

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DA FABRICAÇÃO

TESE DE DOUTORADO

**Obtenção e Caracterização Mecânico -
Metalúrgica da liga Al-4,5wt%Cu no
Estado Reofundido**

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR EUGÊNIO JOSÉ ZOQUI

E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 04/08/95.

Maria Helena Robert

ORIENTADOR

Autor: Eugênio José Zoqui

Orientadora: Maria Helena Robert

Campinas, 1995

S.P - Brasil

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DA FABRICAÇÃO**

TESE DE DOUTORADO

**Obtenção e Caracterização Mecânico -
Metalúrgica da liga Al-4,5wt%Cu no
Estado Reofundido**

Autor: **Eugênio José Zoqui**

Orientador: **Maria Helena Robert**

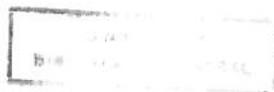
Curso: Engenharia Mecânica

Área de Concentração: Materiais e Processos

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

Campinas, 1995

S.P - Brasil



UNIDADE: BC
CENTRO: UNICAMP
Z 76 0
EX:
CDD: 28336
CDD: 667/96
CDD: 0 x
CDD: 28.11.00
CDD: 29/08/96
CPD

CM-00091588-0

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

Z76o

Zoqui, Eugênio José

Obtenção e caracterização mecânico -metalúrgica da
liga Al-4,5wt%Cu no estado reofundido. / Eugênio José
Zoqui.--Campinas: [s.n.], 1995.

Orientadora: Maria Helena Robert.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Microestrutura. 2. Metais-propriedade mecânica. 3.
*Reofundição. 4. *Semi-sólido. I. Robert, Maria Helena.
II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
Engenharia Mecânica. III. Título.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DA FABRICAÇÃO

DISSERTAÇÃO DE DOUTORADO

**Obtenção e Caracterização Mecânico -
Metalúrgica da liga Al-4,5wt%Cu no
Estado Reofundido**

Autor: **Eugênio José Zoqui**

Orientador: **Maria Helena Robert**



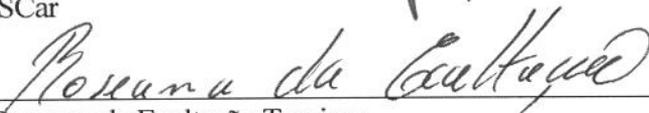
Profa. Dra. Maria Helena Robert, presidente
DEF - Unicamp



Profa. Dra. Isa Maria Müller Spinelli
DEMa - UFSCar



Pof. Dr. José Ângelo Gregolin
DEMa - UFSCar



Profa. Dra. Roseana da Exaltação Trevisan
DEF - Unicamp



Prof. Dr. Itamar Ferreira
DEMa - Unicamp

Campinas, 28 de julho de 1995

A Miguel, pela honestidade,

À Cleuza, pela garra,

À Mércia, pela determinação

A Marco, pela luta

A Mateus, pelo futuro

Agradecimentos

Gostaria de agradecer à todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho, quer o aspecto técnico, quanto ao aspecto de minha formação humana, sem dúvida mais importante,

Agradeço aos meus pais, à quem dedico este trabalho, pela compreensão e ajuda em todos os momentos de minha vida.

À Elvira que viu a tese nascer, e ajudou a manter minha convicção de valer a pena, e à Cristina, pela compreensão, carinho e ajuda na elaboração final.

Agradeço especialmente à Liana, pelos momentos difíceis e à Jozetti por torna-los mais fáceis; A José, Ângelo e Emílio por me fazerem rir e à Rita e Laerte por me fazerem mais sério. A Marcelo, Anselmo e Ronaldo pela amizade e companherismo.

Ao professor Itamar Ferreira, pela amizade e por ter me acolhido ao chegar à UNICAMP.

Aos professores amigos do DEF e DEMa da UNICAMP pelo apoio e confiança, especialmente à professora Roseana da Exaltação Trevisan pelo apoio e confiança.

À empresa METALUR Ltda. pela sessão e auxílio na produção da matéria prima usada neste trabalho e a ALCAN S.A. pelas análises químicas.

À CAPES e a FAPESP responsáveis respectivamente pela bolsa auxílio e pelo projeto financiador.

À Universidade São Francisco pelo apoio financeiro e material, e à UNIMEP pelo auxílio na elaboração final.

E finalmente, à professora Maria Helena Robert, pelo apoio, amizade e confiança nestes cinco anos de trabalho.

Resumo

Zoqui, Eugênio José, “*Obtenção e Caracterização Mecânico - Metalúrgica da liga Al - 4,5wt%Cu no Estado Reofundido*”, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1995, 256 p. Tese (Doutorado).

Este trabalho teve como objetivo a obtenção de estruturas reofundidas da liga Al-4,5wt%Cu, sua caracterização macro e microestrutural, bem como de suas propriedades mecânicas por ensaios de tração e análise de superfícies de fratura; e sua comparação com estruturas fundidas. Reofundidos com diferentes tamanhos de grãos e glóbulos foram produzidos por método de tratamento isotérmico a temperatura superior à *solidus* a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grãos e de estruturas fundidas deformadas por laminação. Propriedades mecânicas e análise das superfícies de fratura foram efetuadas em material no estado reofundido e após tratamento de solubilização e envelhecimento por precipitação controlada. Os resultados obtidos mostraram, em primeiro lugar, que é perfeitamente possível a produção de reofundidos com estruturas controladas, em termos de dimensões e tipos de glóbulos. Diferentes mecanismos de globularização estão envolvidos na sua formação, dependentes do estado original da matéria prima. Quanto à distribuição do cobre, estruturas reofundidas apresentaram maior homogeneidade de distribuição e maior teor deste elemento na matriz de alumínio do que em estruturas fundidas. Quanto às propriedades mecânicas, reofundidos apresentaram tensão de escoamento e tensão de ruptura semelhantes ao de fundidos com o mesmo tamanho de grão, para o caso de estruturas super-refinadas. Para elevados diâmetros, as estruturas fundidas apresentaram melhor comportamento mecânico que as reofundidas; o mesmo ocorrendo tanto para o estado solubilizado ou não. Quanto à deformação estruturas reofundidas super-refinadas tendem a apresentar maiores valores de alongamento e estricção que fundidas com o mesmo tamanho de grão. Com o aumento do tamanho de grão, novamente as estruturas fundidas superam as reofundidas. A tensão de escoamento de reofundidos mostrou-se dependente do tamanho de grão segundo relação do tipo Hall-Petch, com coeficiente $\sigma_0=12,62\text{MPa}$ e $K=477,51\text{MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$. Após tratamento de solubilização e envelhecimento, os mesmos coeficientes apresentaram valores de $40,81\text{MPa}$, $247,52\text{MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$, respectivamente.

Palavras Chave

Reofundição, Semi-Sólido, Caracterização Microestrutural

Abstract

Zoqui, Eugênio José - "*Obtention and Mechanical - Metallurgical Characterization of Al - 4,5wt%Cu Alloy in the Rheocast Condition*", Faculty of Mechanical Engineering, State University of Campinas, 1995, 256 p. Ph.D. Thesis .

This work dealt with the production of controlled rheocast structures of Al-4,5wt%Cu, their macro and microstructural characterization, as well as their mechanical properties through tensile tests and analysis of fracture surfaces. These characteristics and properties were compared to those of as cast structures. Rheocast structures with different grains and globulae diameters were produced by isothermal heat treatment at temperature above *solidus*, from as - cast structures presenting different grain sizes and interdendritic arm spacing and from rolling deformed structures. Mechanical tests and analysis of fracture surfaces, were carried out in the as - rheocast and rheocast + T6 situation. Results showed, at first, the possibility of the production of controlled rheocast structures, meaning the control of shape and dimensions of globulae. Different globularization mechanisms are involved, depending on the raw material structure. Concerning to copper distribution, rheocast structures showed higher homogeneity and higher content in the aluminum matrix, when compared to as - cast structures. Concerning to mechanical properties, rheocast structures showed similar yield and fracture strength to the as - cast condition, for ultra-refined grain sizes. As grain diameter increases, as cast material presented better yield and fracture strength. The same behavior was observed either in T6 or as-cast condition. Ultra refined rheocast material showed higher deformation than as-cast. Again increasing grain size lead to the rheocast structure to be overcome by the dendritic condition. Yield strength for rheocast structures are dependent on grain size according to a Hall - Petch type of relation, with coefficient $\sigma_0=12,6\text{MPa}$ and $K=477,51\text{MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$. After solubilization and controlled aging, such coefficient are $\sigma_0=40,81\text{MPa}$, and $K=247,52\text{MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$.

Key-words

Rheocasting; semi - solid; microstructural characterization.

Introdução geral

A reofundição de metais e ligas tem sido assunto de estudos de pesquisadores em várias partes do mundo desde meados dos anos setenta, quando trabalho pioneiro produzido no Massachusetts Institute of Technology - EUA apresentou o assunto à comunidade científica internacional.

A reofundição nada mais é do que a obtenção de fundidos a partir de pastas metálicas com características estruturais particulares, constituídas de sólido globular em suspensão em líquido. Tais características particulares levam à propriedades de escoamento específicas, quais sejam, as pastas apresentam comportamento de escoamento não Newtoniano e tixotrópico, até relativamente altas frações sólidas.

As propriedades viscosas de pastas reofundidas as tornam potencialmente interessantes para inúmeras aplicações, a destacar a possibilidade de injeção e compressão a menores temperaturas e com menor turbulência no preenchimento de matrizes do que processos convencionais que utilizam o metal no estado totalmente líquido. Resultam daí produtos com melhor qualidade e matrizes com superior vida útil.

O material pode ainda ser facilmente manuseado no estado de repouso, quando apresenta alta viscosidade e, portanto, se comporta como sólido, se prestando a diferentes processamentos, como forjamento, extrusão, etc, com reduzida resistência à deformação à medida que tensões são aplicadas.

Outra importante aplicação de pastas reofundidas e já hoje utilizada industrialmente, diz respeito à fabricação de materiais compósitos do tipo metal-cerâmico, por processo denominado compo-fundição: a incorporação de reforços cerâmicos à ligas metálicas é facilitada pelas características viscosas da pasta reofundida.

Apesar de se constituir em promissor processo para a fabricação por fundição ou compressão de ligas e compósitos de matriz metálica, a reofundição apresenta ainda limitada utilização comercial, creditada, na maior parte dos casos, à falta de domínio na tecnologia envolvida na produção das pastas e de conhecimento das propriedades do produto final obtido.

Quanto ao primeiro aspecto, recentes trabalhos tem apontado métodos mais simples e eficientes de obtenção de pastas reofundidas, quando comparados com os processos originalmente propostos por pesquisadores do MIT e popularizados através dos anos. Recentes métodos

permitem a produção de pastas reofundidas a partir de estruturas convencionais, submetidas a tratamentos térmicos especiais, mas de fácil controle, resultando em pastas com excelentes características estruturais.

Quanto ao segundo aspecto, referente às propriedades mecânicas de reofundidos, pouca informação é obtida na literatura. A grande maioria dos trabalhos divulgados na área de reofundição trata de tópicos relacionados ao desenvolvimento de processos de obtenção de pastas, ao entendimento de fenômenos envolvidos na formação da estrutura globular, às propriedades de escoamento de pastas com tal estrutura, tratando ainda das potencialidades de sua aplicação tecnológica.

Pode-se dizer, de modo geral, que a atenção de pesquisadores da área se concentra ainda no aspecto da exploração das propriedades viscosas das pastas reofundidas, quanto à facilidade e vantagens de seu processamento.

Os poucos trabalhos relatando as características finais do produto obtido por reofundição dão conta que peças injetadas a partir de pastas apresentam maior estanqueidade, com ausência total de microporosidades geralmente encontradas em injetados obtidos a partir de líquidos. Alguma tentativa é feita com o intuito de caracterizar propriedades mecânicas de reofundidos, via testes de tração e fadiga em reofundidos obtidos por agitação mecânica do líquido em solidificação. Os resultados no entanto são inconclusivos, dada a alta porosidade em reofundidos obtidos por este método.

É objetivo geral deste trabalho contribuir para o desenvolvimento do campo de reofundição de metais e ligas, analisando a possibilidade de manipular processos de produção com o intuito de obter pastas com parâmetros estruturais desejados, caracterizando sistematicamente estruturas reofundidas e ainda, dando um passo além do aspecto de processamento da pasta, ao analisar propriedades mecânicas do produto obtido por reofundição utilizando método que não envolve agitação mecânica do líquido em solidificação. Esta técnica de produção de pastas contorna o problema do estímulo à porosidade apresentado quando se utiliza a técnica de agitação. Para este trabalho foi escolhida a liga Al-4,5wt%Cu.

Objetiva-se caracterizar macro e microestruturalmente estudar as propriedades mecânicas, via ensaios de tração, de produtos obtidos a partir da liga no estado semi-sólido reofundido, e compará-las com propriedades de fundidos obtidos de maneira convencional, a partir do metal no estado líquido.

Diferentes procedimentos experimentais serão utilizados com o intuito de obter diferentes estruturas refundidas de uma mesma liga, de modo a permitir a busca de correlações entre estruturas e propriedades.

Serão ainda analisados os fenômenos envolvidos nas modificações estruturais que ocorrerem durante a produção das pastas e durante a sollicitação mecânica da liga refundida, buscando a explicação dos mecanismos envolvidos na formação de estruturas globulares semi-sólidas e no comportamento mecânico observado. Resultados serão comparados com os resultados obtidos para estruturas fundidas por processo convencional e discutidas as diferenças encontradas.

Também serão analisados os efeitos dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento da liga fundida e refundida, em termos de modificações macro e microestruturais em função do comportamento mecânico, comparando-os às estruturas sem tratamento térmico.

Objetiva-se, portanto, com o trabalho adquirir conhecimentos não disponíveis na literatura, relacionados às características estruturais e propriedades mecânicas de refundidos, que possam auxiliar no estabelecimento do campo de aplicação de produtos processados a partir de pastas metálicas semi-sólidas.

A apresentação do trabalho foi organizada em capítulos completos que contemplam cada um uma etapa do trabalho. Assim, o capítulo I descreve os motivos da escolha da liga Al-4,5wt%Cu, sua obtenção, otimização e caracterização; o capítulo II descreve a obtenção de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grãos e sua caracterização, para utilização como matéria prima para a obtenção de refundidos com também parâmetros estruturais diferentes; o capítulo III descreve a obtenção de estruturas refundidas e sua caracterização micro e macroestrutural, bem como discute fenômenos envolvidos na globularização da fase sólida; o capítulo IV apresenta o efeito de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento por precipitação controlada, nas estruturas fundidas e refundidas e o capítulo V apresenta as propriedades em tração de estruturas refundidas, buscando correlacionar estruturas e propriedades e compará-las com propriedades de fundidos nas mesmas condições.

As conclusões gerais e sugestões para a continuidade do assunto são apresentadas no capítulo VI.

A FIGURA 1 apresenta, para maior clareza, o organograma geral do trabalho.

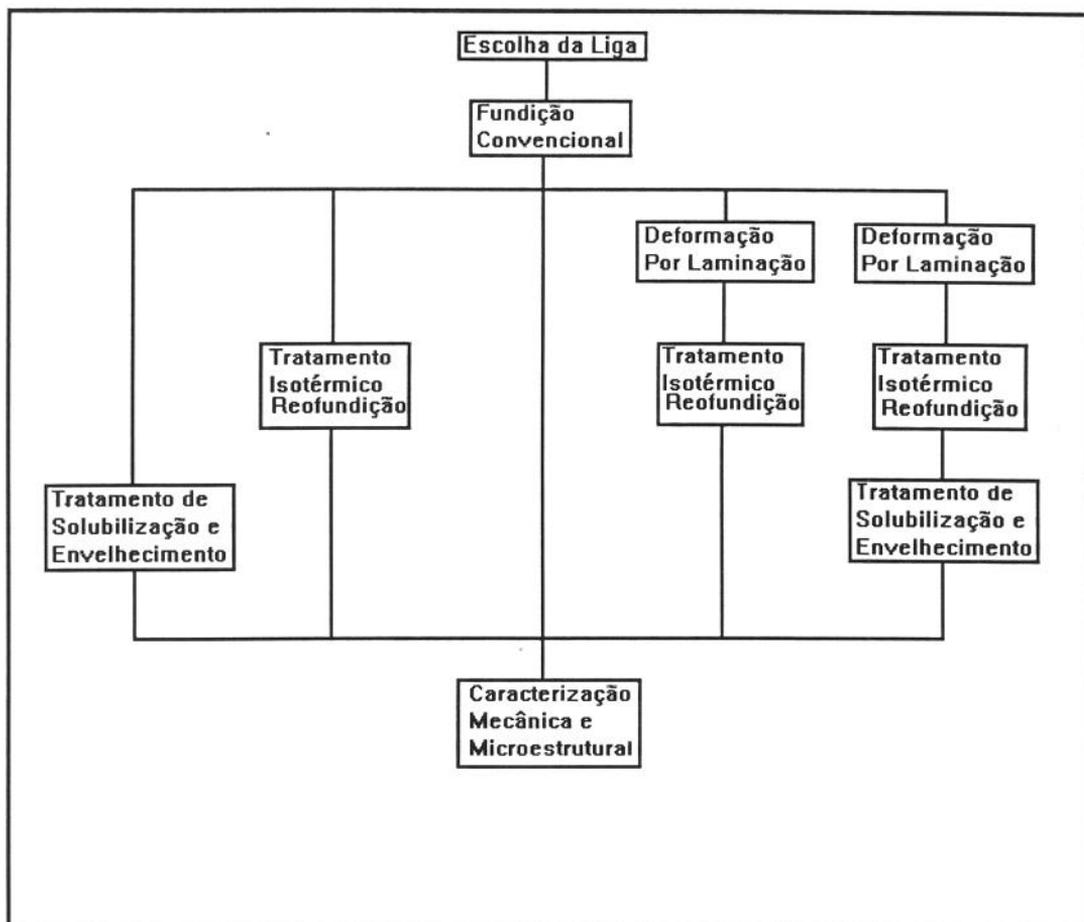


FIGURA 1) Organograma geral do trabalho.

