as medições de glóbulos primários.

O tamanho de grão foi obtido pela metalografia colorida. As mesmas amostras utilizadas para a caracterização microestrutural foram reutilizadas, porém desta vez foi aplicada uma solução eletrolítica de HBF₄ com 6% e com uma aplicação de uma tensão de 20V por cerca de 90s sob agitação moderada constante. As amostras foram então lavadas em água corrente e secas. Elas foram analisadas sob o mesmo microscópio, utilizando filtros de polarização para obter as imagens a cores de seus grãos, de modo que os grãos com a mesma orientação cristalina apresentaram uma cor semelhante, facilitando sua identificação e caracterização. O método Heyn também foi usado para determinar o tamanho de grão.

3.4 Tratamento térmico de globularização

O tratamento térmico visa efetuar a globularização parcial ou total da liga, permitindo avaliar a evolução micro e macroestrutural e possibilitando, então, correlacionar tais características com as propriedades reológicas do material. Foram realizados no Laboratório de Tixoconformação da FEM/UNICAMP em um forno resistivo, a partir de amostras com 15 mm de altura por 20 mm de diâmetro retirado do lingote principal. Após o forno alcançar a temperatura requerida, juntamente com um termopar tipo K, *Cromel Alumel*, fixado em seu interior, todas as amostras foram inseridas no forno para serem reaquecidas até as temperaturas relativas às frações sólidas de 30%, 45% e 60% e mantidas por tempos de 0s, 30s, 90s e 210s.

3.5 Ensaios de compressão a quente

Os ensaios de compressão a quente determinam a viscosidade aparente, e são fundamentados nos estudos realizados por Laxmanan e Flemings (1980), que desenvolveram tal procedimento aplicando-o na caracterização de ligas Sn–15wt%Pb. A escolha deste método de caracterização

deveu-se à extrema facilidade operacional e a capacidade de gerar excelentes resultados comparativos, uma vez que esses autores utilizaram deste mesmo método para fazer a caracterização de suas pastas.

Os testes de compressão a quente foram realizados em uma máquina universal de ensaios MTS 810 com capacidade de carga de 10000kgf, pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais do DEMa/FEM/UNICAMP, utilizando placas paralelas de Inconel 718 com um forno resistivo acoplado ao eixo da máquina; partiu-se de amostras idênticas às empregadas nos tratamentos térmicos, submetidas a uma taxa de compressão constante de 10mm/s. O conjunto utilizado nestes ensaios pode ser melhor representado pela Figura 3.2 a seguir.





Figura 3.2: Equipamento empregado nos ensaios de compressão a quente: a) detalhe da amostra antes da compressão a quente; b) detalhe da amostra imediatamente após a compressão.

Após o sistema alcançar a condição requerida para cada situação, temperaturas relativas às frações sólidas de 30%, 45% e 60% e tempos de globularização de 0s, 30s, 90s e 210s, as amostras inseridas monitoradas com um termopar tipo K, *Cromel Alumel*, fixado em seu interior foram comprimidas até que sua altura fosse reduzida a 5mm. Os dados de saída máquina universal de ensaios foram força, deslocamento e tempo para cada instante do ensaio, realizado com uma taxa de aquisição de mil pontos por segundo. De posse dos dados de força, deslocamento e tempo foi então possível, segundo as Equações 2.1 a 2.6 detalhadas no item 2.4 do Capítulo 2, construir as curvas de deformação *versus* tensão e conseqüentemente as curvas de taxa de cisalhamento *versus* viscosidade aparente para a liga estudada.

3.6 Montagem do sistema de tixoforjamento em prensa excêntrica

Em estudos anteriores, Lourençato (2008) e Torres (2009) realizaram ensaios de tixoforjamento em diversas ligas. Seus estudos se basearam desde o projeto da matriz do tipo aberta e fechada, respectivamente, até sua execução, passando pela montagem e aferição de todos os equipamentos utilizados nos ensaios. O produto tixoconformado por Lourençato (2008) foi projetado seguindo alguns critérios: o produto teria que possuir geometria suficiente para a retirada de dois corpos de prova para posterior ensaio de tração e teria que possuir raios e chanfros de maneira a facilitar o escoamento do material dentro da matriz, assim como sua extração.

O conjunto de equipamentos utilizados na realização dos ensaios de tixoforjamento é ilustrado na Figura 3.3. Fazem parte deste conjunto uma prensa excêntrica com acionamento mecânico, o forno resistivo utilizado para o aquecimento da matéria-prima, as matrizes do tipo fechado, a resistência elétrica utilizada para o aquecimento das matrizes, a célula de carga utilizada para a aquisição da carga do tixoforjamento, o sensor de deslocamento utilizado para o controle do deslocamento (velocidade de conformação) e o sistema de aquisição de dados.



Figura 3.3: Conjunto de equipamentos utilizados na realização dos ensaios de tixoforjamento.

Foi utilizada uma prensa do tipo excêntrica com capacidade de 25 toneladas da marca Victor, tendo como características: alta carga, necessária para o processo, e capacidade de executar o processo com alta velocidade. Segundo Fehlbier (2000), a velocidade desenvolvida pela prensa e a temperatura da matriz são os principais parâmetros que afetam no fluxo de material e no preenchimento da matriz. No tixoforjamento, é necessário especial controle da velocidade de conformação, uma vez que a viscosidade da matéria prima é fortemente dependente da tensão aplicada e do tempo de aplicação da tensão. A velocidade de conformação determina a velocidade de escoamento e, portanto, o correto preenchimento da matriz e a qualidade superficial do produto.

As matrizes foram confeccionadas no Laboratório de Usinagem do DEF/FEM/UNICAMP, o material adotado para a confecção das mesmas foi o aço ferramenta para moldes do tipo VH13IM. Após sua confecção, as matrizes foram submetidas ao tratamento térmico de têmpera e revenimento, com o objetivo de alcançar a dureza desejada, de aproximadamente 48HRC.