Índice Geral:

Capítulo I: Escolha da liga para o trabalho, sua obtenção e otimização.....	01
1 - Introdução.....	02
2 - Fundamentos gerais.....	02
2.1 - As ligas de alumínio.....	02
2.2 - As ligas alumínio - cobre.....	05
2.3 - A liga Al-4,5wt%Cu justificativa da escolha.....	12
2.4 - Solubilidade do hidrogênio no alumínio.....	13
3 - Procedimento experimental.....	20
3.1 - Obtenção da liga Al-4,5wt%Cu.....	20
3.2 - Desgaseificação da liga produzida.....	21
3.3 - Caracterização da liga produzida.....	23
4 - Resultados discussões.....	25
4.1 - Caracterização química.....	25
4.2 - Caracterização da faixa de solidificação.....	26
4.3 - Caracterização da porosidade.....	28
5 - Conclusões.....	35
Referências bibliográficas.....	36
Capítulo II: Obtenção e controle de estruturas dendríticas.....	38
1 - Introdução.....	39
2 - Fundamentos gerais.....	39
2.1 - Formação de estruturas de solidificação.....	39
2.1.1 - Zona coquilhada.....	41
2.1.2 - Zona colunar.....	43
2.1.3 - Zona equiaxial central.....	45
2.2 - Controle de estruturas fundidas.....	48
3 - Procedimento experimental.....	50
3.1 - Obtenção de fundidos com estrutura controlada.....	50
3.2 - Caracterização macro e microestrutural.....	53

4 - Resultados - discussões.....	55
4.1 - Fundidos obtidos.....	55
4.2 - Caracterização macroestrutural.....	56
4.3 - Caracterização microestrutural.....	58
4.4 - Caracterização por metalografia eletrônica de varredura.....	62
5 - Conclusões.....	70
Referências bibliográficas.....	71
Capítulo III: Obtenção e Controle de Estruturas Reofundidas.....	74
1 - Introdução.....	75
2 - Fundamentos gerais.....	75
2.1 - Definição de reofundição.....	75
2.2 - Estado da arte.....	76
2.3 - Características das estruturas reofundidas.....	78
2.3.1 - Características morfológicas.....	78
2.3.2 - Características composicionais.....	79
2.3.3 - Características de escoamento / conformabilidade.....	80
2.4 - Processos de obtenção de estruturas reofundidas.....	83
2.4.1 - Obtenção de estruturas reofundidas a partir de líquido.....	83
2.4.2 - Obtenção de estruturas reofundidas a partir de sólido.....	92
2.5 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas.....	97
2.5.1 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas a partir de líquido.....	97
2.5.2 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas a partir de sólido.....	101
3 - Procedimento experimental.....	104
3.1 - Preparo do material para o tratamento isotérmico.....	104
3.2 - Tratamentos isotérmicos.....	105
3.3 - Caracterização macroestrutural.....	106
3.4 - Caracterização microestrutural.....	106
4 - Resultados e discussões.....	107
4.1 - Reofundidos obtidos.....	107
4.2 - Caracterização macroestrutural.....	108
4.3 - Caracterização microestrutural.....	112
4.4 - Caracterização por microscopia eletrônica.....	118

4.5 - Mecanismos envolvidos na formação das estruturas refundidas.....	132
5 - Conclusões.....	140
Referências bibliográficas.....	142
Capítulo IV: Solubilização e tratamentos de precipitação controlada para a liga Al-4,5wt%Cu.....	147
1- Introdução.....	148
2 - Fundamentos gerais.....	148
2.1 - Endurecimento por precipitação.....	149
2.2 - Endurecimento das ligas Al-Cu refundidas.....	158
3 - Procedimento experimental.....	161
3.1 - Solubilização e envelhecimento.....	161
3.2 - Caracterização macro e microestrutural.....	162
4 - Resultados e discussões.....	163
4.1 - Caracterização macroestrutural.....	164
4.2 - Caracterização microestrutural.....	166
4.3 - Caracterização por microscopia eletrônica.....	172
4.4 - Efeito comparativo de T6 nas estruturas fundidas e nas refundidas.....	186
5 - Conclusões.....	190
Referências bibliográficas.....	191
Capítulo V: Caracterização mecânica da liga Al-4,5wt%Cu nos estados fundido e refundido.....	192
1 - Introdução.....	193
2 - Fundamentos gerais.....	193
2.1 - Propriedades mecânicas da liga Al-4,5wt%Cu fundida.....	194
2.2 - Propriedades mecânicas de ligas refundidas.....	198
3 - Procedimento experimental.....	202
4 - Resultados e discussões.....	205
4.1 - Propriedades mecânicas de estruturas fundidas e refundidas.....	205
4.2 - Propriedades mecânicas de estruturas fundidas e refundidas solubilizadas e envelhecidas.....	215
4.3 - Análise comparativa de propriedades mecânicas de fundidos e refundidos.....	223

5 - Conclusões.....	231	^x
Referências bibliográficas.....	232	
Capítulo VI: Conclusões Gerais:	234	
1 - Conclusões Gerais.....	235	
2 - Sugestões para Futuros Trabalhos.....	237	

Capítulo I

Escolha da liga para o trabalho, sua obtenção e otimização

Índice

1 - Introdução.....	02
2 - Fundamentos gerais.....	02
2.1 - As ligas de alumínio.....	02
2.2 - As ligas alumínio - cobre.....	05
2.3 - A liga Al-4,5wt%Cu justificativa da escolha.....	12
2.4 - Solubilidade do hidrogênio no alumínio.....	13
3 - Procedimento experimental.....	20
3.1 - Obtenção da liga Al-4,5wt%Cu.....	20
3.2 - Desgaseificação da liga produzida.....	21
3.3 - Caracterização da liga produzida.....	23
4 - Resultados discussões.....	25
4.1 - Caracterização química.....	25
4.2 - Caracterização da faixa de solidificação.....	26
4.3 - Caracterização da porosidade.....	28
5 - Conclusões.....	35
Referências bibliográficas.....	36

1 - Introdução

O presente capítulo apresenta de maneira geral o que representam as ligas de alumínio na indústria, bem como sua importância e características, salientando e explicando a escolha da liga Al-4,5wt%Cu para a produção de pastas refundidas a serem utilizadas neste trabalho.

São abordadas as características mecânicas e microestruturais desta liga, bem como os problemas enfrentados na sua confecção, tais como nível de inclusões e de porosidades devido ao hidrogênio, e os passos seguidos para a confecção/limpeza e melhoria da qualidade da matéria prima necessária ao desenvolvimento deste trabalho. São ainda apresentadas as técnicas utilizadas para a caracterização da liga produzida quanto a aspectos de relevância para o trabalho, quais sejam: sua composição química e intervalo de solidificação.

2 - Fundamentos gerais

2.1 - As ligas de alumínio

Dos produtos não ferrosos o alumínio e suas ligas são, atualmente, a gama de materiais mais utilizados na indústria. A produção brasileira de alumínio é hoje da ordem de 100.000 toneladas/mês (janeiro de 1995), o que representa cerca de 70% da produção total de metais não ferrosos no país¹.

A grande aplicação industrial de alumínio e suas ligas se deve, em primeiro lugar, à abundância na crosta terrestre da matéria prima da qual derivam, e em segundo, mas não menos importante lugar às suas propriedades. O alumínio de pureza comercial (99,5wt%Al) possui alta resistência à corrosão, alta condutibilidade elétrica e térmica, baixa densidade, porém baixa resistência mecânica, apresentando limite de escoamento de cerca de 28 MPa quando recozido,

passando à 145 MPa no estado encruado², tendo, por este motivo, sua aplicação estrutural limitada. As ligas de alumínio, pelo contrário, mantêm algumas das características do metal puro, como baixa densidade, mas a adição de elementos de liga aumenta sua resistência mecânica de maneira significativa, como é o caso da liga AA 7475 que possui limite de escoamento da ordem de 460 MPa após tratamento térmico de envelhecimento (T61)².

As ligas de alumínio são bastante versáteis pois permitem a combinação de diferentes propriedades químico-físico-mecânicas, resultando numa ótima correlação resistência / peso, o que juntamente à sua alta tenacidade à fratura, faz com que sejam um dos materiais mais usados na indústria aeroespacial, eletro-eletrônica, naval, civil, aeronáutica e automobilística, e na fabricação de utensílios domésticos e equipamentos para indústrias químicas³.

As ligas de alumínio são indenticadas segundo os códigos da Aluminum Alloy Designation System, compostos da sigla AA seguidos de quatro dígitos, onde o primeiro dígito indica o tipo de liga base, o segundo indica as modificações efetuadas (por exemplo, dígito 0 é indicativo de liga primaria, sem tratamento) e os últimos dígitos servem apenas para diferenciar as diversas ligas já desenvolvidas a partir das ligas originais, ou seja, a partir do mesmo grupo³.

A TABELA 1.1 apresenta as designações das ligas de alumínio comercial.

TABELA 1.1) Designação das ligas de alumínio*.

Liga	Trabalhados	Fundidos
alumínio (99,0wt%)	AA 1XXX	AA 1XX.X
alumínio - cobre	AA 2XXX	AA 2XX.X
alumínio - manganês	AA 3XXX	
alumínio - silício	AA 4XXX	AA 4XX.X
alumínio - magnésio	AA 5XXX	AA 5XX.X
alumínio - magnésio e silício	AA 6XXX	
alumínio - zinco	AA 7XXX	AA 7XX.X
alumínio - outros	AA 8XXX	AA 9XX.X
alumínio - estanho		AA 8XX.X
alumínio - silício, cobre e/ou magnésio		AA 3XX.X

* - Segundo a Aluminum Alloy Designation System^{2,3,4}.

A designação permite ainda a diferenciação da condição da liga: se trabalhada ou fundida. No primeiro caso, os quatro dígitos são indicados juntos; no segundo o último dígito é separado por um ponto.

A resistência mecânica das ligas de alumínio depende basicamente do efeito de endurecimento da matriz, originado pela adição de elementos como manganês, silício, ferro e magnésio (sozinhos ou combinados). Nos casos onde os elementos de liga são altamente solúveis na matriz de alumínio, isto é, no caso de ligas não tratáveis termicamente (considerando aqui tratamentos de envelhecimento por controle de precipitação de partículas endurecedoras), o endurecimento pode ser obtido por deformação a frio. Em casos de solubilidade limitada, o endurecimento pode ser obtido por tratamentos térmicos de solubilização e precipitação controladas (ligas tratáveis termicamente). Para as ligas não tratáveis termicamente, quando do endurecimento ou encrudescimento utiliza-se a designação adicional AA XXXX H. As ligas passíveis de tratamento térmico são as ligas contendo elementos como cobre, magnésio, zinco e silício, pois estes elementos apresentam uma maior solubilidade sólida no alumínio com o aumento da temperatura³.

O primeiro passo para se conseguir aumento da resistência nestas ligas é a solubilização dos elementos à altas temperaturas, e a sua manutenção em solução através do resfriamento rápido do material, para impedir sua precipitação na matriz de alumínio. À temperaturas intermediárias ou mesmo à temperatura ambiente é possível que ocorra o seu endurecimento, pois ocorre a precipitação destes microconstituintes à partir da solução supersaturada. As séries AA 2XXX, 6XXX e 7XXX, são as mais suscetíveis a este fenômeno designado de tratamento de envelhecimento^{3,4}.

Dentre as várias ligas de alumínio as ligas alumínio-cobre (AA 2XXX, trabalhadas mecanicamente ou AA 2XX.X, fundidas), são de extrema importância comercial pois são passíveis destes tratamentos. O alumínio forma com cobre o eutético alumínio α -CuAl₂, que quando microprecipitado e uniformemente distribuído na matriz impede o livre caminho médio de movimentação de discordâncias, diminuindo a possibilidade de deformação, e aumentando, conseqüentemente, a resistência do material².

2.2 - As ligas alumínio - cobre

O cobre é um dos mais comuns elementos usados para a confecção de ligas de alumínio, tendo já sido desenvolvida uma ampla variedade de ligas contendo estes dois elementos básicos, como as classes⁴:

- a) fundidos com teores em torno de 5wt%Cu e teores de até 0,35wt%Si e 0,35wt%Mg;
- b) fundidos com teores em torno de 7 a 8wt%Cu com alto teor de Si (1,5wt%) e até 1,5wt%Cr, Mn e Zn;
- c) fundidos com teores em torno de 10 a 14wt%Cu com pequenos teores de magnésio (0,1 a 0,3wt%Mg), ferro acima de 1,5wt%, silício acima de 5wt% e até 1,0wt% de níquel, manganês e cromo;
- d) ligas trabalhadas mecanicamente com 5 a 6wt%Cu com pequenos teores de manganês, silício, estanho, lítio, vanádio e zircônio. Estas ligas podem ainda conter chumbo, bismuto e cádmio para aumentar a trabalhabilidade ou usinabilidade;
- e) ligas de alta dureza, com composição entre 4 e 4,5wt%Cu; 0,5 a 1,5wt%Mg; 0,5 a 1,0wt%Mn contendo ainda silício residual.

As ligas comerciais alumínio - cobre apresentam como constituinte primário dendritas de solução sólida de alumínio, com um certo teor de cobre dissolvido, e uma variedade de microconstituintes nos contornos de grãos ou espaços interdendríticos, formados por reação eutética, ou por precipitação nos estados líquido ou sólido, formando uma rede mais ou menos contínua. Baixos teores de cobre aliados a altas taxas de resfriamento diminuem a possibilidade de formação do principal eutético (alumínio α e CuAl_2). Altos teores de ferro ou baixas taxas de resfriamento favorecem a formação do microconstituinte Fe_2SiAl_8 . Para ligas com baixos teores de cobre tratamentos térmicos podem promover a dissolução ou esferoidização de determinados microconstituintes, aumentando a ductilidade da matriz, assim como a deformação plástica pode quebrar estes microconstituintes, promovendo a sua redistribuição na matriz⁴. Os constituintes formados em ligas de cobre podem ser divididos em dois grupos: os solubilizáveis contendo cobre e/ou lítio, magnésio, silício, zinco ou não solubilizáveis como os que ocorrem em ligas contendo ferro, manganês e níquel⁴.

A TABELA 1.2 apresenta a composição química básica para as mais importantes ligas da série AA 2XXX ou AA 2XX.X.

TABELA 1.2) Composição química média para as ligas alumínio-cobre.

Liga	Cobre (wt%)	Silício (wt%)	Manganês (wt%)	Magnésio (wt%)	Outros (wt%)
AA 2011	5,5	-	-	-	-
AA 2014	4,4	0,8	0,8	0,5	-
AA 2017	4,0	0,5	0,7	0,6	-
AA 2018	4,0	-	0,7	-	2,0Ni
AA 2024	4,4	-	0,6	1,5	-
AA 2025	4,4	0,8	0,8	-	-
AA 2117	2,6	-	-	0,35	-
AA 2124	4,4	-	0,6	1,15	-
AA 2218	4,0	-	-	1,5	2,0Ni
AA 2219	6,3	-	0,3	-	0,06Ti
AA 2319	6,3	-	0,3	-	0,15Ti
AA 2618	2,3	0,18	-	1,6	Ni/Ti
AA 2036	2,6	-	0,25	0,45	-
AA 201.0	4,6	<0,10	0,35	0,35	<0,15
AA A201.0	4,5	<0,05	0,30	0,25	<0,10
AA 204.0	4,6	<0,35	-	0,25	<0,35
AA 222.0	10,0	<1,5	-	0,25	<1,5

A FIGURA 1.1 extraída de Mondolfo⁵ apresenta o diagrama parcial de fases (em equilíbrio) para a liga binária alumínio - cobre. Qualquer adição de novos elementos de liga mudará as linhas de transformação colocadas neste diagrama.

Para teores de cobre até 5,7wt%Cu, a microestrutura esperada à temperatura ambiente em condições de equilíbrio é, para o caso das ligas fundidas, dendritas contínuas da fase α envoltas por

por uma rede descontínua de eutético CuAl_2 . Para teores acima de 5,7wt%Cu o constituinte CuAl_2 que envolve a fase α , resultado da reação eutética, se apresenta de maneira contínua nos contornos da fase primária. Esta diferença da continuidade na fase secundária é de fundamental importância para se entender os mecanismos pelos quais o material se deforma, ou ainda os mecanismos pelos quais o material se rompe^{6,7}.

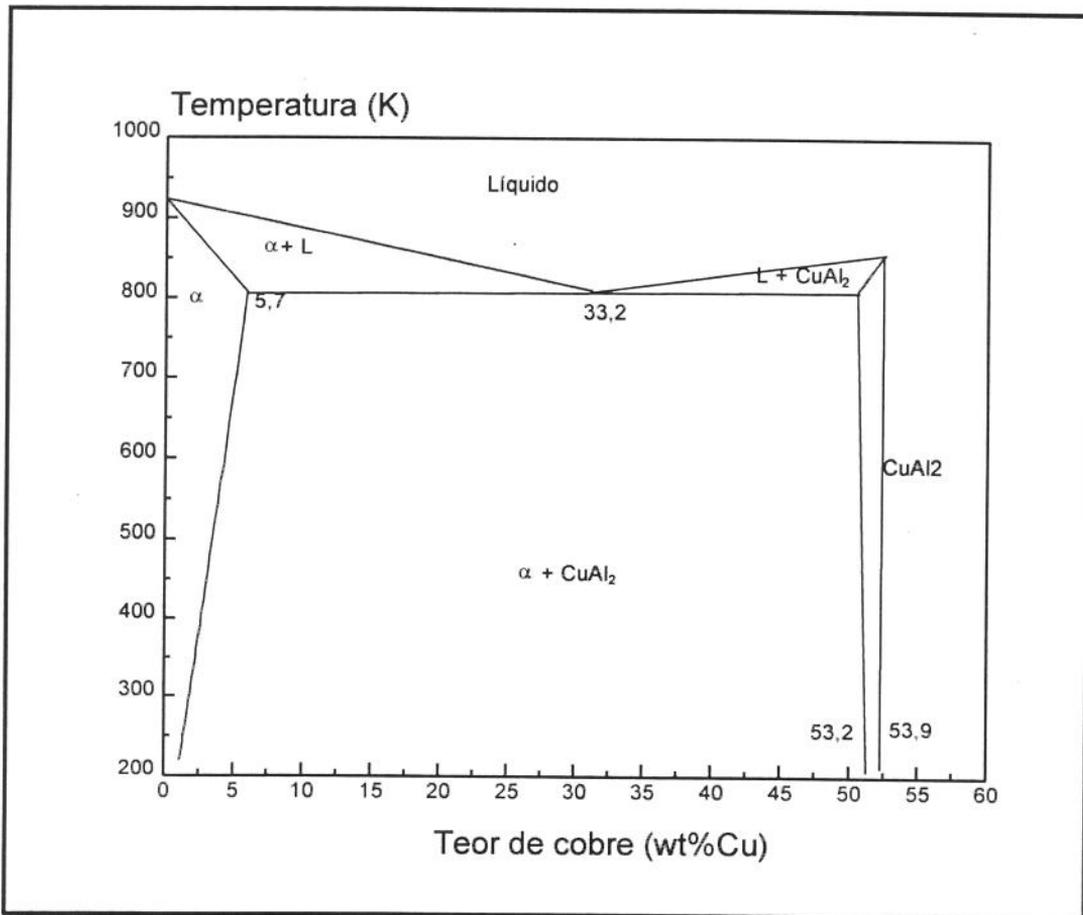


FIGURA 1.1) Diagrama parcial de fases para a liga binária alumínio - cobre, segundo Mondolfo⁵.

A fase θ , usualmente reconhecida como CuAl_2 , contendo 53,3wt%Cu, à 864K (591°C), é formada pela reação eutética diretamente do líquido; possui estrutura tetragonal, alta dureza Vickers, (cerca de 4.000 a 6.000MN/m), sendo extremamente dura acima de 750K (477°C), não apresentando plasticidade abaixo de 800K (527°C)^{3,4,5}.

A drástica influência do teor de cobre e sua situação na matriz de alumínio, nas características mecânicas da liga podem ser observadas nas Figuras 1.2 e 1.3.

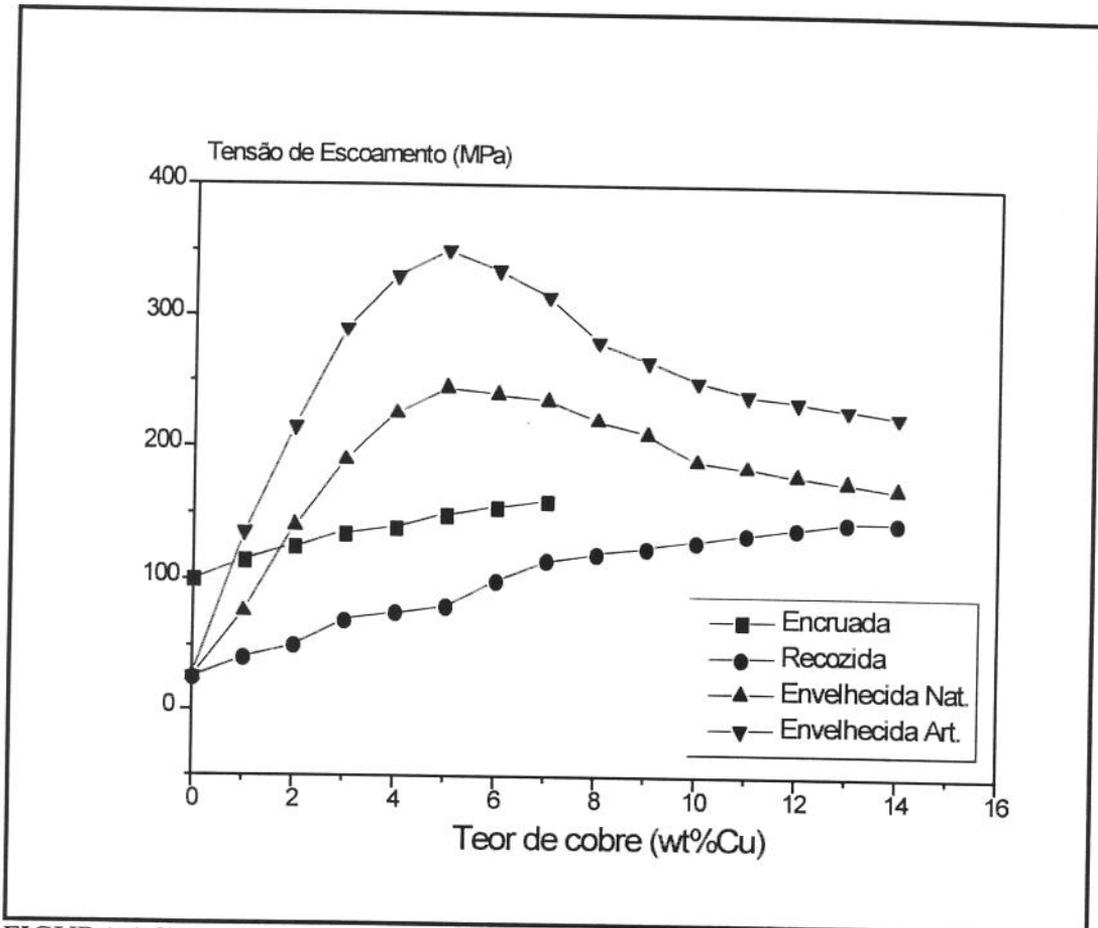


FIGURA 1.2) Tensão de escoamento para as ligas Al-Cu em função do teor de cobre. Adaptado de Mondolfo⁴.

Com o aumento do teor de cobre, observa-se um contínuo aumento da resistência mecânica em termos da tensão de escoamento e tensão de ruptura da liga, até teores de 6wt%Cu, com uma queda acentuada à partir destes valores, para as condições envelhecidas, e um pequeno, mas contínuo aumento para as condições recozida e encruada, como mostram as FIGURA 1.2 e 1.3, respectivamente. Para os casos da estrutura envelhecida (artificial ou naturalmente), a maior parte do cobre está em solução uma vez que o limite de solubilidade à 820K é cerca de 5,7wt%Cu. À partir deste limite a queda da tensão de escoamento e da tensão de ruptura é creditada à fragilização provocada pela deposição de eutético alumínio α -CuAl₂ nos contornos de grão (e nos

contornos de braços interdendríticos para o caso da liga fundida). Com relação a tensão de escoamento, é perceptível uma queda devido ao extremo endurecimento provocado pelo CuAl_2 incoerente na matriz envelhecida, contrastando com o CuAl_2 presente na estrutura recozida, com matriz de fase primária contínua³.

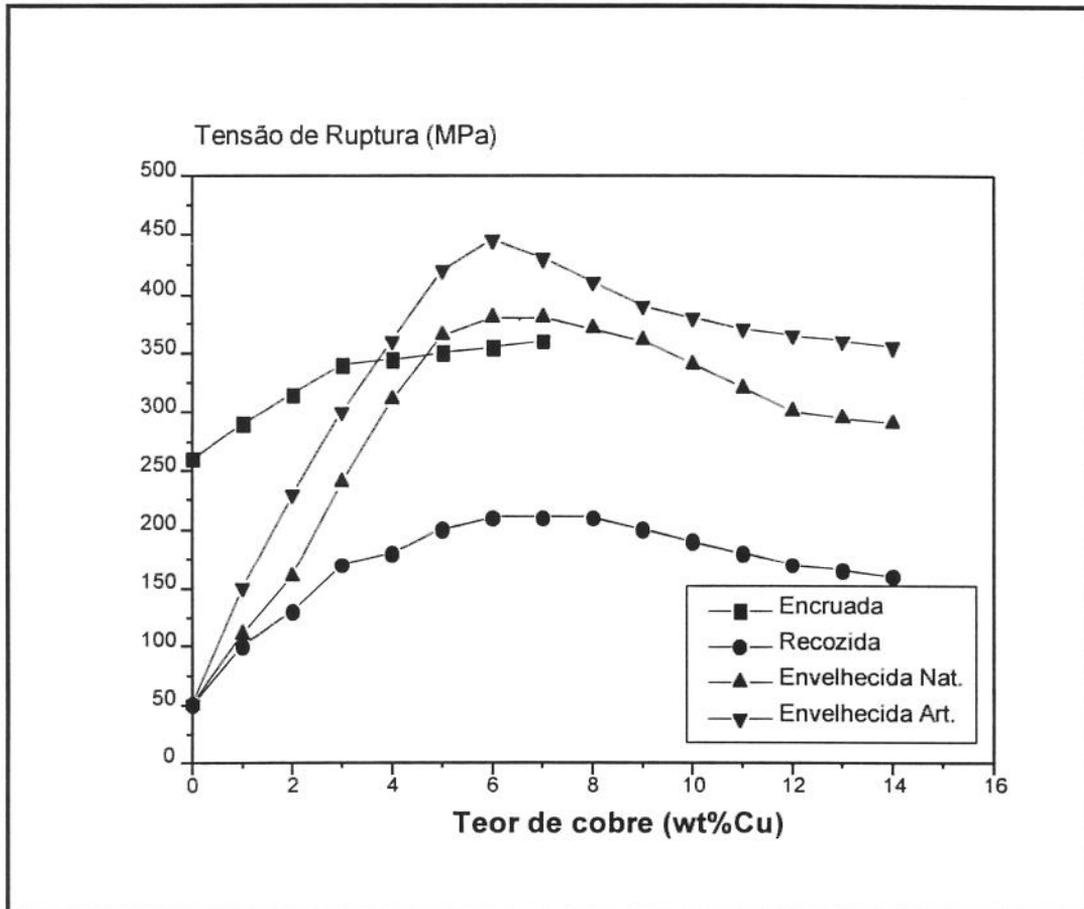


FIGURA 1.3) Tensão de ruptura em função do teor de cobre para as Ligas Al-Cu. Adaptado de Mondolfo⁵.

O alongamento, e especialmente a ductilidade, que dependem do fato de o cobre estar ou não em solução sólida, caem drasticamente com o aumento de seu teor, como mostra a FIGURA 1.4. Na forma esferoidizada ou como uma rede de microprecipitados, (que é o caso da estrutura envelhecida), o cobre agirá ainda mais negativamente quanto à ductilidade.

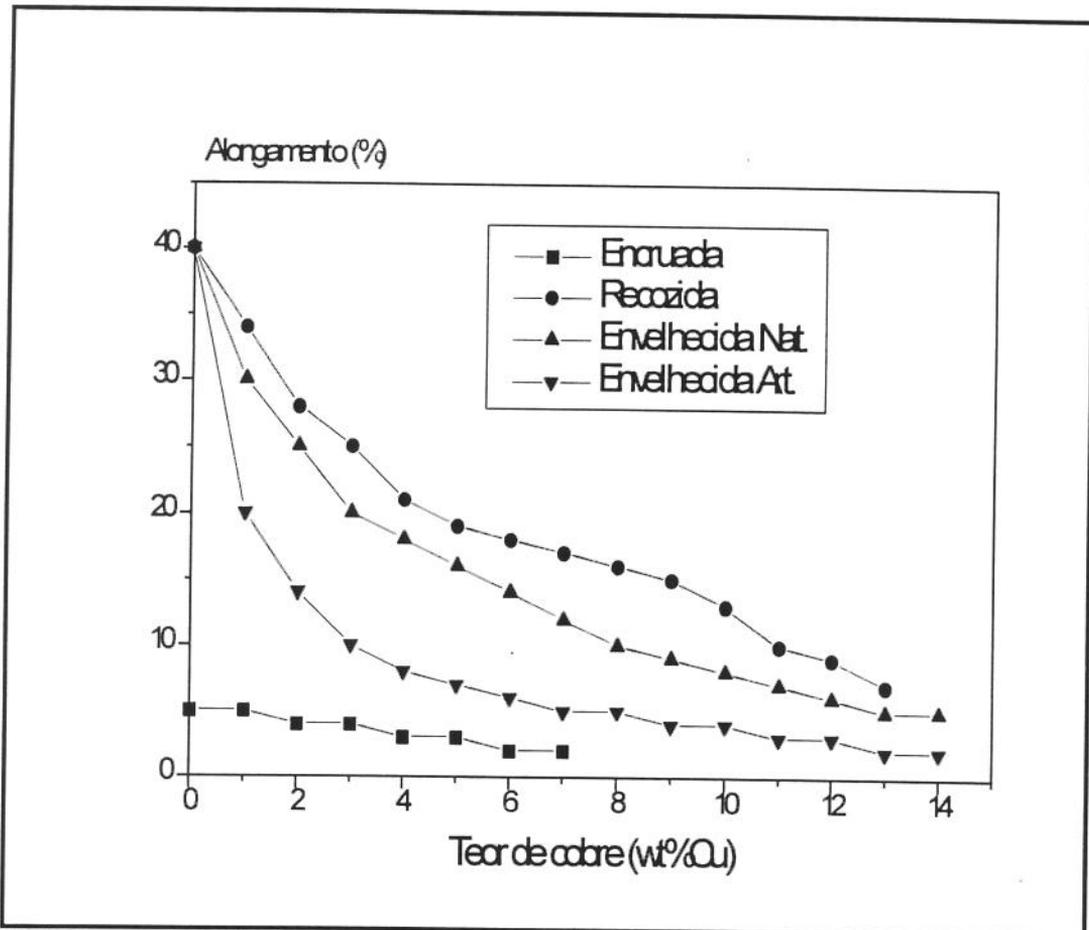


FIGURA 1.4) Alongamento para as ligas Al-Cu em Função do teor de cobre. Adaptado de Mondolfo⁵.

Quando o CuAl_2 está esferoidizado e finamente distribuído através da matriz, a resistência mecânica, em termos de tensão de escoamento e tensão de ruptura é função do livre caminho médio entre estas partículas, e a dureza encontrada nos contornos de grão é superior à encontrada em seu interior. O módulo de elasticidade aumenta assim, proporcionalmente até valores de 10,5GPa, com o aumento do teor de cobre, para a estrutura com 100% de CuAl_2 ⁵.

Para as ligas encruadas, o endurecimento é dado pelo aumento do número de planos de deslizamento "travados" pela presença de microprecipitados. Para teores acima de 5,7wt%Cu a rede do eutético alumínio α - CuAl_2 , torna a operação de encruamento difícil, pois a fragilização com o alto endurecimento faz com que surjam trincas no material.

Para as ligas recozidas, os microprecipitados estarão dispostos nos contornos de grão, e nos contornos interdendríticos da fase α , tem-se portanto um aumento contínuo na tensão de

escoamento. Para a tensão de ruptura há uma queda significativa apenas à partir de 10wt%Cu, o que representa uma grande quantidade de eutético no contorno de grão.

Para as ligas envelhecidas artificial e naturalmente, o tratamento de solubilização executado previamente, faz com que a rede de microprecipitados seja mais uniformemente distribuída através da matriz de alumínio α , porém um maior teor de CuAl_2 nos contornos de grão diminui a resistência alcançada pelo tratamento.

Durante o envelhecimento cinco estruturas são obtidas: (1) Solução sólida supersaturada; (2) Zona GP1; (3) Zona GP2, também chamada de θ'' ; (4) Estrutura θ' e (5) θ (CuAl_2). Estas estruturas geralmente surgem nesta ordem durante o processo de envelhecimento, mas o aparecimento da fase θ a partir da fase de solução sólida supersaturada, compete com estas estruturas.