O forno utilizado para o aquecimento da matéria-prima até a temperatura relativa à fração sólida estabelecida para seu posterior forjamento foi do tipo resistivo com 600mm de comprimento e 120mm de diâmetro interno. Esse forno era internamente composto pela resistência elétrica protegida por cerâmica e envolta numa manta de alumina com o objetivo de evitar o desprendimento do calor para o ambiente, evitando, assim, perda de energia térmica e originando instabilidade em seu aquecimento.

A resistência elétrica utilizada para o aquecimento das matrizes tem como objetivo manter uma temperatura de aproximadamente 200°C para as mesmas. Para tanto, essa resistência elétrica possuía uma potência de 6000 W.

A célula de carga utilizada para a aquisição da carga do tixoforjamento possui quatro sensores (extensômetros elétricos) ligados em ponte de *Wheatstone*, a mesma foi instalada no parafuso de ajuste da altura do martelo da prensa excêntrica. Já o sensor de deslocamento utilizado para o controle do deslocamento foi instalado no martelo da prensa.

O sistema de aquisição de dados foi utilizado para tratar os sinais emitidos pela célula de carga, pelo sensor de deslocamento e pela temperatura, via *software* LabVIEW. Vale ressaltar que todo o conjunto de equipamentos utilizados na realização do tixoforjamento foi devidamente calibrado. Após a montagem e calibração do conjunto de equipamentos, foi iniciada a execução dos pré-ensaios de tixoforjamento da liga no estado semi-sólido.

O procedimento estabelecido para a realização dos pré-ensaios de tixoforjamento consistia no aquecimento dos corpos de prova bem como no aquecimento da matriz pela resistência elétrica. O corpo de prova era inserido no forno resistivo através de um dispositivo e com um termopar tipo K, *Cromel Alumel*, fixado em seu interior. Após o alcance da temperatura relativa às frações sólidas de 30%, 45% e 60% e os tempos de globularização de 0, 30, 90 e 210s, o corpo de prova era transferido para a matriz inferior, retirando o termopar de sua extremidade. Posicionado o corpo de prova dentro da matriz inferior, assim sendo era acionado o sistema de aquisição de dados e logo em seguida o pedal de acionamento mecânico da prensa.

Para facilitar a remoção da peça da cavidade inferior da matriz após a tixoforjamento, foi utilizada a aplicação de um desmoldante comercial. A utilização desse produto praticamente eliminou a necessidade da utilização do extrator, uma vez que ele não permitia a aderência da peça nas cavidades e, após alguns segundos da execução do processo, a peça praticamente se soltava da cavidade inferior, bastando, assim, somente o auxílio de uma tenaz para sua retirada.

Os corpos de prova utilizados tinham as dimensões de 150 mm de comprimento e 28,5 mm de diâmetro e com furo de 1,6 mm de diâmetro na metade de seu diâmetro, estes corpos de prova foram retirados de um lingote original de 300 mm x 300 mm. As peças tixoforjadas foram submetidas ao processo de rebarbação e, em seguida, ao corte em uma serra mecânica na metade de sua largura. Posteriormente, as duas metades foram usinadas no Laboratório de Usinagem do DEF/FEM/UNICAMP para a obtenção de corpos de prova para os ensaios de tração, regido pela norma *ASTM* B557M-02a (ASTM, 2002), conforme pode ser vista na Figura 3.4.



Figura 3.4: Dimensões finais das peças tixoforjadas e dimensões dos corpos de prova para os ensaios de tração. (Torres, 2009)

3.7 Ensaios de tração

Os ensaios de tração tiveram como objetivo determinar algumas propriedades mecânicas do material estudado, como por exemplo, tensão limite de escoamento, alongamento e limite de resistência à tração. Estes ensaios foram realizados no Laboratório de Caracterização de Materiais do DEMa/FEM/UNICAMP em uma máquina universal de ensaios MTS, modelo 810.

Esse equipamento utiliza, para monitoramento da carga, uma célula de carga com capacidade de 100kN. A célula de carga foi ligada ao sistema Test Star II, mediante o aplicativo Testware SX, que permite o monitoramento em tempo real dos dados, assim como o processamento em aplicativos para Windows. A velocidade de ensaio utilizada foi de 0,02mm/s.

Os dados de saída da máquina universal de ensaios foram força, deslocamento e tempo para cada instante do ensaio. Através destes dados, foi possível a construção das curvas de tensão versus deformação. Para esse ensaio foram utilizadas três réplicas para cada situação.

Na Figura 3.5 a, pode ser visto o equipamento utilizado nos ensaios de tração, bem como a fixação do corpo de prova de tração, nas Figuras 3.5 b) e c).



Figura 3.5: Equipamento utilizado nos ensaios de tração: a) máquina universal de ensaios com garras acopladas; b) detalhe da amostra antes do ensaio de tração; c) detalhe da amostra imediatamente após o ensaio de tração.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta os resultados experimentais obtidos para cada etapa do trabalho, conforme descrito no Capítulo 3; buscou-se apresentá-los segundo a ordem em que estes foram mencionados, tentando assim facilitar a compreensão e respectiva discussão acerca das hipóteses levantadas para explicar cada um dos fenômenos observados. As caracterizações analíticas e estatísticas estão também aqui discutidas conforme sua relevância.

4.1 Avaliação das temperaturas de trabalho

As análises empregadas nesta etapa do trabalho visam à obtenção da temperatura *liquidus, solidus* e das temperaturas de trabalho a serem empregadas nos tratamentos térmicos, ensaios de compressão a quente e tixoforjamento da liga estudada. Neste trabalho optou-se por dois métodos dos mais empregados na literatura, ensaios de *DSC* e simulação via *software* Thermo-Calc[®].

A partir dos ensaios de *DSC* foi possível construir uma curva da fração líquida *versus* temperatura, possibilitando assim encontrar diretamente as temperaturas correspondentes às frações sólidas de 30%, 45% e 60%.