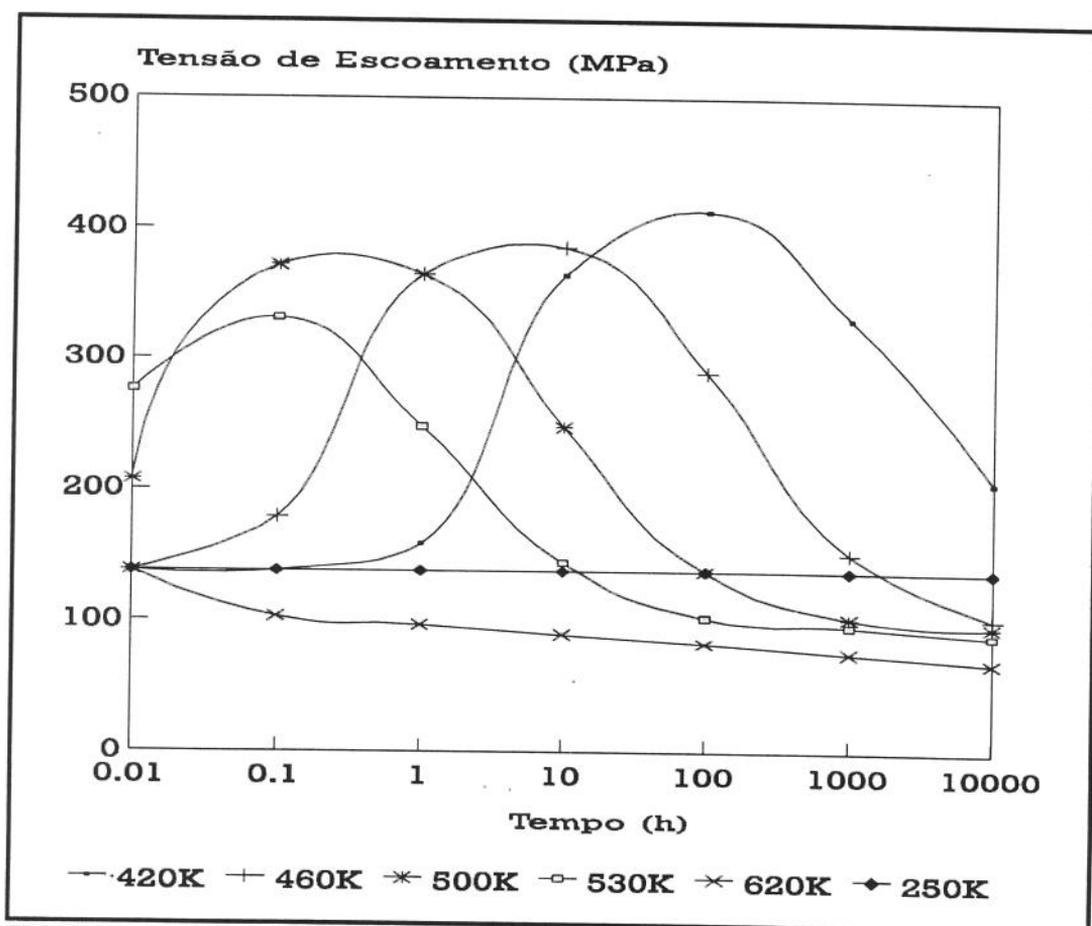


FIGURA 1.5) Curvas representativas para o envelhecimento artificial (420, 460, 500, 530 e 620K) e envelhecimento natural (250K) da liga AA 2014 T4, em termos de variação da tensão de escoamento. Adaptado de Stalcy³.

A precipitação depende do tempo e da temperatura como é o exemplo mostrado pela FIGURA 1.5 que apresenta a cinética de envelhecimento, em termos do aumento da tensão de escoamento em função do tempo para diferentes temperaturas, para a liga AA 2014 (Al-4,5wt%Cu-0,8wt%Mn-0,5wt%Mg-0,8wt%Si). Há de se salientar que o limite de escoamento, para o envelhecimento natural, pode-se alterar indefinidamente até se estabilizar. Para o envelhecimento forçado, quanto maior a temperatura, mais rápido atinge o máximo em termos de escoamento, porém este limite também cai virtualmente³.

2.3 - A liga Al-4,5wt%Cu - justificativa da escolha

O trabalho trata do estudo das propriedades mecânicas e dos mecanismos de fratura em estruturas reofundidas, e sua comparação com estas mesmas características e mecanismos em estruturas fundidas convencionais.

A escolha da liga Al-4,5wt%Cu deveu-se à vários fatores, entre os quais:

a) o campo de seleção da liga a ser utilizada foi restrito ao das ligas não ferrosas de médio ponto de fusão, devido ao ainda pobre domínio do processo de obtenção de reofundidos em ligas com alto ponto de fusão. A maior parte dos trabalhos apresentados na literatura específica reportam a reofundição de materiais com baixo ponto de fusão, como as ligas estanho-chumbo, ou ainda médio ponto de fusão, como alumínio-cobre e alumínio-silício. Trabalhos de conformação de pastas reofundidas de ligas ferrosas como aços para implantes ósseos e aços ferramentas tem surgido recentemente⁸;

b) dentre as ligas de médio ponto de fusão, a liga hipoeutética Al-4,5wt%Cu tem sido bastante explorada; a literatura apresenta uma ampla quantidade de informações já adquiridas a respeito de modelamento dos fenômenos de solidificação e de deformação nestas ligas. As ligas alumínio-cobre hipoeutéticas servem bem a este estudo, pois apresentam microconstituintes distintos, de fácil indentificação e caracterização por diferentes técnicas, apresentando ainda cinéticas de transformação de fase facilmente indentificáveis e controláveis em condições de laboratório;

c) por se tratar de uma liga hipoeutética apresenta ainda composição inferior ao limite de solubilidade do cobre no alumínio sólido, não havendo, na solidificação em condições de equilíbrio, formação de um eutético contínuo entre os contornos de grão. A fase θ (CuAl_2) deve se apresentar de maneira descontínua, como resultado de precipitação no estado sólido. A fase eutética contínua poderia facilitar a propagação de trincas dificultando os estudos dos mecanismos de fratura na matriz;

d) a razoável amplitude de temperatura para a faixa de solidificação da liga, permite a manipulação de parâmetros de tratamentos térmicos necessários à produção de refundidos com diferentes características microestruturais;

e) a ampla gama de ligas alumínio-cobre com composição próxima a 4,5wt%Cu, conforme apresentado na TABELA 1.2, de grande utilização comercial para a indústria automobilística, aeronáutica, de eletrodomésticos, de máquinas em geral, e ainda para fins estruturais.

2.4 - Solubilidade do hidrogênio no alumínio

Um dos problemas mais prementes com relação ao controle de qualidade em peças fundidas de alumínio e suas ligas se relaciona à presença de porosidade no produto final. Proveniente da absorção de gases durante o processamento, o hidrogênio se dissolve em grandes proporções no alumínio líquido, como mostra a FIGURA 1.6. A quantidade de hidrogênio dissolvida à temperaturas abaixo de 950K (677°C) é usualmente insignificante, mas esta quantidade aumenta rapidamente com o aumento da temperatura^{6,7,9}.

Em geral os modernos processos industriais para a fundição de ligas de alumínio não utilizam mais combustíveis à base de hidrocarbonetos; o hidrogênio no metal é proveniente principalmente do vapor d'água contido no ar atmosférico, e é incorporado ao alumínio à partir da reação^{6,7}:



Esta reação é extremamente favorável devido à alta estabilidade do Al_2O_3 , se efetuando em duas etapas: a absorção do hidrogênio pela superfície do banho e a difusão do hidrogênio, no estado atômico, dentro do metal líquido. O volume de hidrogênio dissolvido (V) é proporcional à pressão parcial do gas (P_{H_2}) na atmosfera do forno, segundo a relação^{6,7,10}:

$$V = K * \sqrt{P_{\text{H}_2}} \quad (02)$$

A constante (K) deve ser obtida experimentalmente para um determinado sistema metal-gas; é dependente da composição química da liga, existindo determinados elementos que facilitam a entrada de hidrogênio no banho, como o magnésio, e elementos que a dificultam, como o estrôncio^{6,7}.

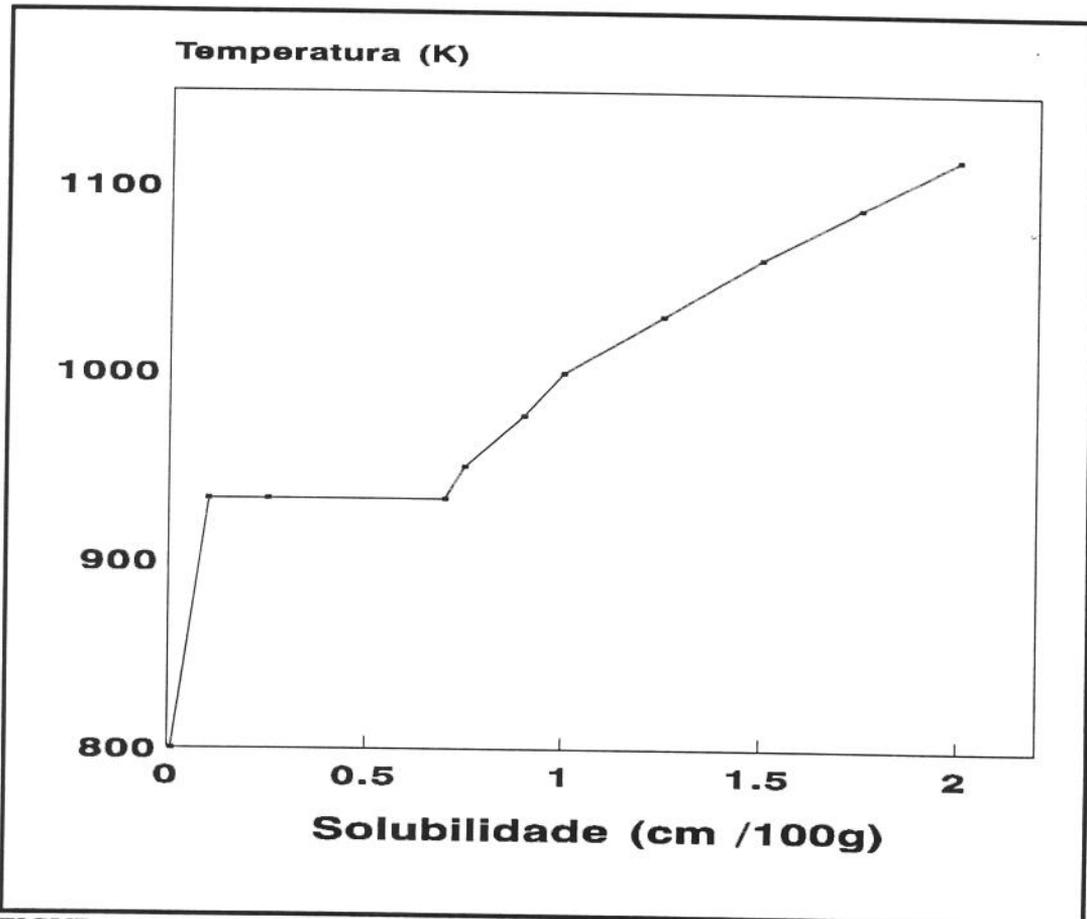


FIGURA 1.6) Solubilidade do hidrogênio em alumínio líquido, a 1 atmosfera de pressão, em função da temperatura, segundo Dively⁶

O aumento no volume de gás dissolvido no banho metálico, com a variação da temperatura tende a se estabilizar rapidamente uma vez que as condições de equilíbrio são rapidamente atingidas, isto é a cinética de absorção de hidrogênio é elevada^{6,9}.

Além do vapor d'água contido na atmosfera, outras fontes de hidrogênio podem ser consideradas. Em processos industriais comuns, cargas impuras ou sujas e os combustíveis utilizados nas fundições, assim como os fluxos de proteção, pós exotérmicos, etc, quando não pré-aquecidos antes do uso, podem ser fontes deste elemento^{5,6}.

Quando o metal líquido é resfriado à partir de altas temperaturas, onde grande quantidade de hidrogênio está em solução, o hidrogênio dissolvido, de acordo com as condições de equilíbrio, tende a formar bolhas e sair do metal líquido; entretanto esta reação é lenta e, geralmente, não há tempo para que isto ocorra, resultando em produtos porosos. Operações de desgaseificação muitas vezes são necessárias para a obtenção de fundidos de qualidade, livres de porosidade¹¹.

Alguns dos métodos de desgaseificação mais utilizados na indústria do alumínio podem ser citados^{9,12}:

a) Pastilhas de hexacloroetano - consiste na adição de hexacloroetano ou outros hidrocarbonetos que volatilizam no interior do banho. As bolhas geradas absorvem o hidrogênio dissolvido no líquido, por difusão deste elemento para a região de menor pressão parcial (a bolha). É assim eliminado do alumínio líquido. É o processo mais antigo, possuindo baixo custo, auxiliando também na remoção de inclusões; porém apresenta alta toxicidade devido aos gases gerados, além da possibilidade de formação de carboneto de alumínio. A operação de desgaseificação com pastilhas e fluxos é efetuada após a total remoção de óxidos da superfície do banho, pois a ação mecânica do borbulhamento poderá incorporar estes óxidos ao banho.

b) Lanças de gás - processo de borbulhamento através de uma lança de grafite, ou outro material inerte. Pode-se ainda utilizar um “plug” poroso em sua ponta, para diminuir o tamanho das bolhas de gás e aumentar a eficiência da retirada de hidrogênio. A desgaseificação é feita com um gás inerte, como o nitrogênio, ou com uma mistura de nitrogênio / cloro ou nitrogênio / flúor. O uso de mistura de gases pode ser problemática uma vez que tanto o cloro quanto o flúor são extremamente tóxicos. A remoção com mistura gasosa é feita com o borbulhamento no banho, através do uso de tubos de grafite ou alumina, como mostra a FIGURA 1.7⁹.

Novamente o princípio de desgaseificação é a criação de regiões (bolhas) de baixa pressão parcial de hidrogênio no interior do banho. O requisito de equilíbrio termodinâmico leva à difusão do hidrogênio dissolvido no líquido para a bolha de gás gerada pelo desgaseificante, sendo então retirado da solução.

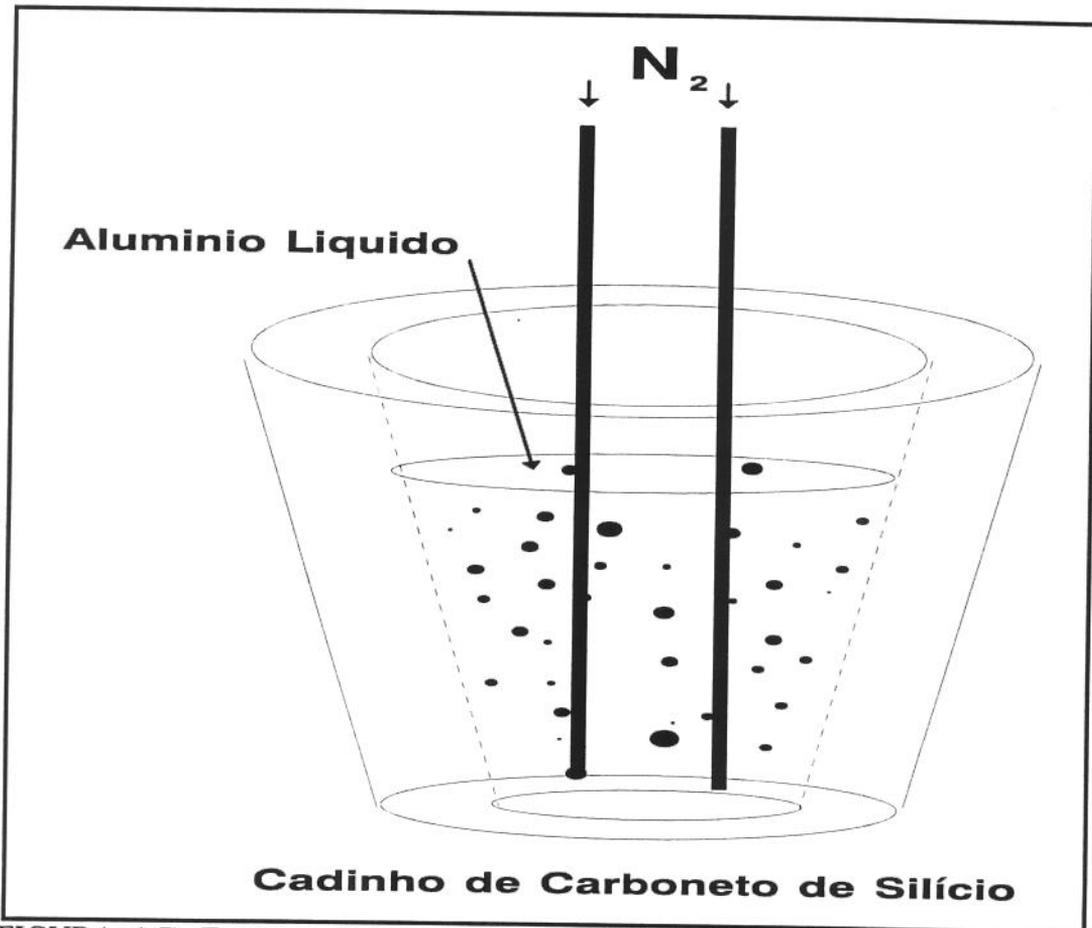


FIGURA 1.7) Esquema típico para a operação de desgaseificação de ligas de alumínio em panela, segundo Dively⁶.

c) **Desgaseificadores de rotor** - processo de desgaseificação semelhante ao anterior, com a diferença que a lança aqui utilizada, além de possuir um bocal feito de material poroso, gira em torno de um eixo fazendo com que as bolhas de gás sejam menores, aumentando ainda mais a eficiência da extração de gases dissolvidos no líquido.

Sigworth e Engh¹⁴ desenvolveram equações relacionando a eficiência da remoção de hidrogênio por borbulhamento de gás inerte no alumínio líquido, em relação ao volume e tamanho das bolhas criadas.

O trabalho mostra que quanto menor o tamanho das bolhas, maior a eficiência da remoção de hidrogênio dissolvido, pois para um mesmo volume de gás utilizado como desgaseificante, um menor diâmetro de bolhas significa uma maior área superficial disponível (a relação volume/área superficial diminui com a redução do diâmetro, para um mesmo volume, a área deve aumentar com a diminuição do diâmetro), portanto tem-se uma maior área superficial para que a reação de absorção do hidrogênio pelo mesmo volume de gás, ocorra. Seus resultados mostram também que a velocidade de subida destas bolhas no alumínio líquido é proporcional ao seu diâmetro, ou seja, quanto maior a bolha, maior a velocidade de subida e, menor é tempo de permanência no alumínio, e portanto, mais ineficiente é seu efeito de remoção.

A FIGURA 1.8 ilustra os resultados dos autores. É apresentada a eficiência da desgaseificação do alumínio puro, por processo utilizando a lança de rotor, em função do tamanho das bolhas, para duas condições de insuflamento: para vazões que proporcionem $0,05\text{cm}^3$ e $0,10\text{cm}^3$ de gás para 100g de alumínio, num tempo de 20min., segundo Sigworth¹³. Pode ser observada maior eficiência para maior volume de gás empregado e perto de 100% de eficiência (η) para bolhas de dimensões menores que 0,5mm de diâmetro médio para ambos os volumes.