Já nas simulações com o *software* Thermo-Calc[®] os dados obtidos foram às curvas de fração líquida *versus* temperatura, partindo-se da composição ideal, excluindo-se quaisquer inclusões ou elementos residuais. Nestas simulações, o *software* empregou uma rotina de cálculos avaliando condições de solidificação dentro e fora do equilíbrio. Analogamente aos ensaios de DSC, com as curvas de fração líquida *versus* temperatura em mãos, determina-se às temperaturas correspondentes às frações sólidas de 30%, 45% e 60%, além da temperatura *liquidus*. Na Figura 4.1 pode-se ver as duas curvas representativas da transição esperada para ambos métodos, ou seja, ensaios de DSC e simulação via *software* Thermo-Calc[®].

Com base na Figura 4.1 foi montada a Tabela 4.1, que mostra, de forma mais clara, todas as temperaturas obtidas para as três condições de frações sólidas e também para as duas caracterizações de temperatura (DSC e *software* Thermo-Calc[®]).

Como pode ser observado na figura 4.1, o prognóstico da Thermo-Calc difere cerca de 10°C da técnica DSC. Devido a essa diferença, as temperaturas foram escolhidas (com um intervalo de apenas 5°C) devido ao fato de que ambas as técnicas não são conclusivas, isto é, $572^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ para 30% fs (fração sólida), $567^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ para 45% fs e $562^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ para 60% fs. O objetivo foi determinar a evolução da estrutura e sua viscosidade dentro de uma abertura muito

estreita correspondendo à melhor ou à pior situação para o processo de tixoconformação. Caracterização da evolução morfológica: A estrutura original e as amostras reaquecidas a 30, 45 e 60% fs foram caracterizadas para determinar primeiro o tamanho e a forma de suas partículas/glóbulos (a) e suas granulometrias (b).



Figura 4.1: Transição da liga AA332 de sólido para líquido de acordo com as técnicas de DSC e *software* Thermo-Calc[®].

Tabela 4.1: Temperaturas equivalentes às frações sólidas de 30%, 45% e 60%, obtidas via ensaio de DSC e *software* Thermo-Calc[®].

Métodos	Temperatura fs=60%	Temperatura fs=45%	Temperatura fs=30%	Temperatura solidus	Temperatura liquidus
DSC	570°C	575°C	580°C	525°C	594°C
Thermo- Calc [®]	562°C	567°C	572°C	510°C	584°C

4.2 Caracterização micro e macroestrutural

Para estudar sua evolução morfológica, amostras de 15 mm de altura e 20 mm de diâmetro foram aquecidas da temperatura ambiente até o estado semi-sólido em 5 minutos (110°C/minutos aproximadamente) e mantidas a essas temperaturas para 0, 30, 90 e 210s nas mesmas frações

sólidas. Foi escolhido o tempo de retenção de 0, 30, 90 e 210s devido ao processamento industrial, que é dependente do tempo em vez da temperatura. Normalmente a matéria-prima é processada aquecendo-se durante 7 a 8 minutos, dependendo do tamanho e da massa, o material poderá chegar à temperatura desejada em 5 ou 7 minutos. O estudo da morfologia nesta faixa de tempo é a avaliação do melhor e pior cenário para a tixoconformação.

De posse das temperaturas correspondentes às frações sólidas de 30%, 45% e 60%, iniciouse a caracterização das amostras através de técnicas metalográficas para a análise estrutural. As caracterizações micro e macroestruturais compreendem a caracterização da estrutura da liga como recebida, tratadas termicamente às temperaturas para 30%, 45% e 60% de fração sólida para tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, perfazendo-se a contagem de tamanho de partícula primária ou tamanho de glóbulo, tamanho de grão, determinação do fator de forma (Cs) e cálculos de *RQI*.

4.2.1 Caracterização microestrutural

A Figura 4.2 apresenta a micrografia da liga na condição original (como recebida), pode-se notar visualmente que a estrutura da liga é composta por microestrutura caracteristicamente dendritica, podendo ser classificada como dendrítica grosseira.



Figura 4.2: Micrografia da liga AA332 original (como recebida). Aumento: 100x.

Na seqüência, as Figuras 4.3 a 4.5, apresentam as micrografias das ligas tratadas para 30%, 45% e 60% de fração sólida nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente. Pode-se notar que somente para alta fração líquida, ou melhor, baixa fração sólida houve a alteração dos contornos dendríticos e da morfologia. Para as temperaturas mais baixas somente houve coalescimento dos braços dendríticos.



Figura 4.3: Micrografia da liga AA332 tratada termicamente para 30% de fração sólida (572°C) nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente. Aumento: 100x.



Figura 4.4: Micrografia da liga AA332 tratada termicamente para 45% de fração sólida (567°C) nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente. Aumento: 100x.



Figura 4.5: Micrografia da liga AA332 tratada termicamente para 60% de fração sólida (562°C) nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente. Aumento: 100x.

Tabela 4.2: Valores médios de tamanhos de glóbulos primários e de contiguidade (fator de forma) para cada condição de ensaio proposta.

Fração sólida (%)	Tempo (s)	Espaçamento Primário (µm)	Cs
	0	67	0,5
60%	30	68	0,6
(562°C)	90	90	0,6
	210	85	0,6
	0	92	0,6
45%	30	107	0,6
(567°C)	90	156	0,6
	210	192	0,6
	0	111	0,6
30%	30	129	0,6
(572°C)	90	142	0,6
	210	200	0,5

Na Tabela 4.2 são apresentados os tamanhos médios de glóbulo primário e os valores do fator de forma contigüidade (Cs) para a liga estudada, lembrando que o fator de forma adotado neste trabalho foi o parâmetro de circularidade, sendo que para o fator de forma de contigüidade (Cs), se determina o grão de coesão entre as partículas de fase primária.conforme Equações 2.9 e 2.10 do item 2.5, Capítulo 2. A tabela apresenta o tamanho médio dos glóbulos primários para a liga, desde o tempo de tratamento de 0s até o tempo de 210s. A maior fração sólida, 60%, proporcionou menores glóbulos primários em relação às frações sólidas de 45% e 30% devido aos fenômenos de coalescência, uma vez que existe maior contato entre as partículas. No que diz respeito ao fator de forma, ficou evidenciado uma padronização entre os valores encontrados, ou seja, há uma forte interconexão entre as partículas da fase primária, mantendo-se intacto o esqueleto dendrítico. Espera-se diante disto um comportamento reológico ruim para as baixas temperaturas.