Sigworth e Engh¹⁴ observam ainda que a eficiência do desgaseificador de rotor é superior à dos outros métodos devido a melhor distribuição do gás através do líquido. O uso de rotor reduz ainda o nível de turbulência gerada pelas bolhas das lanças simples, prevenindo a oxidação superficial do banho e portanto a reabsorção de hidrogênio e inclusão de óxidos.

Martins et alii¹⁵, demonstram os efeitos do tempo de tratamento de desgaseificação, utilizando o processo da lança de rotor para as séries AA 5XXX e AA 1XXX. A FIGURA 1.9 ilustra os resultados obtidos por estes autores. Pode ser observada uma eficiência de desgaseificação da ordem de 20 a 40% respectivamente para as duas ligas para tempos de borbulhamento de 40 minutos.

Após a desgaseificação pode haver uma certa reabsorção do hidrogênio, sendo esta mais alta no caso das ligas AA 5XXX devido à presença de magnésio.

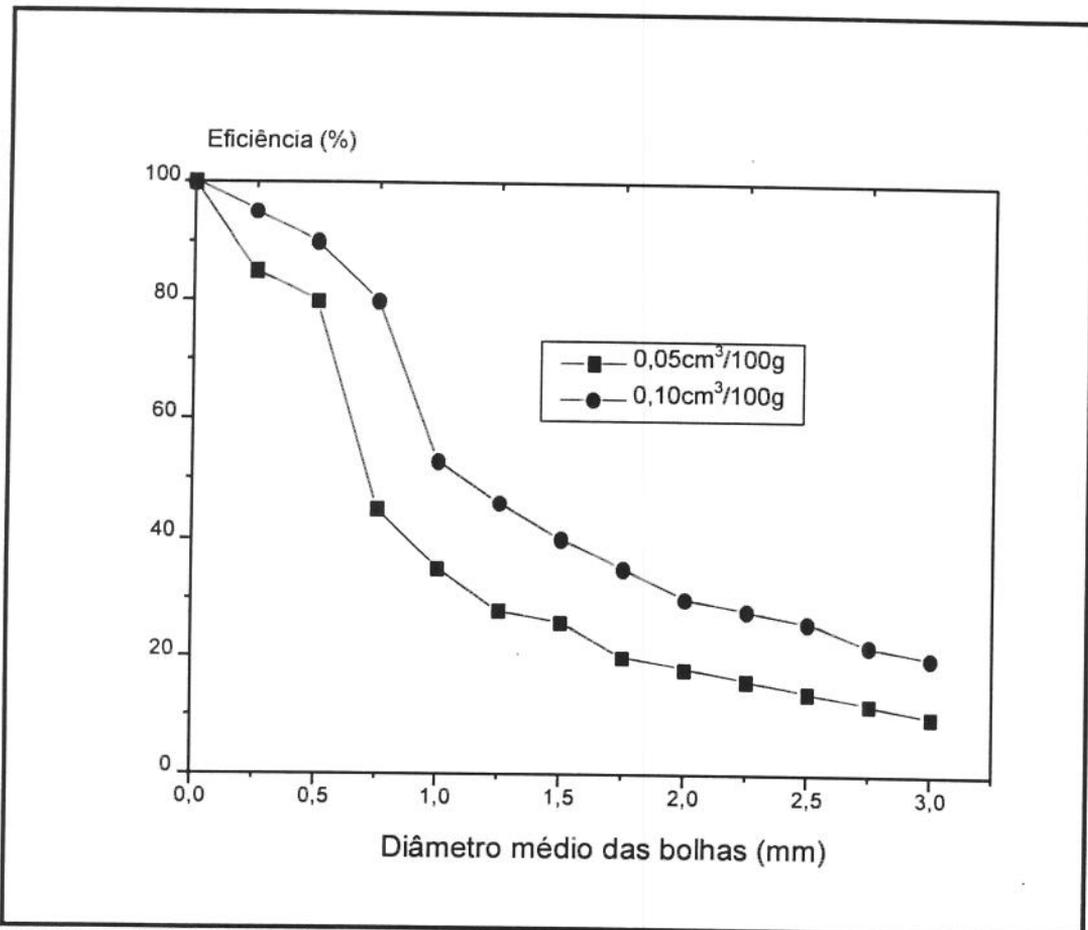


FIGURA 1.8) Eficiência da desgaseificação em função do tamanho das bolhas de gás, para dois volumes gastos à cada 100g. Adaptado de Sigworth¹⁰.

Os autores testam ainda a desgaseificação com pastilhas, onde a elevada dimensão das bolhas de gás formadas acarreta uma baixa eficiência do processo. Baixa eficiência também é observada na desgaseificação por lança estacionária, tendência esta diminuída com o uso de bocais porosos, apesar das bolhas ainda possuírem dificuldade para se liberar da parede do bocal poroso, e de apresentarem tendência ao coalescimento.

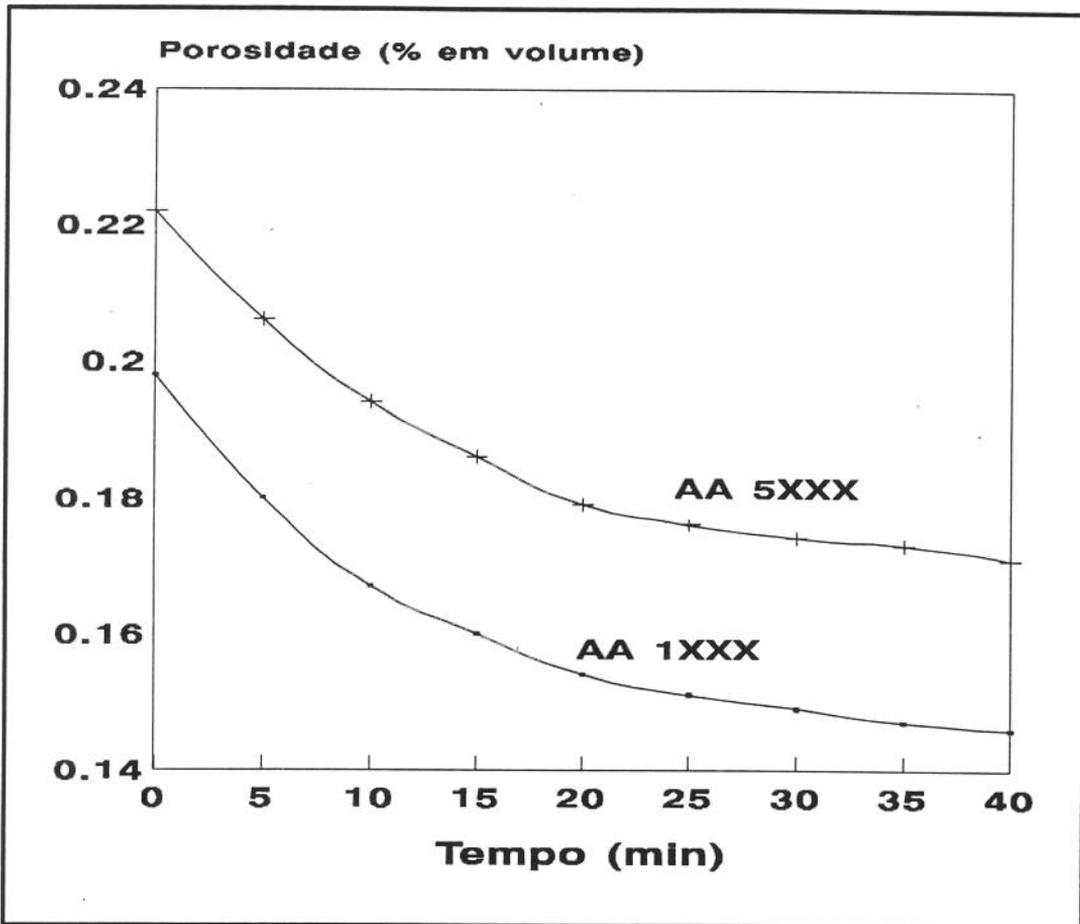


FIGURA 1.9) Efeito da desgaseificação na diminuição da porosidade de ligas AA 1XXX e AA 5XXX, utilizando lanças rotativas, para temperatura de 700K em função do tempo. Adaptado de Martins¹².

d) Desgaseificação por tratamento à vácuo - quando níveis de porosidade bastante reduzidos são requeridos, a fundição envolve a fusão em atmosfera com baixa pressão de hidrogênio, em geral vácuo. Tratamentos do banho à vácuo após a fusão também são procedimentos utilizados em fundições de alta qualidade. Consistem em manter o banho em atmosfera evacuada, pelo tempo necessário à saída do hidrogênio em solução. Isto ocorre por simples necessidade de equilíbrio: o gás evolui de regiões com alta pressão parcial (banho) para regiões de baixa pressão parcial (atmosfera). O processo é eficiente, podendo ser atingidos níveis da ordem de $0,1\text{cm}^3/\text{Kg}$, porém é lento (tempos de 30 a 60 minutos) e requer equipamentos especiais¹⁰.

3 - Procedimento experimental

3.1 - Obtenção da liga Al-4,5wt%Cu

A liga Al-4,5wt%Cu utilizada neste trabalho foi inicialmente produzida em um forno de indução de baixa frequência, com capacidade para 400Kg de alumínio e suas ligas, por dissolução de cavacos de cobre em alumínio líquido. Foram produzidos 300Kg da liga a partir de alumínio de pureza comercial (Al 98,5wt%), com a adição de cobre eletrolítico (Cu 99,9wt% pureza), até o ajuste da composição química para 4,5wt%Cu. Durante o processamento foram retiradas amostras do banho para confirmação da composição química da liga.

TABELA 1.3 apresenta a composição do alumínio e do cobre utilizados como matéria prima para a confecção da liga.

A liga foi vazada em lingoteiras metálicas, do tipo almofadas, com capacidade para 15Kg de metal / lingoteira, em processo contínuo.

O material foi especialmente fabricado na METALUR Ltda, onde foram efetuadas as análises químicas, por espectrofotometria de emissão atômica. A empresa também forneceu a matéria prima utilizada.

A preparação da liga não contou com qualquer proteção quanto à infiltração de gases e/ou inclusões não metálicas, ou seja, não foi utilizado qualquer fluxo no banho metálico ou qualquer processo de desgaseificação ou limpeza.

Os lingotes foram cortados e refundidos em laboratório em forno elétrico do tipo poço, com capacidade máxima para 4Kg de alumínio, em cadinhos de carboneto de silício, com capacidade para 2,5Kg de metal. Os lotes de 2,5Kg da liga para o uso no trabalho, passaram então por operações de limpeza e de desgaseificação com sopro de nitrogênio gasoso super-seco, por meio de uma lança de aço inoxidável mergulhada no banho. Não foram utilizadas misturas N_2/Cl_2 ou N_2/F_2 , devido à sua alta toxicidade.

Diferentes condições de desgaseificação foram utilizadas, conforme apresentado em ítem posterior, buscando a máxima eficiência na eliminação de poros devidos à absorção de hidrogênio.

TABELA 1.3) Composição química do alumínio e cobre utilizados como matéria prima para a confecção da liga Al-4,5wt%Cu.

Elemento de liga da matéria prima	Alumínio (wt%)	Cobre (wt%)
Cobre	0,00	99,90
Silício	0,20	0,00
Magnésio	0,00	0,00
Ferro	0,90	0,00
Manganês	0,00	0,00
Zinco	0,00	0,05
Níquel	0,03	0,01
Titânio	0,04	0,02
Chumbo	0,04	0,01
Cromo	0,00	0,00
Alumínio	98,79	0,01

Após a desgaseificação a liga foi caracterizada em termos de composição química, faixa de temperatura de solidificação (*temperatura solidus e temperatura liquidus*) e porcentagem de porosidade para a verificação de sua adequação ao uso como matéria prima.

3.2 - Desgaseificação da liga produzida

O processo utilizado neste trabalho para desgaseificar a liga a ser utilizada, foi o de insuflamento de nitrogênio super-sêco, por meio de uma lança de aço inoxidável ferrítico.

Inicialmente foi necessário o estabelecimento das condições ótimas de desgaseificação, para o qual foram variadas as condições operacionais, tais como temperatura de manutenção do banho líquido enquanto se processa a desgaseificação e tempo de insuflamento e temperatura de

vazamento. Foi fixada a vazão de 4 l/min por questões operacionais: esta foi a maior vazão possível para se evitar um grande efervescência do banho e a menor para garantir uma boa homogeneidade de saída do gás, pois a pressão metalostática para vazões inferiores tornava a saída de gás intermitente. Buscou-se a maior eficiência na eliminação da porosidade observada na matéria prima.

O metal foi refundido à temperaturas de 973K (700°C) e 1023K (750°C), em um forno do tipo poço, e mantido à estas temperaturas para a desgaseificação, realizada sob vazão constante de 4 l/min por vários períodos de tempo (5, 10, 15 e 20 minutos). Para o tempo máximo, foram utilizados 32ml de gás/g de alumínio, ou ainda 1,6ml/g.min.

A verificação da temperatura foi feita com termopar Cromel-Alumel tipo k, encapsulado em inonel, conectado à um registrador gráfico ECB 003, com três canais de leitura. O erro observado para este tipo de termopar é cerca de 0,1% da faixa medida, ou seja $\pm 1,5\text{K}$ ($\pm 1,2^\circ\text{C}$) em escala de 0 a 1473K (0 a 1200°C), além de um erro de 0,25% da faixa medida para o registrador, isto é $\pm 0,125\text{ mV}$ em uma escala de 0 a 50mV.

Amostras do metal foram coletadas após 5, 10, 15 e 20 minutos de sopramento, para se estabelecer as melhores condições com relação ao nível de porosidade. O melhor resultado na eliminação da porosidade foi obtido para 20 minutos de insuflamento para temperatura de 973K (700°C).

Toda operação de desgaseificação foi feita no próprio cadinho de carboneto de silício onde a liga foi fundida, dentro do forno poço para se evitar variações na temperatura.

Após a operação de desgaseificação, foi novamente medida a temperatura do banho metálico. Em seguida procedeu-se a retirada da escória e de óxidos formados na superfície do banho, e o líquido foi vazado a diferentes temperaturas em lingoteiras metálicas pré aquecidas a 473K (200°C) ou a temperatura ambiente (293K ou 20°C), para a obtenção de placas para a posterior modificação estrutural para a obtenção de pastas com estrutura reofundida.

O motivo de se usar lingoteiras com características de extração de calor diferentes, e diferentes temperaturas de vazamento será discutido mais tarde neste trabalho.

A FIGURA 1.10 apresenta fotografia da montagem laboratorial utilizada para a refundição da liga Al-4,5wt%Cu, os equipamentos usados para a sua desgaseificação e obtenção de amostras (placas) para o trabalho, bem como a lingoteira metálica usada para a obtenção destas placas. Estas placas sofrerão posteriormente processos termo-mecânico-metalúrgicos para a obtenção de estruturas reofundidas.

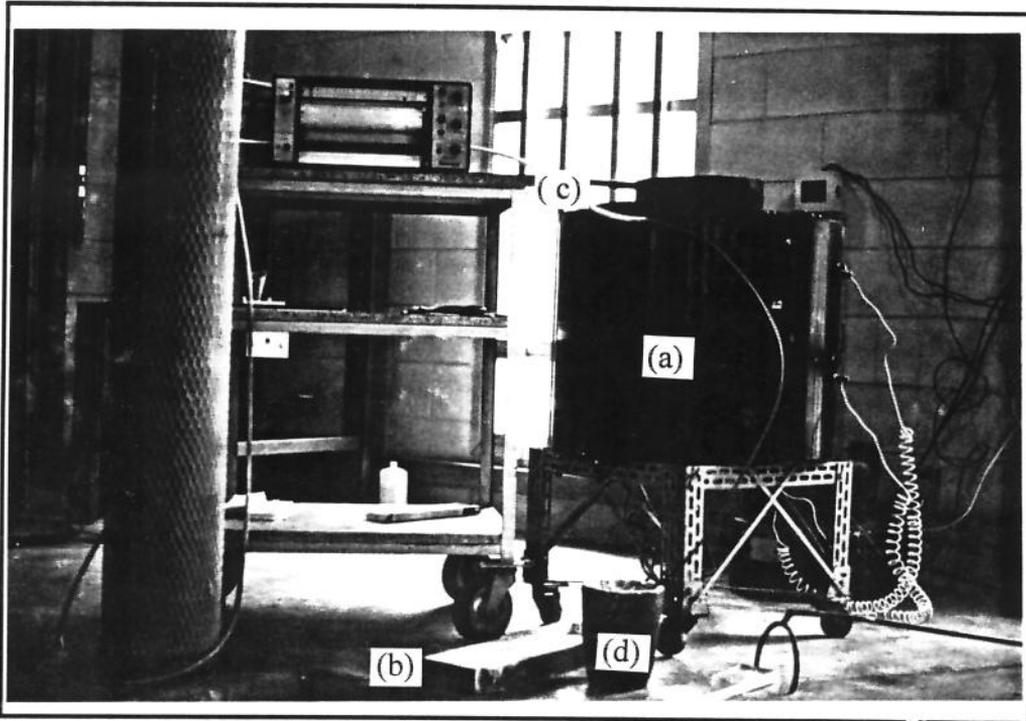


FIGURA 1.10) Visão geral do equipamento utilizado para a confecção de placas da liga Al-4,5wt%Cu. a) forno poço; b) lingoteira metálica; c) lança de nitrogênio e d) cadinho de carboneto de silício.

3.3 - Caracterização da liga produzida

A liga selecionada e produzida para este trabalho foi, num primeiro estágio, totalmente caracterizada através de:

a) análise química - a liga produzida foi analisada por método de espectrofotometria de emissão atômica pela METALUR Ltda., para a caracterização quanto ao teor de cobre, silício, magnésio, ferro, manganês, zinco, níquel, titânio, chumbo e cromo. A sensibilidade do equipamento utilizado permitiu a análise de até $0,01 \pm 0,005\text{wt}\%$ dos elementos citados.

b) ensaio para obtenção da curva de resfriamento durante a solidificação - a liga em questão foi fundida e aquecida à uma temperatura de 1023K (750°C), mantida por 15 minutos em um cadinho de carboneto de silício com capacidade para 500g de metal, sendo retirada do forno e

resfriada ao ar, dentro do cadinho. A variação da sua temperatura em função do tempo foi medida com o auxílio de um termopar cromel-alumel (tipo K) e de registrador gráfico de temperatura. O experimento foi repetido quatro vezes totalizando 5 ensaios. Foi assim obtida sua curva de solidificação, da qual puderam ser determinados com confiabilidade, as temperaturas de início (*temperatura liquidus*) e final (*temperatura solidus*) de solidificação.

c) caracterização da faixa de solidificação por ATD - a determinação da *temperatura liquidus e temperatura solidus* foi também feita por análise térmica diferencial. Para tanto tomou-se cerca de 5g da liga em estudo e procedeu-se a análise térmica diferencial num equipamento com sensibilidade de 0,2K (0,2°C). Foi traçada a curva de resfriamento e aquecimento da liga em função da absorção/liberação de energia, em relação a um padrão, durante as mudanças de fase¹⁶. Este ensaio foi efetuado no laboratório de transformação de fase do Instituto de Física da UNICAMP.

d) caracterização do grau de porosidade - a quantidade de microporosidade presente na liga, antes e após os diferentes tratamentos de desgaseificação, foi caracterizada por metalografia óptica quantitativa, pelo método das interseções^{17,18}, descrito pela norma técnica ASTM E 562, que é utilizado na determinação de frações volumétricas. Utilizando-se uma grade com sete linhas verticais por sete linhas horizontais, anotou-se o número de vezes que a fase ou poro, foi encontrada na interseção destas linhas. A partir do número total de interseções, é avaliada a média do número de poros encontrados em cada leitura, sendo obtidos os desvios padrões.

Para a contagem de poros foram utilizadas tres amostras para cada condição de tratamento, ou seja, duas temperaturas 973K (700°C) e 1023K (750°C) e para tempos de 5, 10, 15 e 20 minutos de insuflamento. Foi também caracterizada a quantidade de porosidade da liga não desgaseificada, para se estabelecer a eficiência da desgaseificação na liga em função do tempo e temperatura de desgaseificação. Foram realizadas tres contagens em seis áreas por amostra, totalizando 18 contagens por amostra para cada condição de tratamento, sendo que foram realizadas três amostras por condição de tratamento totalizando, para cada condição, 54 contagens. Foram selecionadas as 10 melhores análises (mais representativas) e colocadas nas TALELA 1.5 e 1.6.

A forma e distribuição dos poros também foram analisadas de maneira qualitativa.

4 - Resultados e discussões

4.1 - Caracterização química

A TABELA 1.4 apresenta a composição química da liga produzida.

TABELA 1.4) Composição química da liga Al-4,5wt%Cu produzida.

Elemento	Liga Al-4,5wt%Cu (wt%)
Cobre	4,55
Silício	0,20
Magnésio	0,00
Ferro	0,60
Manganês	0,00
Zinco	0,01
Níquel	0,05
Titânio	0,03
Chumbo	0,02
Cromo	0,00

Esta composição corresponde, aproximadamente, à liga AA 2014 ou AA 2024, ou ainda à liga AA 204.0. O baixo teor de elementos de liga, excetuando-se o ferro (0,6wt%Fe) indica que a existência de outros microprecipitados além do CuAl_2 , é pouco provável. A presença do ferro pode produzir uma série de microprecipitados insolúveis sendo os mais comuns FeAl_3 e AlFeSi . Estes precipitados são responsáveis por aumento da resistência mecânica da liga, principalmente a

elevadas temperaturas¹⁹. Também pode ser formado Fe_2SiAl_8 , componente bastante deletério quanto à tenacidade à fratura, pois é fragilizante da matriz de alumínio⁴.

Outro componente que poderia também causar um comportamento mais frágil da matriz não foi encontrado, este é o caso do cromo. A existência de microprecipitados insolúveis pode alterar significativamente o comportamento mecânico do material em questão, por esta razão tentou-se utilizar matérias primas da melhor qualidade encontrada no mercado, para minimizar a possibilidade de sua ocorrência.

4.2 - Caracterização da faixa de solidificação

A curva de resfriamento apresentada na FIGURA 1.11 foi constituída a partir de cinco curvas obtidas, representa portanto uma média de resultados obtidos em cinco ensaios. Podem ser determinadas as *temperaturas liquidus e solidus*, assim como o intervalo de temperatura de solidificação da liga produzida. A curva mostrada foi montada a partir da superposição das várias curvas obtidas, minimizando-se os pontos referentes ao desvio padrão calculado, de cerca de $\pm 2\text{K}$ ($\pm 2^\circ\text{C}$).

Foram detetados dois pontos de inflexão, referentes as *temperaturas liquidus e solidus*. Não foi detetado o patamar eutético.

O intervalo de solidificação apresentado é de 20K (20°C), este intervalo, apesar de pequeno, é suficiente para a preparação dos tratamentos para a reofundição, à serem feitos posteriormente. A *temperatura liquidus* pode ser estimada em $910 \pm 2\text{K}$ ($637 \pm 2^\circ\text{C}$) e a *temperatura solidus* em $890 \pm 2\text{K}$ ($617 \pm 2^\circ\text{C}$). O desvio diz respeito a erro do termopar.

Estes dados são suficientes e adequados aos propósitos deste trabalho. No entanto, para uma maior segurança nos valores das *temperatura liquidus* e *temperatura solidus* foi obtida a curva de energia absorvida/liberada durante o aquecimento/resfriamento da liga em equipamento de análise térmica diferencial.

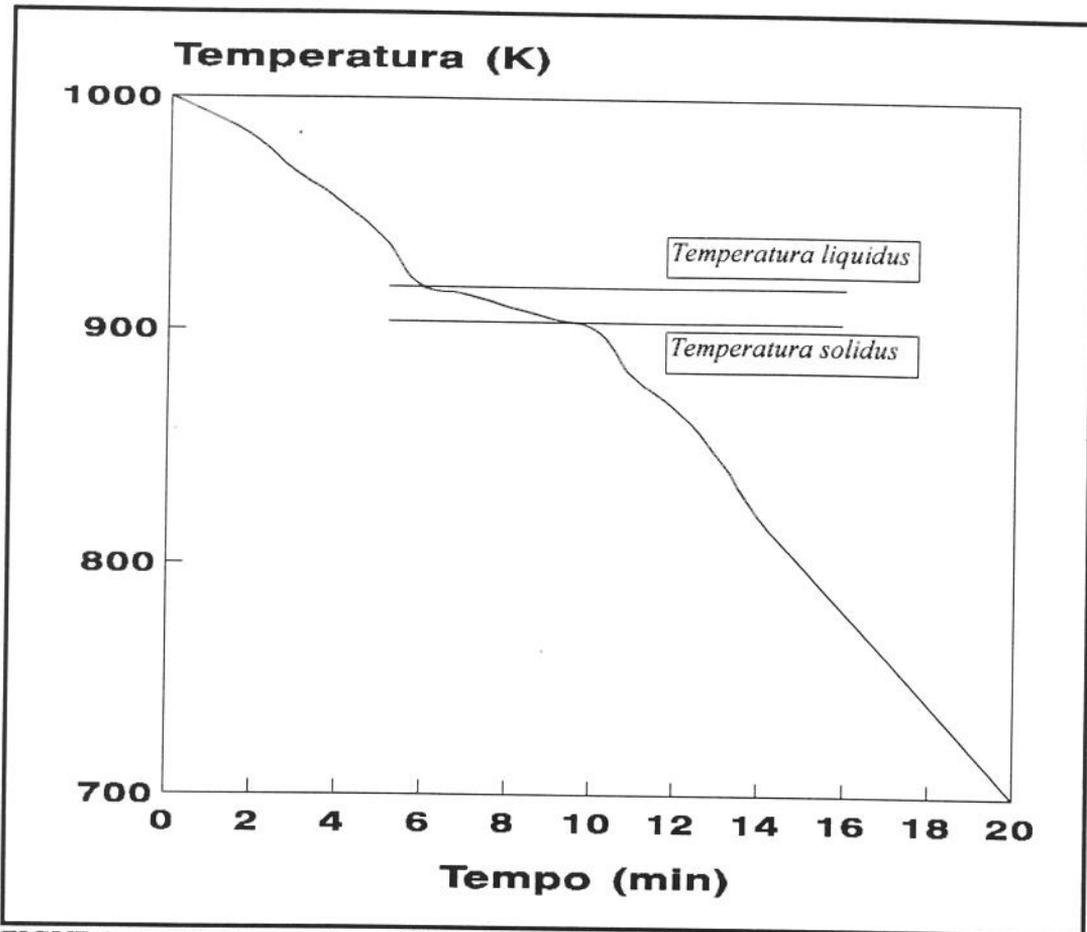


FIGURA 1.11) Curva de resfriamento para a liga Al-4,5wt%Cu, mostrando as inflexões da *temperatura liquidus* e da *temperatura solidus*, num intervalo de cerca de 20K.

O resultado obtido é apresentado na FIGURA 1.12. Os picos indicativos de elevada absorção ou liberação de calor indicam as temperaturas de início e final da transformação de estado. Pode ser determinada a *temperatura liquidus* equivalendo a $911 \pm 2\text{K}$ ($638 \pm 2^\circ\text{C}$), e a *temperatura solidus* equivalendo a $890 \pm 2\text{K}$ ($617 \pm 2^\circ$), ou seja, a liga apresenta 21K ($21 \pm 2^\circ\text{C}$) de faixa de solidificação.

Estes resultados estão em bom acordo com os obtidos através das curvas de resfriamento simples.

O conhecimento das *temperaturas liquidus* e da *temperatura solidus* da liga Al-4,5wt%Cu é necessário para a determinação das condições necessárias para os tratamentos de modificação estrutural objetivando a obtenção de estruturas reofundidas.

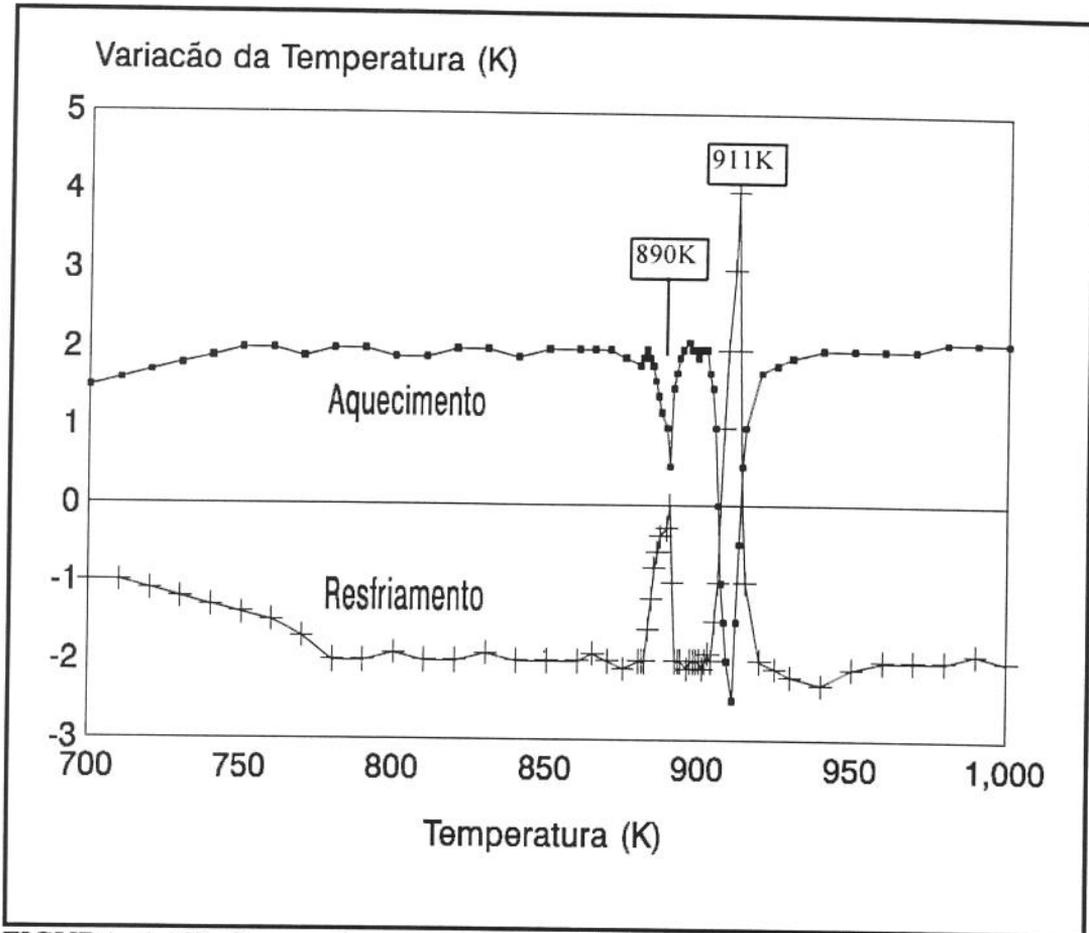


FIGURA 1.12) Curvas de aquecimento/resfriamento para a liga Al-4,5wt%Cu, mostrando as inflexões da temperatura liquidus e da solidus em termos de absorção/liberação de energia obtidas por análise térmica diferencial.

4.3 - Caracterização da porosidade

Os resultados referentes à porcentagem de poros encontrados na liga após a desgaseificação nas diversas condições de temperatura e tempo de insuflamento, são apresentados nas TABELAS 1.5 e 1.6.

A TABELA 1.5 apresenta aos resultados obtidos para o tratamento do banho à 973K (700°C) enquanto que a TABELA 1.6 apresenta os resultados obtidos para o tratamento a 1023K (750°C).

Estes resultados são apresentados graficamente na FIGURA 1.13. Pode-se verificar a sensível redução no nível de porosidade na liga com o tempo de desgaseificação, para ambas as temperaturas de tratamento. A maior temperatura de insuflamento apresentou, no entanto, piores resultados para tempos de insuflamento menores do que 15 minutos. A porosidade é reduzida de teores de $10,57 \pm 2,55\%$ (valores máximos encontrados, para a liga sem desgaseificação), para valores de até $1,39 \pm 1,96\%$ (valores mínimos obtidos). O desvio padrão neste tipo de análise, é bastante alto chegando a $1,96\%$ (maior que a própria média para os valores mais baixos), porém este alto desvio não chega a descaracterizar a real queda no teor de poros.

Os valores mínimos obtidos são dificilmente reduzidos, dada a microporosidade existente entre os braços dendríticos, originados pela contração da transformação sólido - líquido. Tem-se então que os valores mínimos médios atingidos são de $1,94 \pm 2,29\%$ em volume, para a temperatura de tratamento de 973K (700°C), e de $1,39 \pm 1,96\%$ em volume, para a temperatura de 1023K (750°C), para 20 minutos de desgaseificação.

TABELA 1.5) Percentagem em volume de poros em função do tempo de desgaseificação com nitrogênio super - seco para a liga Al-4,5wt%Cu para temperatura de 973K (700°C)*.

Amostra	5 min	10 min	15 min	20 min
01	11,11	2,78	2,78	0,00
02	8,33	5,56	0,00	0,00
03	5,56	2,78	5,56	2,78
04	8,33	2,78	2,78	5,56
05	11,11	8,33	2,78	0,00
06	8,33	5,56	2,78	0,00
07	2,78	2,78	5,56	2,78
08	8,33	2,78	0,00	2,78
09	11,11	8,33	2,78	0,00
10	8,33	5,56	2,78	0,00
Média	8,33	4,72	2,78	1,39
Desvio	2,62	2,29	1,85	1,96

* - Liga sem desgaseificação: $10,57 \pm 2,55\%$ em volume de poros.

Maiores tempos de desgaseificação geram um grande quantidade de inclusões não metálicas, para esta quantidade de material. Optou-se pelo tempo máximo de 20 minutos, menor do que o recomendado¹⁴, de cerca de 40 minutos.

As TABELAS 1.5 e 1.6 contém as 10 melhores séries de tratamento, sendo que os resultados dos ensaios mal sucedidos foram descartados.

TABELA 1.6) Porcentagem em volume de poros em função do tempo de desgaseificação com nitrogênio super - sêco para a liga Al-4,5wt%Cu para temperatura de 1023K (750°C)*.

Amostra	5 min	10 min	15 min	20 min
01	11,11	8,33	2,78	2,78
02	8,33	5,56	5,56	5,56
03	8,33	2,78	0,00	0,00
04	11,11	8,33	8,33	0,00
05	11,11	5,56	8,33	2,78
06	8,33	8,33	2,78	5,56
07	11,11	8,33	0,00	2,78
08	8,33	5,56	5,56	0,00
09	5,56	8,33	5,56	0,00
10	13,89	8,33	5,56	0,00
Média	9,72	6,94	4,44	1,94
Desvio	2,36	1,96	2,99	2,29

* - Liga sem desgaseificação: $10,57 \pm 2,55\%$ em poros.