4.2.2 Caracterização macroestrutural

O sistema de analise de imagens utilizando luz polarizada se mostrou eficiente para se determinar os tamanhos de grãos da liga estudada. 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 facilita a diferenciação de grãos que sejam vizinhos e que podem ser equivocadamente confundidos com um só.

Na seqüência, as Figuras 4.6 a 4.9, apresentam a macrografia das ligas tratadas para 30%, 45% e 60% de fração sólida nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente, como também a macrografia da liga original (como recebida).



Figura 4.6: Macrografia da liga AA332 original (como recebida). Aumento: 50x.



Figura 4.7: Macrografia da liga AA332 tratada termicamente para 30% de fração sólida (572°C) nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente. Aumento: 50x.



Figura 4.8: Macrografia da liga AA332 tratada termicamente para 45% de fração sólida (567°C) nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente. Aumento: 50x.



Figura 4.9: Macrografia da liga AA332 tratada termicamente para 60% de fração sólida (562°C) nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente. Aumento: 50x.

As Figuras 4.7, 4.8 e 4.9 mostram a evolução morfológica em termos de macroestruturas durante o reaquecimento ao estado semi-sólido. Qualitativamente se apresentam com grãos em forma de glóbulos para a fração sólida de 30% desde o tempo de tratamento térmico de 0s, ou seja, somente devido ao reaquecimento já existe o fenômeno de globularização, quando se tem alta fração líquida, mostrando um ligeiro aumento no tamanho dos grãos durante a evolução morfológica até o tempo de 210s de tratamento. As macroestruturas apresentaram heterogeneidade em relação aos grãos, e houve grandes diferenças entre os resultados obtidos para as ligas tratadas a 30%, 45% e 60% de fração sólida e tempos de tratamento de 0s, 30s, 90s, 210s como também se notou nas microestruturas. Pode-se notar que a liga AA332 com 30% de fração sólida apresenta uma estrutura grãos em forma de glóbulos, mas o mesmo não acontece a 45 ou 60%.

A Tabela 4.3 apresenta os tamanhos médios de grãos e os valores do RQI para a liga estudada. O *Rheocast Quality Index* (RQI) é dado pelo quociente entre o tamanho da partícula primária e o tamanho do grão, ou seja, razão entre a macro e a microestrutura do material e

multiplicado pelo fator de forma de contigüidade (Cs) conforme Equação 2.7 do item 2.5, Capítulo 2. Assim sendo, quanto mais próximo de "1" for o valor do índice, mais o tamanho de grão é igual ao tamanho de glóbulo, fato que implica em uma estrutura menos complexa e mais globular, o que, supostamente levará à um melhor comportamento viscoso.

Fração sólida (%)	Tempo (s)	Tamanho de Grão (µm)
Original	-	132±32
60%	0	184 ± 28
(562°C)	30	171±24
	90	319±38
	210	576±42
45%	0	319±37
(567°C)	30	312±34
	90	615±51
	210	674±55
30%	0	638±53
(572°C)	30	833±62
	90	857±65
	210	923±73

Tabela 4.3: Valores médios de tamanhos de grãos e de RQI para cada condição de ensaio proposta.

Desta forma tem-se que para uma análise precisa da tixoconformabilidade de ligas metálicas, a importância não apenas de uma caracterização em termos de microestrutura, mas também da caracterização macroestrutural das mesmas, tendo em vista que ambas as práticas expõem ópticas diferentes e complementares na direção de um melhor entendimento acerca destes processos.

4.3 Caracterização da viscosidade (ensaio de compressão a quente)

A caracterização da viscosidade de materiais no estado semi-sólido é essencial para o estudo de seu comportamento reológico, base de todos os processos de tixoconformação. Spencer (1972), a partir de ensaios de viscosidade demonstrou as excelentes vantagens de se trabalhar com o material neste estado. Destaca-se que foram realizados ensaios de compressão a quente para cada caso apresentado. Vale ressaltar que a velocidade de compressão utilizada neste trabalho foi de 10

mm/s, visando simular o comportamento mais próximo às situações práticas de tixoforjamento. Para operações específicas de tixoinjeção devem-se utilizar velocidades entre 500 e 4000 mm/s.

Os resultados dos ensaios de compressão a quente compreendem as soluções gráficas das curvas de tensão *versus* deformação e viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento de acordo com os resultados obtidos como saída para os ensaios de compressão a quente (força, tempo e deslocamento). Primeiramente serão apresentadas as curvas de tensão versus deformação, para cada caso, seguido das curvas de viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento.

4.3.1 Tensão x Deformação.

O estudo das tensões médias e tensões máximas de trabalho da liga são de fundamental importância, dentre alguns motivos, pode-se citar para o dimensionamento de ferramental para conformação destas, assim como dados de entrada para estudos de simulação numérica. Neste tópico serão discutidos, os gráficos de tensão versus deformação dos ensaios de compressão a quente obtido para cada condição de ensaio proposta, de acordo com as Equações 2.4 e 2.5 do item 2.5.2, Capítulo 2.

As Figuras 4.10, 4.11 e 4.12 apresentam as curvas de tensão *versus* deformação da liga AA332 reaquecida para as frações sólidas de 30%, 45% e 60% para os tempos de tratamento de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente.



Figura 4.10: Curvas da tensão *versus* deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 60% de fração sólida (562°C).



Figura 4.11: Curvas da tensão *versus* deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 45% de fração sólida (567°C).



Figura 4.12: Curvas da tensão *versus* deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 30% de fração sólida (572°C).

Nota-se claramente o feito da temperatura para que ocorra a deformação. Para as temperaturas de 562 e 567°C, mesmo que haja tempo para a esferoidizacao, as tensões necessárias à conformação podem ser consideradas altas, porém a 572°C quando pode-se notar que as tensões necessárias à conformação são exíguas. A interação do líquido (rico em eutético Al-Si) é responsável por este fenômeno. A fase líquida reduz sua viscosidade, diminuindo a tensão necessária para deformar o material. O teste de compressão também mostrou que as temperaturas de 562°C e 567°C produziram uma pequena quantidade de líquido, levando a uma tensão muito elevada para deformação, embora este esforço seja ainda inferior ao necessário para o forjamento

convencional da liga. Para tempos de globularização de 90 a 210s a força necessária é considerada residual. Tem-se, portanto que a temperatura mínima a ser usada para este material deverá ser 572°C, caso se deseje a tixoinjeção, mas para o tixoforjamento as temperaturas de 562°C e 567°C já são suficientes uma vez que tais processos geralmente possuem equipamentos com capacidade de carga mínima de cerca de 200MPa.

A Tabela 4.4 sintetiza estes dados ao apresentar um resumo das principais características mecânicas obtidas através dos ensaios de compressão a quente, sendo elas, tensão média (σ_m) e tensão máxima (σ_{max}). Os valores considerados médios foram obtidos nas curvas de tensão *versus* deformação no ponto relativo à deformação igual a 0,3. Novamente, observa-se que existe uma tendência de queda na tensão de escoamento conforme se aumenta a temperatura e o tempo de tratamento, como é esperado. Isso se deve ao fato de que com o aumento da temperatura tem-se aumento da fração líquida e, com o aumento do tempo de tratamento tem-se uma maior globularização. Isso indica também que em decorrência do aumento do tempo de tratamento há uma diminuição da interação entre as partículas sólidas remanescentes.

Fração sólida (%)	Tempo de tratamento (s)	Tensão máxima (MPa)	Tensão média (MPa)
	0	13	6
60%	30	12	4
(572°C)	90	14	6
	210	12	3
	0	10	3
45%	30	9	3
(567°C)	90	9	3
	210	11	3
	0	3	1
30%	30	1	1
(562°C)	90	1	0,2
	210	0,5	0,1

Tabela 4.4: Valores da tensão média e tensão máxima da liga AA332 estudada para cada condição de ensaio proposto.

Observa-se ainda que a deformação homogênea ocorreu após 0,1 (10%) da deformação. Após este ponto, o material semi-sólido começa a expelir o líquido existente dentro e entre as partículas, e atingiu o estado estacionário. Depois de 0,4 (40%), de deformação, a maioria do líquido foi expulso e o material tornou-se um material quase sólido. Neste ponto, a tensão volta a

aumentar até atingir seu máximo. A diferença do comportamento em 562°C, 567°C e 572°C das amostras indicou que a presença de 70 até 80% da fração de líquido somente ocorre à 572°C, isto também indica que o *software* Thermo-Calc[®] aparenta ser mais preciso que a técnica de DSC.

Tem-se ainda que um maior esforço foi necessário para iniciar a deformação homogênea em tempos curtos de tratamento, notadamente 0s e 30s. Nestes curtos tempos ainda permanece intacta as interligações entre as partículas sólidas. As partículas estão "soldadas" formando uma estrutura tridimensional. É necessário um período de tempo mais longo para que o líquido eutético derreta estes contatos. Para os tempos de 90s e 210s o esforço necessário para a deformação é mais baixo. Nota-se que a adoção de maiores tempos de tratamento ocasionará menores tensões de escoamento menores para se iniciar o escoamento do material semi-sólido. Através da Tabela 4.4, observa-se que, a condição que demonstrou a melhor expectativa para o tixoforjamento foi à de 30% de fs (572°C).

4.3.2 Viscosidade aparente

Nesta etapa será discutido o comportamento viscoso da liga em função da taxa de cisalhamento, resultantes dos ensaios de compressão a quente para cada condição de ensaio, de acordo com as Equações 2.6, 2.7 e 2.8 descritas no item 2.5.2 do Capítulo 2. As Figuras 4.13, 4.14 e 4.15 apresentam as curvas de viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento da liga AA332 reaquecidas para as frações sólidas de 30%, 45% e 60% para os tempos de tratamento de 0s, 30s, 90s e 210s, respectivamente.

De maneira geral, as curvas apresentaram características muito semelhantes às discutidas anteriormente. Os picos iniciais das curvas remetem à resistência do material devido à estrutura tridimensional de partículas sólidas ainda interconectadas. Uma vez suplantada a resistência inicial, que implica na quebra destas interconexões o material inicia seu escoamento. Nota-se que a viscosidade aparente decresce acentuadamente para maiores temperaturas e tempos de tratamento térmico. De maneira bastante semelhante, tais comportamentos apenas repetem as situações já observadas para as discussões sobre as tensões médias e máximas. A maior fração sólida causou maiores valores de viscosidade aparente.

Uma observação importante para todas as curvas de viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento é o patamar constante no qual a viscosidade aparente permanece quando do aumento da taxa de cisalhamento, principalmente entre os pontos relativos ao cisalhamento de 1,0 a 3,0s⁻¹. Em tal patamar o material comporta-se praticamente como um fluido newtoniano, ou seja, sua

viscosidade permanece constante mesmo com a variação do cisalhamento. Tal fenômeno já foi relatado por Zoqui (2001), quando observou que quanto maior o caráter globular do material semisólido ensaiado, menor será a queda da viscosidade aparente em função do aumento das taxas de cisalhamento e mais próximo ao Newtoniano o comportamento viscoso.



Figura 4.13: Curvas da viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 60% de fração sólida.



Figura 4.14: Curvas da viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 45% de fração sólida.



Figura 4.15: Curvas da viscosidade aparente *versus* taxa de cisalhamento da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 30% de fração sólida.

A Tabela 4.5 apresenta os valores da viscosidade média (μ) medidos com o auxilio do *software* ORIGIN. Visualizando os resultados que foram obtidos verifica-se que na maior parte desses resultados os valores da viscosidade se estabeleceram entre a 10⁵a 10⁶ (Pa.s). Segundo Flemings (1991), materiais que se encontram nesta faixa de viscosidade possuem o comportamento similar ao do vidro fundido e demonstram alta conformabilidade.