O teor de poros encontrado após a desgaseificação ainda é superior ao obtido por outros autores (Sigworth^{13,14}, Martins^{9,15}, e Campbell¹⁰), os quais, no entanto, trabalham com matéria prima de melhor qualidade e utilizam condições de fusão mais apropriadas: fusão em atmosfera controlada. Além disto a própria operação de desgaseificação utilizada pelos autores utilizam equipamentos mais sofisticados, permitindo um maior controle, por exemplo do tamanho das bolhas geradas. Estes fatores somados permitem a obtenção de produtos com menor nível de

porosidade. Considerando, no entanto, o alto teor de poros na liga sem tratamento, cerca de 10,57% em volume, o teor total obtido após a desgaseificação representa uma significativa eficiência na operação de remoção de hidrogênio.

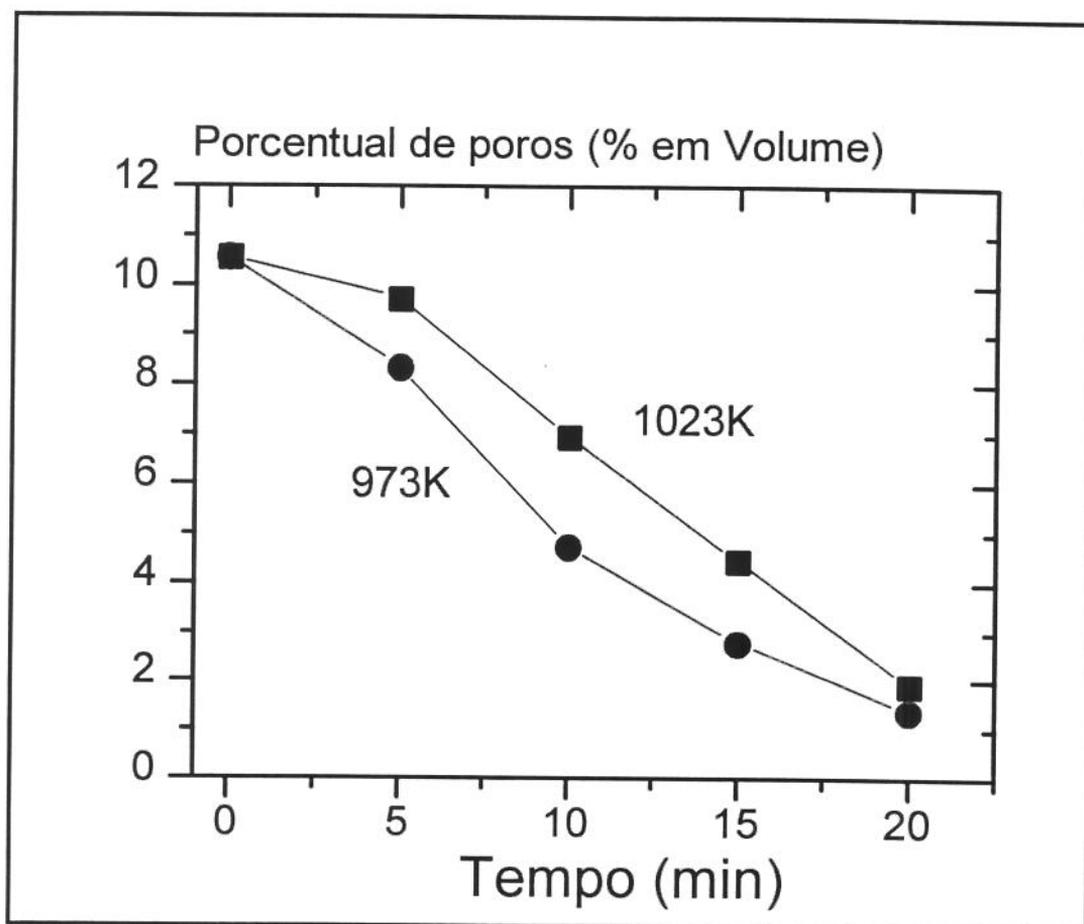


FIGURA 1.13) Variação da porosidade, em porcentagem em volume em função do tempo de desgaseificação para duas temperaturas, com vazão de 4 l/min de nitrogênio.

A avaliação da eficiência da operação de desgaseificação efetuada pode ser feita pelo cálculo do índice de eficiência da desgaseificação (η), definido como:

$$\eta = \frac{P_{inicial} - P_{final}}{P_{inicial}} \quad (03)$$

Onde P_{inicial} é a porosidade inicial, P_{final} é a porosidade final após a desgaseificação. Os valores de η obtidos para as diferentes condições analisadas são apresentados na TABELA 1.7 e graficamente na FIGURA 1.14.

TABELA 1.7) Eficiência da desgaseificação para a liga Al-4,5wt%Cu, para duas temperaturas de trabalho*.

Tempo	1023K			973K		
	P_{final}	$P_{\text{inicial}} - P_{\text{final}}$	η	P_{final}	$P_{\text{inicial}} - P_{\text{final}}$	η
5 min	9,72	0,85	8,0	8,33	2,24	21,2
10 min	6,94	3,63	34,3	4,72	5,85	55,3
15 min	4,44	6,13	58,0	2,78	7,79	73,7
20 min	1,94	8,63	81,7	1,39	9,18	86,8

* - Diferença percentual para o teor inicial de 10,57% poros.

Pode-se observar claramente um aumento significativo na eficiência da operação de desgaseificação, para ambas as temperaturas, com o aumento do tempo de insuflamento de nitrogênio. Novamente pode ser observada a maior eficiência na eliminação de porosidade para o banho tratado à menor temperatura.

Eficiência máxima da ordem de 81,7% foi obtida para a condição de 20 minutos à temperatura de 1023K (750°C) e eficiência de 86,8% para a condição de 20 minutos à 973K (700°C), portanto, de maneira geral, elevada eficiência (superior a 80%) na redução de poros foi obtida, tornando a liga adequada ao emprego.

Difícilmente poderiam ser obtidos níveis de porosidade inferiores, nas condições de fusão e tratamento empregados. Considerando a eficiência de Martins¹² (FIGURA 1.9), os valores obtidos neste trabalho são significativamente superiores, e comparáveis à eficiência obtida por Sigworth¹⁰ (FIGURA 1.8), utilizando matéria prima melhor e equipamentos mais sofisticados. Com a redução obtida do teor de poros na liga a ser utilizada, espera-se evitar efeitos nocivos da sua presença na caracterização de propriedades mecânicas no material, nos estados fundido e reofundido. Para tanto ainda foram analisados o efeito da operação de desgaseificação na morfologia dos poros restantes.

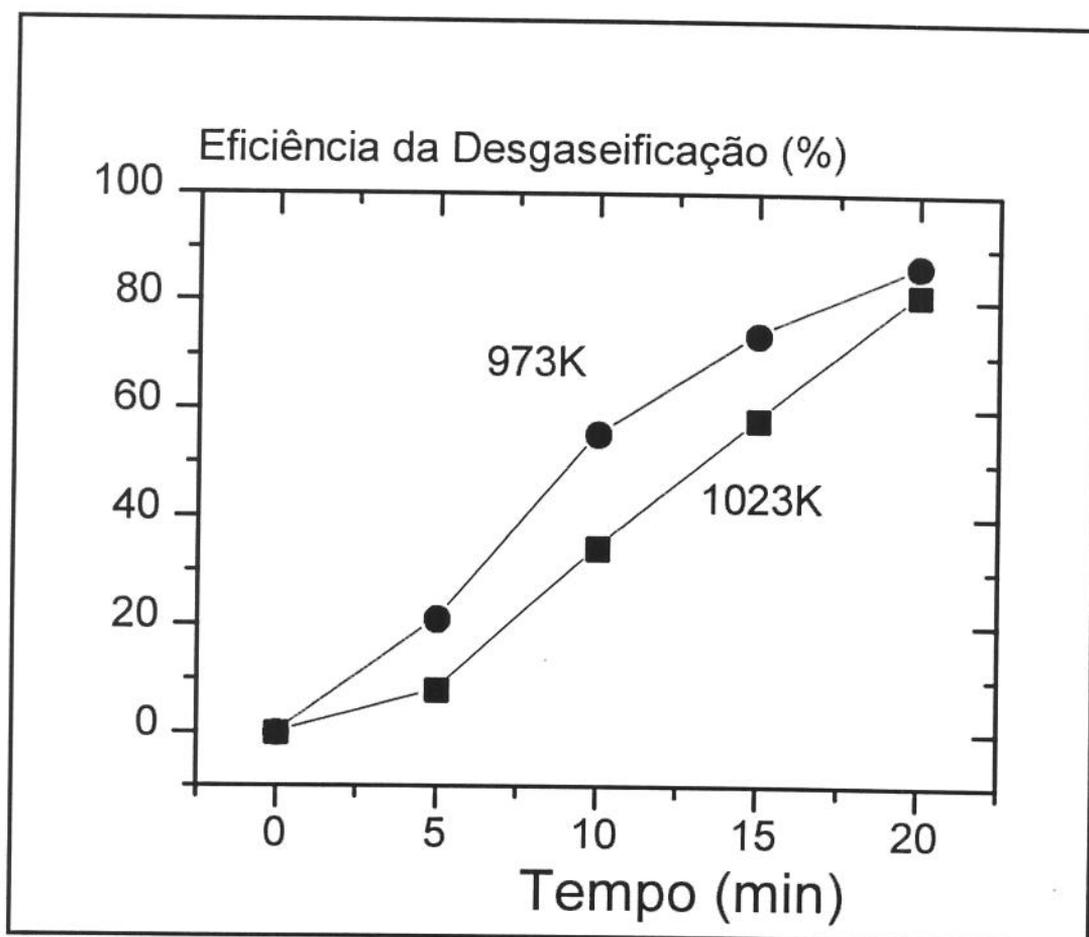


FIGURA 1.14) Eficiência da desgaseificação em função do tempo de tratamento para temperaturas de 973K (700°C) e 1023K (750°C).

A FIGURA 1.15 apresenta micrografias da liga Al-4,5wt%Cu, apenas polidas e isentas de ataque químico, mostrando as características da microporosidade nas condições antes da operação de desgaseificação (a) e após esta operação (b). Nota-se que a diminuição do nível de poros é bastante sensível. O processo de desgaseificação tem efeito significativo sobre a morfologia dos poros. Para a liga não desgaseificada, pode ser observado um grande número de poros com morfologia arredondada, como bolhas no metal solidificado. Na liga desgaseificada na melhor condição, pode ser observado um menor número de poros, com morfologia mais acicular, acompanhando os braços interdendríticos, o que caracteriza microvazios de contração e não a presença de gases.

A modificação da morfologia característica dos poros, de esférica para acicular também deve implicar em mudanças no comportamento mecânico do material. Os poros com geometria esférica são, em geral, mais eficientes no impedimento da propagação de trincas, porém o grande

número destes poros encontrados para a liga não desgaseificada, pode implicar em um queda significativa do comportamento mecânico do material.

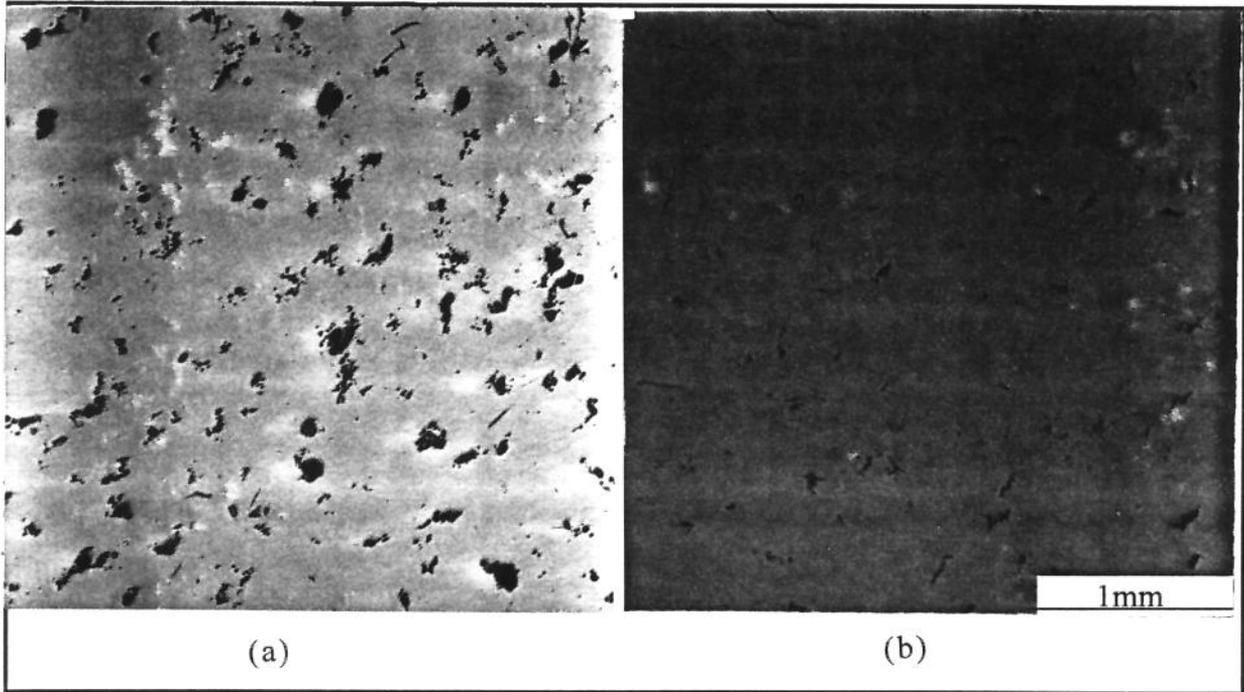


FIGURA 1.15) Micrografia da liga Al-4,5wt%Cu (a) isenta de desgaseificação, e (b) amostra desgaseificada à temperatura de 973K (700°C), por 20 minutos, sob vazão de 4l/min de nitrogênio super-seco (condição ótima). Amostras polidas à 0,25 μ m.

Os poros encontrados para a liga desgaseificada, apesar da forma acicular, prejudicial ao comportamento mecânico, são em um número bem menor. Espera-se portanto um melhor desempenho mecânico para a liga que sofreu a operação de desgaseificação.

Os resultados obtidos mostram que a desgaseificação é necessária para ao menos eliminar a microporosidade devido à presença de gases; neste aspecto a operação de desgaseificação foi eficiente.

Para diminuir ainda mais este nível de microporosidade, poder-se-ia, por exemplo, realizar deformação plástica à quente, para promover o colapso destes poros.

5 - Conclusões

Esta primeira etapa do trabalho resultou na produção e otimização, nas condições laboratoriais disponíveis, e caracterização em termos de composição química, intervalo de solidificação e porcentagem em volume de poros da liga Al-4,5wt%Cu.

Quanto à composição química, a liga produzida se enquadra na designação AA104.0, com excesso de ferro (0,60wt% ao invés do esperado 0,35wt%); o que no entanto, não deve interferir nos propósitos do trabalho.

Quanto ao intervalo de solidificação, foram determinadas as *temperatura liquidus* e *temperatura solidus* como sendo $911 \pm 2\text{K}$ ($638 \pm 2^\circ\text{C}$) e $890 \pm 2\text{K}$ ($617 \pm 2^\circ\text{C}$) respectivamente, por dois diferentes métodos. Um intervalo de transformação da ordem de 20K (20°C) embora não muito amplo, é suficiente para as operações e tratamentos térmicos requeridos para a produção de estruturas reofundidas.

Quanto ao teor de poros, foi necessário um estudo preliminar para a determinação das condições de degaseificação requeridas para a máxima redução do teor de poros presentes na liga fundida. As condições ótimas determinadas foram: sopramento de nitrogênio super-sêco com vazão de 4litros/minuto, por um tempo de 20 minutos no banho à temperatura de 973K (700°C). Com este tratamento, foi obtida eficiência de cerca de 86,8% na eliminação de poros. Uma porosidade residual de 1,39% em volume foi detectada na liga, porosidade esta em grande parte devida à contração de solidificação, dada a morfologia irregular dos microporos.

Assim sendo a liga produzida e otimizada pode ser considerada adequada às etapas posteriores do trabalho.

Referências bibliográficas

- 1 - **Meturgia e Materiais**, ABM, vol. 31, n. 439, março de 1995, pp. 226-229.
- 2 - **Metals Handbook**, 9ªed., Vol. 2, 1985., pp. 472-495.
- 3 - Stalcy, R. - **Manual of Aluminum Alloys** - 1ªed, Aluminum Association, 1983, pp. 7 - 11.
- 4 - Hughes, R.E. - **"Microstructure of Alloys"**, Aluminum - Properties and Physical Metalurgy, Metallurgy of Heat Treatment and General Principles of Precipitation Hardening, Ed. John E. Hatch, Cap. 5, ASM, 1984, pp. 134 - 199.
- 5 - Mondolfo, L.F. - **Aluminum Alloys: Structure and Properties**, Ed. Buther Worths, Londres, 1976, pp. 253 - 278. e pp. 693 - 758.
- 6 - Dively, R. W. - **"Melting and Casting of Nonferrous Alloys"**, Metals Handbook, vol. 5, Part. B, Melting and Casting, 8ªed., Ohio, USA, 1972, pp. 396-397.
- 7 - Barrand, P. e Gadeu, R. - **"Enciclopédia del Alumínio: Metalurgia Estrutural del Alumínio; Fusión y Colada de Placas y tolhos; Fabricaciones anexas"**, Ediciones URMO, vol. 2, Bilbao, Espanha, 1968, pp. 223 - 237.
- 8 - Kapranos, P., Kirkwood, D.H., Sellars, C.M. - **"Properties of Thixoformed Tool steels"**, Proc. of 3rd. International Conference on Processing of Semi-Solids Alloys an Composites, Tokio, Junho de 1994, pp. 117-126.
- 9 - Martins, L. C. - **"Técnicas de Desgaseificação"**, R. F. P. Technologies Inc., Catálogo Técnico, Jeffers Circle, 621, Exton, PA 19341, USA, 1989, pp. 1 - 16.
- 10 - Campbell, J. - **"Castings"**, Butterworth Heinemann Ltda., Oxford, U.K., 1993.
- 11 - Campbell, J. - **"Pore Nucleation in Solidifying Metals"**, Proceedings of the Conference on "The Solidification of Metals", ISIP110, Brighton How, 4-7, 1967, pp. 18-26.
- 12 - Emley, E.F. - **"Cleansing and Degassing of Light Metals"**, Metals Technology, Março de 1976, pp. 118-127.
- 13 - Sigworth, G. K. - **"A Scientific Basis for Degassing Aluminum"**, AFS Transactions, vol. 9, n. 6, 1987. pp. 236-241.
- 14 - Sigworth, G. K. e Engh, T. - **"Chemical and Kinetic Factors Related to Hydrogen Removal From Aluminum"**, Metallurgical Transactions B, vol. 13B, setembro de 1982, pp. 447 - 460.