Fração sólida (%)	Tempo de tratamento (s)	Viscosidade aparente média (Pa.s)		
	0	9,7E+5		
30%	30	4,9E+5		
(580°C)	90	2,2 E+5		
	210	1,3 E+5		
	0	3,0 E+6		
45%	30	2,8 E+6		
(575°C)	90	2,6 E+6		
	210	3,2 E+6		
	0	4,6 E+6		
60%	30	4,3 E+6		
(570°C)	90	4,5 E+6		
	210	4,1 E+6		

Tabela 4.5: Valores da viscosidade aparente média da liga AA332 estudada para cada condição de ensaio proposta.

As amostras submetidas ao tempo de tratamento de 0s apresentam maior viscosidade média do que em relação aos outros tempos, principalmente para as amostras com fração sólida de 60% efeito direto do menor grau de globularização. O efeito do tempo de tratamento térmico sobre a viscosidade aparente é observado através da queda nos valores de viscosidade aparente para os maiores tempos de tratamento térmico, como também em relação à diminuição da fração sólida de 60% para 45% e para 30%. Isso indica também que em decorrência do aumento do tempo de tratamento pode ser que haja uma queda na interação entre as partículas facilitando a deformação.

4.4. Tixoforjamento em prensa excêntrica

Quando o material é comprimido entre matrizes para o tixoforjamento, a fluidez é menor ao longo do comprimento do que em relação a sua largura, assim, para um bom preenchimento da matriz é necessário que o corpo de prova possua suas dimensões finais próximas à da matriz, principalmente em relação ao seu comprimento. Lourençato (2008) chegou a esta conclusão após vários testes com dimensões inferiores, chegando às dimensões de 28,5 mm de diâmetro e 150 mm de comprimento. Desta forma foram usinados 03 corpos de prova para cada ensaio realizado, extraídos do lingote principal com as dimensões de 300 mm de diâmetro e 300 mm de altura. A figura 4.16 a, e a Figura 4.16 b, ilustram o corpo de prova usinado e a peça obtida no pré-ensaio de tixoforjamento.



Figura 4.16: a) Corpo de prova e b) Peça obtida nos pré-ensaios de tixoforjamento.

Estes pré-ensaios foram realizados para se avaliar a capacidade de deformação e preenchimento do material nas matrizes de tixoforjamento. Uma vez adequado procedimento e tempos de processo passou-se ao tixoforjamento propriamente dito. Durante a execução dos ensaios de tixoforjamento foram registrados os valores referentes à força máxima de fechamento que foi de aproximadamente 6kN, ou seja, de cerca de 600kgf. Sendo que a capacidade da prensa excêntrica segundo seu fabricante é de 25000kgf.

Pode-se dizer que a carga utilizada para a realização dos ensaios foi irrisória em comparação com a capacidade da prensa. As peças foram tixoforjadas, para todas as frações sólidas, ou seja, 30%, 45% e 60% com tempos de tratamentos de 0s a 210s e são apresentadas na Figura 4.17. Observa-se que as peças tixoforjadas apresentaram boa conformabilidade, preenchendo toda a matriz e reproduzindo bem sua geometria.



Figura 4.17: Réplicas das peças tixoforjadas da liga AA332 tratada termicamente para 30,45 e 60% de fração sólida nos tempos de tratamentos de 0, 30, 90 e 210s.

A coloração escura das peças se deve ao uso do desmoldante uma vez que ele propiciava a não aderência das peças tixoforjadas na matriz. Todas as amostras tixoforjadas apresentaram a maior deformação no centro. Essa maior deformação já era esperada, uma vez que a geometria da peça lhe conferia esse resultado, pois tal deformação ocorre justamente na área que sofreria a maior solicitação no ensaio de resistência mecânica, ou seja, a área útil do corpo de prova.

A deformação de materiais em estado semi-sólido ocorre por intermédio de algumas etapas: Rearranjo por rolamento e escorregamento da fase sólida globular em suspensão no líquido, expulsão de líquido para frente do escoamento, deformação de glóbulos adjacentes em contato, por efeito de forças de compressão e cisalhamento, compactação da fase sólida seguida de uma possível recristalização da fase sólida. Esse efeito foi relatado através de estudos realizados onde a recristalização talvez ocorra também após tratamento térmico posterior ao processo de tixoforjamento. ROVIRA (2001).

4.5 Comportamento mecânico em tração

Ao se analisar as curvas tensão deformação para as peças tixoconformadas obtidas, Figuras 4.18, 4.19 e 4.20, nota-se que a condição fundida (original) apresentou valores muito superiores em termos de comportamento mecânico, maior alongamento para maior tensão, em comparação com as outras condições analisadas. A morfologia dendrítica da estrutura original é, portanto, superior a morfologia globular em termos de comportamento mecânico. Em geral o tamanho médio do espaçamento interdendrítico secundário é muito inferior ao tamanho de glóbulo. Na realidade o que se mediu foi o tamanho médio da partícula dendrítica como um todo, mas não seu espaçamento secundário. Para o glóbulo apenas o contorno de glóbulo age como barreira à movimentação de discordâncias, mas no caso da estrutura dendrítica a existência deste espaçamento secundário age como barreira à movimentação melhorando a resistência em termos de maior tensão de escoamento e maior limite de resistência à tração. As amostras tixoforjadas ainda apresentam alongamento bastante inferior à fundida.

O reaquecimento acima da temperatura *solidus*, faz com que gases possam evoluir livremente para a formação de bolhas e porosidades. São estas porosidades as causadoras dos maiores problemas de comportamento mecânico.



Figura 4.18: Curvas da tensão *versus* deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 60% de fração sólida (562°C).



Figura 4.19: Curvas da tensão *versus* deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 45% de fração sólida (567°C).

Tem-se que para que este material realmente não se globularizou completamente e sim se transformou em uma estrutura dendritica com grãos grandes, pois a melhor situação conforme os gráficos acima são da amostra original da liga, portanto para que possa ser utilizado como matéria tixoconformável seria aconselhável a reestruturação da composição química da amostra, refinando-se o grão de tal forma que o processamento no estado semi-sólido não implique em destruição das características mecânicas. Pois pode transformá-la em outro material e conseqüentemente em outro estudo. Outra opção de analise para este material e realizarmos testes

com as temperaturas subseqüentes gradativamente as estudadas (573°C ate 579°C) para verificarmos o comportamento desta liga, salientando-se que com 580°C o material se liquefaz.



Figura 4.20: Curvas da tensão *versus* deformação da liga AA332 tratada termicamente nos tempos de 0s, 30s, 90s e 210s para 30% de fração sólida (572°C).

A Tabela 4.6 apresenta um resumo das principais propriedades mecânicas obtidas através dos ensaios de tração, sendo elas, tensão limite de escoamento (σ_e), alongamento (ε) e limite de resistência à tração (LRT).

Fração sólida (%)	Tempo de tratamento (s)	Tensão limite de escoamento	Alongamento	Limite de resistência à tração (MPa)		
Original	-	143	1,5	275		
	0	147	0,5	231		
60%	30	130	0,2	178		
(570°C)	90	111	0,5	182		
	210	114	1,2	208		
	0	130	0,5	238		
45%	30	120	1,1	231		
(575°C)	90	115	0,8	215		
	210	120	0,6	220		
	0	151	0,6	233		
30%	30	NT	NT	NT		
(580°C)	90	90	1,6	209		
	210	143	1,5	164		

Tabela 4.6: Valores da tensão limite de escoamento (σ_e), alongamento (ε) e limite de resistência à tração (LRT) da liga AA332 para cada condição de ensaio proposta.

Na sequência esta descrita uma tabela com todas as características e informações obtidas neste estudo referente a Analise da viabilidade da tixoconformação da liga AA332 (Anexo A).

Fração sólida (%)	Tempo de tratamento (s)	Espaçamento Primário (µm)	Cs	Tamanho de Grão (µm)	Tensão máxima (MPa)	Tensão média (MPa)	Viscosidade aparente média (Pa.s)	Tensão limite de escoamento	Alongam ento	Limite de resistência à tração (MPa)
Original	-	37	0,63	132	-	-	-	143	1,5	275
	0	67	0,55	184	3,4	1,1	4,6 x 10 ⁶	147	0,5	231
5(2)C (0.0	30	68	0,67	171	1,6	0,7	4,3 x 10 ⁶	130	0,2	178
562°C - 60%	90	90	0,66	319	0,7	0,1	$4,5 \ge 10^6$	111	0,5	182
	210	85	0,64	576	0,5	0,1	4,1 x 10 ⁶	114	1,2	208
	0	92	0,62	319	10,4	3,4	$3,0 \ge 10^6$	130	0,5	238
	30	107	0,6	312	9,8	3,6	2,8 x 10 ⁶	120	1,1	231
567°C - 45%	90	156	0,69	615	9,2	3,2	2,6 x 10 ⁶	115	0,8	215
	210	192	0,65	674	11,6	3,5	$3,2 \ge 10^6$	120	0,6	220
572°C - 30%	0	111	0,63	638	13,7	6,1	9,7 x 10 ⁵	151	0,6	233
	30	129	0,63	833	12,8	4,5	4,9 x 10 ⁵	NT	NT	NT
	90	142	0,63	857	14,7	6,5	2,2 x 10 ⁵	90	1,6	209
	210	200	0,58	923	12,6	3,4	1,3 x 10 ⁵	143	1,5	164

5 Conclusões

Este capítulo aborda as conclusões obtidas ao longo desta dissertação, quanto à avaliação das temperaturas de trabalho, para a liga AA332 através dos ensaios de simulação via software Thermo-Calc® e da técnica do DSC. A melhor temperatura encontrada para que houvesse a possibilidade de tixoforjamento foi á de 572°C para a condição de fração sólida de 30% e tempo de tratamento de 210s. A partir das caracterizações macroestruturais pôde-se concluir que houve não houve globularização efetiva da macroestrutura da liga. A liga permaneceu dendrítica para todas as outras combinações de tempo de tratamento térmico e fração sólida, o que se explica pelos altos teores de soluto presente.

Mesmo na condição acima citada, os ensaios de compressão a quente apontaram que a liga AA332 pode ser indicada para a tixoconformação, pois através dos ensaios realizados neste estudo foi observado um crescimento, das partículas de sólido primário durante a evolução morfológica.

Este crescimento do grão não a tornou globular como se espera em uma situação ideal para tixoconformação, Apesar de sua estrutura dendrítica, com grãos grandes é possível através da combinação da temperatura e do tempo, utilizar esta liga como matéria-prima no processo de tixoconformação. Assim, peças semi-sólidas podem ser obtidas utilizando este material de baixo custo, sem qualquer preparação especial. Esta reestruturação da liga pode abranger aspectos de reformulação química da liga e refinando-se o grão de tal forma que o processamento no estado semi-sólido não implique em destruição das características mecânicas. Também a titulo de sugestão poderiam ser realizadas a analise da liga nas temperaturas subseqüentes as analisadas de 1em 1°C para observarmos a reação da evolução dendritica.

Cabe lembrar de que esta analise foi realizada em uma prensa excêntrica e que poderemos obter novos resultados utilizando uma prensa hidráulica com um controle maior de tempo de conformação.

Os resultados obtidos indicaram que o comportamento semi-sólido da liga Al-9.5wt%Si-2.5wt%Cu (composição próxima da liga AA332) é semelhante ao da liga Al-7,0wt%Si-0,5wt%Mg (AA356), que normalmente é utilizada em processos de tixoconformação, levando a uma viscosidade de cerca de 1,5* 105 Pa.s.

No entanto operações de refino de grão poderão gerar estruturas com características mecânicas superiores, uma vez que a melhor tensão de escoamento obtida foi de 151Mpa porém sob baixo alongamento, somente 0,68.

46

Referências

- ABAL. Associação Brasileira do Alumínio. Disponível em <www.abal.org.br>. Acesso em: 03 abril 2011.
- ATKINSON, H.V. *Modelling the Semisolid Processing of Metallic Alloys.* Progress in Materials Science, v.50, p.341-412, 2005.
- CAYLESS, R.B.C. *Alloy and Temper Designation Systems for Aluminum and Aluminum Alloys*. In: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, v.2, ASM Handbook, ASM International, 1992. p.39-117.
- FEHLBIER, M.; KLAASEN, O.; SAHM, P. R. THIXOCASTING: "New methods for the characterization of the lenghs and the mold filling behaviour of semi-solid alloys". *In: PROCEEDING OF THE 6 TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITE*. Turin, Italy, p. 665-660, 2000.
- FLEMINGS, M.C.; RIEK, R.G.; YOUNG, K.P. *Rheocasting Processes*. AFS International Cast Metals Journal, v.1, p.11-22, 1976.
- FLEMINGS, M.C. *Behavior of Metal Alloys in the Semi-solid State*. Metallurgical Transactions A, v.22A, p.957-981, 1991.
- GENDA, G., Yuyon, C e Geing, A., Mechanism of Coarsening of Dentrite During Solidification, *Proceedings of Solidification processing Conference*, Sheffield, Inglaterra, Setembro, (1987), pp.629-636.
- GULLO,G.- C., Steinhoff,k. e Uggowitzer, P.J., Metallurgical Aspects of Thixoforming of Al-Mg-Si Wrought Alloys, Materials Science Forum, vol. 331-337, (2000), pp.235-240
- HAN,C.D., Rheology in Polymer Processing, Academic Press,Londres,Inglaterra, 1976, pP.158.
- JONES, G.P.; PEARSON, J. Factors Affecting the Grain-refinement of Aluminium Using Titanium and Boron Additives. Metallurgical Transactions B, v.7B, p.223-234, 1976.
- KAHLWEIT, M., On the Ageing of Dendrites, Scripta Metallurgica, vol. 2,(1968),pp.251-254.
- KAPRANOS, P.; WARD, P.J.; ATKINSON, H.V.; KIRKWOOD, D.H. *Near Net Shaping by Semi-solid Metal Processing*. Materials and Design, v.21, p.387-394, 2000.
- KATTAMIS, T.Z., Coughin, J.L. e Flemings, M.C., Influence of Coarsening on Dendritic Arm Spacing of Al-Cu Alloys, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol.239, (1967), pp.1504-1511.
- KEARNEY, A. *Properties of Cast Aluminum Alloys*. In: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, v.2, ASM Handbook, ASM International, 1992. p. 569-666.

- KEARNEY, A.; ROOY, E.L. *Aluminum Foundry Products*. In: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, v.2, ASM Handbook, ASM International, 1992. p. 484-568.
- KIRKWOOD, D.H. International Materials Review, v. 39, p. 173-179, 1994.
- LAXMANAN, V.; FLEMINGS, M.C. Deformation of Semi-solid Sn-15pct Pb Alloy. Metallurgical Transactions A, v.11A, p.1927-1937, 1980.
- LECOMTE-BECKERS, J.; RASSILI, A.; CARTON, M.; ROBELET, M. Characterization of Thermophysical Properties of Semi-solid Steels for Thixoforming. Proceedings of the 8th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites, Limassol, Cyprus, 2004.
- LIU, D.; ATKINSON, H.V.; JONES, H. *Thermodynamic Prediction of Thixoformability in Alloys Based on the Al–Si–Cu and Al–Si–Cu–Mg Systems.* Acta Materialia, v.53, p.3807-3819, 2005.
- LOURENÇATO, L.A. Avaliação da Tixoformabilidade e Tixoforjamento de Ligas Al-Xwt%Si-0,5wt%Mg em Prensa Excêntrica com Matriz Aberta. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2008, 177p. Tese (Doutorado).
- MOTHÉ, C.G., AZEVEDO, A.D. Análise Térmica de Materiais. São Paulo, SP: iEditora, 2002. 300p.
- PAES, M. Obtenção e Caracterização de Novas Ligas Al-Si-Mg para Tixoconformação. Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2004, 154p. Tese (Doutorado).
- PAHLEVANI, F.; SALARFAR, S.; NILI-AHMADABADI, M. *Dendritic-globular Structure Transition of Ductile Iron in Semi-solid Casting Using Cooling Slope Plate*. Proceedings of the 8th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites, Limassol, Cyprus, 2004.
- ROBERT, M.H. Proposição de um Novo Processo para a Obtenção de Pastas Metálicas *Reofundidas*. Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1989, 217p. Tese (Livre Docência).
- ROOY, E.L. Aluminum and Aluminum Alloys. In: Casting. v.15, ASM Handbook, ASM International, 1992, pp.1622-1696.
- Rovira, Maximino Manuel Montel. Forjamento da Liga AA2011 no estado semi-solido: estudo do processo e do produto. 2001. 194 f. tese (Doutorado) Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas
- SPENCER, D.B.; MEHRABIAN, R.; FLEMINGS, M.C. *Rheological Behavior of Sn–15t%Pb in the Crystallization Range*. Metallurgical Transactions, v.3, p.1925-1932, 1972.

- TORRES, L.V. Avaliação da Tixoconformabilidade das ligas AA7075 e AA7004. Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2009, 102p. Tese Mestrado).
- YONG,K.P., Semi-Solid Metal Forming and Composites, *Nature and Properties of Semi-Solid Materials, TMS Symposium*, (1992), pp. 245-266.
- ZOQUI, E.J. *Obtenção e Caracterização Mecânico-metalúrgica da Liga Al–4,5wt%Cu no Estado Reofundido*. Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1995, 245p. Tese (Doutorado).
- ZOQUI, E.J.; *Obtenção e Caracterização de Ligas Al–Si Reofundidas*. Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001, 192p. Tese (Livre Docência).
- ZOQUI, E.J.; GRACCIOLLI, J.I.; LOURENÇATO, L.A. *Thixo-formability of the AA6063 Alloy: Conventional Production Processes Versus Electromagnetic Stirring*. Journal of Materials Processing Technology, v.198, p.155-191, 2008.
- ZOQUI, E.J.; LOURENÇATO, L.A.; BENATI, D.M. *Thixoforming of Aluminium-silicon Alloys in a Mechanical Eccentric Press.* Solid State Phenomena, v.141-143, p.517-522, 2008.