- 15 - Martins, M.M., Martins, L. C. B e Silva Fº, J. - "**Remoção do Hidrogênio do Alumínio Líquido**", Anais do II Seminário ABAL-ABM de Tecnologia da Indústria do Alumínio, São Paulo, 1988, pp. 385 - 400.
- 16 - Backerud, S.L e Sigworth, G.K. - "**Recent Development in Thermal Analysis of Aluminum Casting Alloys**", AFS Transactions, 1989, v. 64, pp 459 - 464.
- 17 - Padilha, A. F. e Ambrózio Fº, F. - "**Técnicas de Análise Microestrutural**", ed. Hemus, capítulo 5, 1985, pp. 113 - 142.
- 18 - Hilliard, J.E. - "**Estimating Grain Size by the Intercept Method**", Metal Progress, maio de 1964, v. 85, nº 5, pp. 99 -102.
- 19 - Rooy, E.L. - "**Aluminum and Aluminum Alloys**", em Metals Handbook, 9ª ed., vol. 15, 1988, pp. 744-770.
- 20 - Silva, C.G. e Zoqui, E.J. - "**Otimização das Condições de desgaseificação da liga Al-4,5wt%Cu**", Anais do XII Congresso de Iniciação Científica e Tecnológica CICTE, São Carlos, dezembro de 1993, pp.254.

Capítulo II

Obtenção e controle de estruturas dendríticas

Índice

1 - Introdução.....	39
2 - Fundamentos gerais.....	39
2.1 - Formação de estruturas de solidificação.....	39
2.1.1 - Zona coquilhada.....	41
2.1.2 - Zona colunar.....	43
2.1.3 - Zona equiaxial central.....	45
2.2 - Controle de estruturas fundidas.....	48
3 - Procedimento experimental.....	50
3.1 - Obtenção de fundidos com estrutura controlada.....	50
3.2 - Caracterização macro e microestrutural.....	53
4 - Resultados e discussões.....	55
4.1 - Fundidos obtidos.....	55
4.2 - Caracterização macroestrutural.....	56
4.3 - Caracterização microestrutural.....	58
4.4 - Caracterização por metalografia eletrônica de varredura.....	62
5 - Conclusões.....	70
Referências bibliográficas.....	71

1 - Introdução

Este capítulo trata da obtenção de estruturas dendríticas (brutas de fusão) controladas, isto é, com grãos equiaxiais de diferentes dimensões e conseqüentemente, de diferentes espaçamentos interdendríticos para a liga Al-4,5wt%Cu. Estas estruturas servirão de matéria prima para a produção de estruturas globulares reofundidas, objeto de estudo deste trabalho. Servirão ainda como referência no estudo comparativo de propriedades mecânicas de estruturas dendríticas e globulares.

Diferentes dimensões de grãos são requeridas para o correlacionamento estrutura *versus* propriedade, tanto na condição dendrítica quanto na condição globular dela gerada.

O sucesso da produção de estruturas dendríticas com grãos equiaxiais de dimensões controladas envolve o conhecimento dos mecanismos envolvidos na formação da macroestrutura de solidificação e o emprego de técnicas que manipulem adequadamente tais mecanismos. Neste capítulo são apresentadas de maneira breve estes mecanismos e técnicas, e descritos os procedimentos para a produção de placas fundidas com diferentes tamanhos de grão.

As estruturas obtidas são caracterizadas em termos de tamanho de grão, espaçamento interdendrítico e microsegregação, e têm avaliada sua adequação ao emprego para a produção de estruturas globulares reofundidas.

2 - Fundamentos gerais

2.1 - Formação de estruturas de solidificação

A solidificação de um metal ou liga é iniciada pela ocorrência no líquido de núcleos sólidos com orientações cristalográficas aleatórias. Estes núcleos crescem com morfologia planar, celular ou dendrítica, originando os grãos cristalinos cujas dimensões podem ser macroscópicas. Os

núcleos se desenvolvem portanto, movidos pela extração de calor, dando origem à macroestrutura de solidificação. As condições de nucleação e crescimento a que a liga é submetida definem as características de sua macroestrutura final. Macroestruturas típicas de lingotes fundidos são apresentadas esquematicamente na FIGURA 2.1. As possíveis estruturas e as zonas que geralmente ocorrem quando da solidificação de um lingote de um metal, são: zona coquilhada; zona colunar e zona equiaxial, que podem aparecer sozinhas e/ou acompanhadas¹.

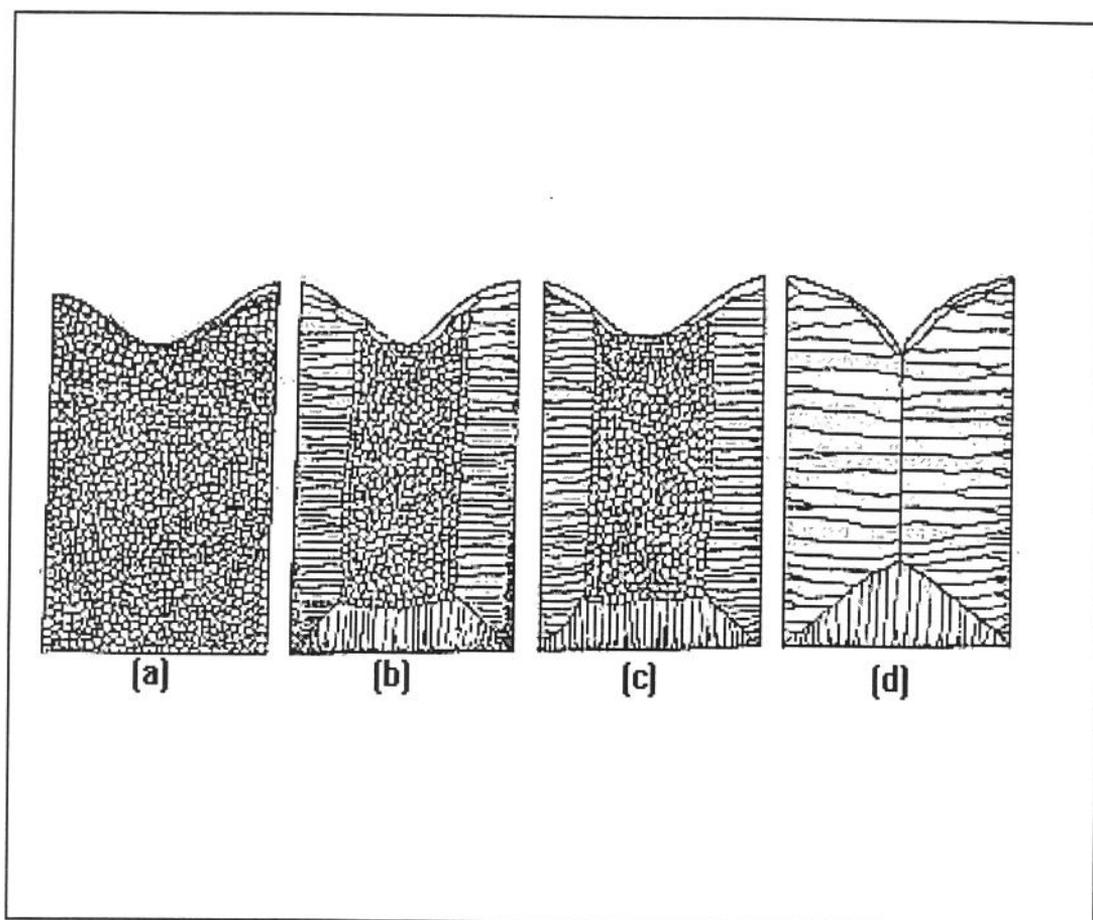


FIGURA 2.1) Possíveis macroestruturas de lingotes: (a) grãos equiaxiais; (b) grãos coquilhados, colunares e equiaxiais no centro; (c) grãos colunares e equiaxiais no centro e (d) grãos colunares. Extraído de Ohno¹.

Cada zona em questão possui uma gama específica de propriedades e/ou comportamento mecânico, portanto é de fundamental importância se controlar a quantidade de cada zona em uma peça.

A predominância de uma ou outra zona estrutural é dependente das condições a que o material foi submetido durante a solidificação, portanto, o controle da solidificação tem importante papel no controle das propriedades mecânicas do material fundido.

2.1.1 - Zona coquilhada

A zona coquilhada é formada pela precipitação de grãos de pequenas dimensões nucleados sobre a parede do molde, e/ou em regiões mais resfriadas como é o caso da superfície livre do líquido ou regiões próximas à parede do molde. Estas regiões mais frias, apresentam condições energéticas favoráveis a formação intensa de núcleos. Os núcleos originados nestas regiões crescem dando origem a pequenos grãos, que, crescendo equiaxialmente durante um pequeno intervalo de tempo, originam uma região bem definida no lingote. Esta região é chamada zona coquilhada^{1,2,3}, e é caracterizada por apresentar grãos equiaxiais de pequenas dimensões e ser limitada a pequena espessura, junto à parede do molde. Vários mecanismos são propostos para a formação da zona coquilhada, entre eles destacam-se:

a) Mecanismo de Henzel² - a zona coquilhada é formada pela nucleação intensa em uma camada de líquido super-resfriada existente junto à parede do molde, sendo que a formação dos grãos ocorre sobre os substratos existentes na área, tais como partículas no líquido e/ou a própria parede do molde. Esta camada de líquido super-resfriado é proporcionada pela rápida extração de calor pelo molde quando do vazamento; portanto quanto maior o coeficiente de transferência de calor pelo molde e através da interface metal/molde, maior o volume de líquido super-resfriado próximo à parede, e maior a quantidade de grãos originados.

b) Mecanismo de Bower e Flemings⁴ - a zona coquilhada é formada por um mecanismo de multiplicação cristalina devida à separação ou quebra dos ramos dendríticos dos cristais coquilhados em formação, provocada pela forte convecção do líquido, originada pelas condições de vazamento. Portanto, na ausência de convecção não existiria a zona coquilhada, segundo este mecanismo. Flutuações térmicas, aliadas a um baixo superaquecimento, evitam a eliminação das

correntes convectivas antes de surgirem os primeiros núcleos sólidos, incentivando a formação da zona coquilhada.

c) Mecanismo de Biloni e Morando⁵ - Para os autores, tanto a nucleação copiosa de Henzel² quanto o mecanismo de multiplicação cristalina de Bower⁴, são responsáveis pela formação da zona coquilhada. A maior ou menor participação de cada um dos mecanismos na formação da zona depende das condições de extração de calor pelo molde. Quando da existência de altas taxas de resfriamento a predominância é da nucleação copiosa, e para baixas taxas de resfriamento a predominância é do fenômeno de multiplicação cristalina.

d) Mecanismo de separação de Ohno^{1,3} - para o autor, a zona coquilhada é formada pela liberação de grãos de pequenas dimensões a partir da parede da lingoteira. Grãos formados na parede do molde podem se soltar migrando para regiões próximas onde sobrevivem. A parede do molde é então liberada para a formação de mais núcleos que se soltam novamente e assim sucessivamente gerando a zona coquilhada. O desprendimento dos grãos formados nas paredes do molde é possibilitado pelo empescoçamento da base destes grãos por efeito da dificuldade de redistribuição de soluto rejeitado no líquido, quando do seu crescimento. A FIGURA 2.2 ilustra este efeito.

A parede do molde dificulta a redistribuição do soluto, produzindo regiões com enriquecimento deste soluto na base do grão que, como consequência, tem sua velocidade de crescimento localmente reduzida. O empescoçamento torna os cristais facilmente separáveis da parede do molde. Estes cristais são arrastados por correntes convectivas, liberando a parede para nova nucleação. Para que o mecanismo de separação de Ohno seja eficiente são necessários : uma alta densidade de cristais formados junto à parede do molde, propiciada por um bom contato líquido/molde; um teor de soluto suficiente para provocar o empescoçamento; presença de convecção, para propiciar a rápida retirada dos cristais formados na parede, evitando a formação de uma camada sólida estável e a paralização da “fonte de núcleos”.

A presença e características da zona coquilhada em um fundido dependem da eficiência da atuação destes mecanismos. O crescimento equiaxial inicial, propiciado pela nucleação copiosa e pelo resfriamento rápido, é interrompido pela direcionalidade do fluxo de extração de calor, que favorecerá determinadas direções cristalográficas de crescimento, ou seja, favorecerá a formação da zona colunar.

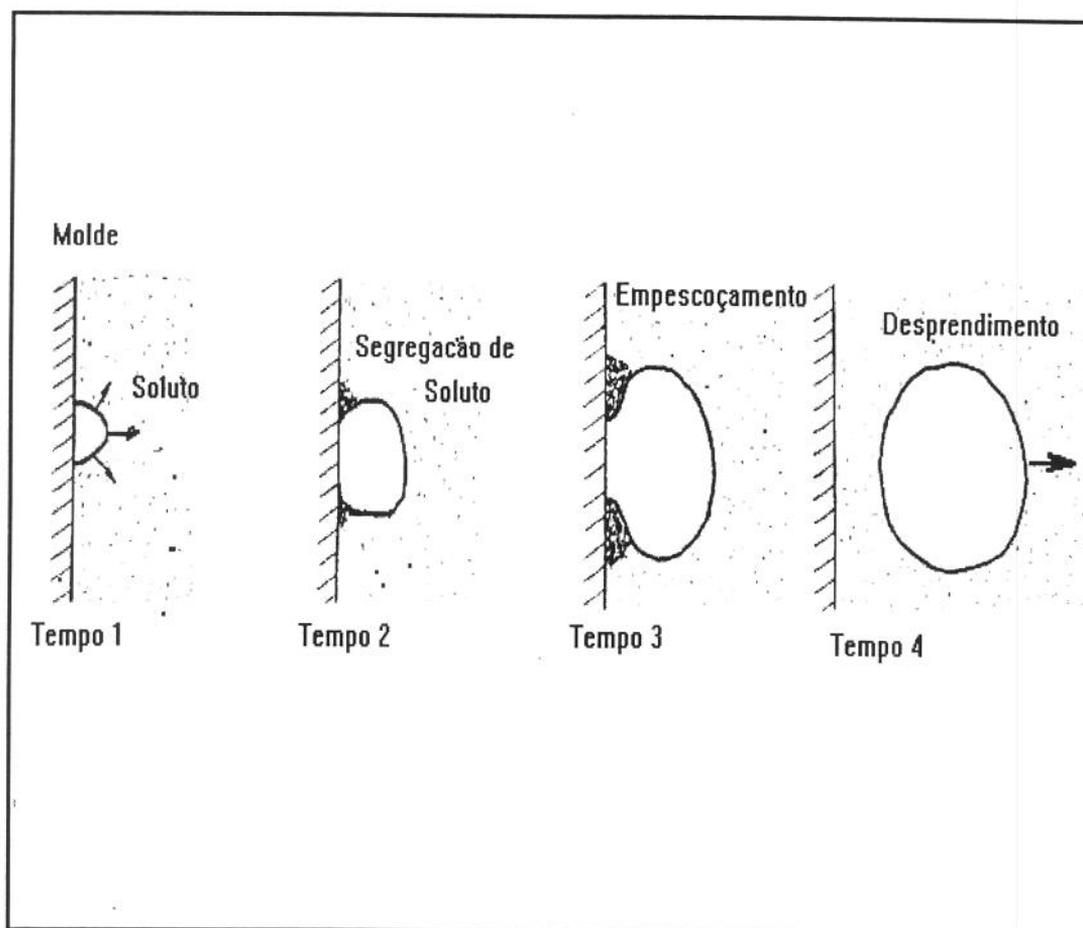


FIGURA 2.2) Mecanismo de separação, proposto por Ohno, para a formação da zona coquilhada. Adaptado de Ohno^{1,3}.

2.1.2 - Zona colunar

A zona colunar é constituída de grãos alongados na direção do fluxo de calor extraído do líquido, em geral, no sentido normal às paredes do molde. Estes grãos possuem dimensões superiores aos grãos da zona coquilhada, e são orientados cristalograficamente. A FIGURA 2.3 ilustra esquematicamente o efeito de formação desta zona¹.

A sua formação é explicada por Walton e Chalmers⁶ da seguinte maneira: a zona colunar é o resultado do crescimento seletivo de determinados grãos da zona coquilhada, em detrimento de outros.

Os grãos da zona coquilhada apresentam direções cristalográficas aleatórias. Um sistema cristalino, no entanto, apresenta determinadas direções de crescimento mais favoráveis do que outras, isto é, planos energeticamente mais fáceis de se desenvolver que outros. Por exemplo, no sistema cúbico de face centrada o crescimento ocorre mais facilmente na família de direções $\langle 100 \rangle$, através dos planos da família $\{111\}$ ⁷.

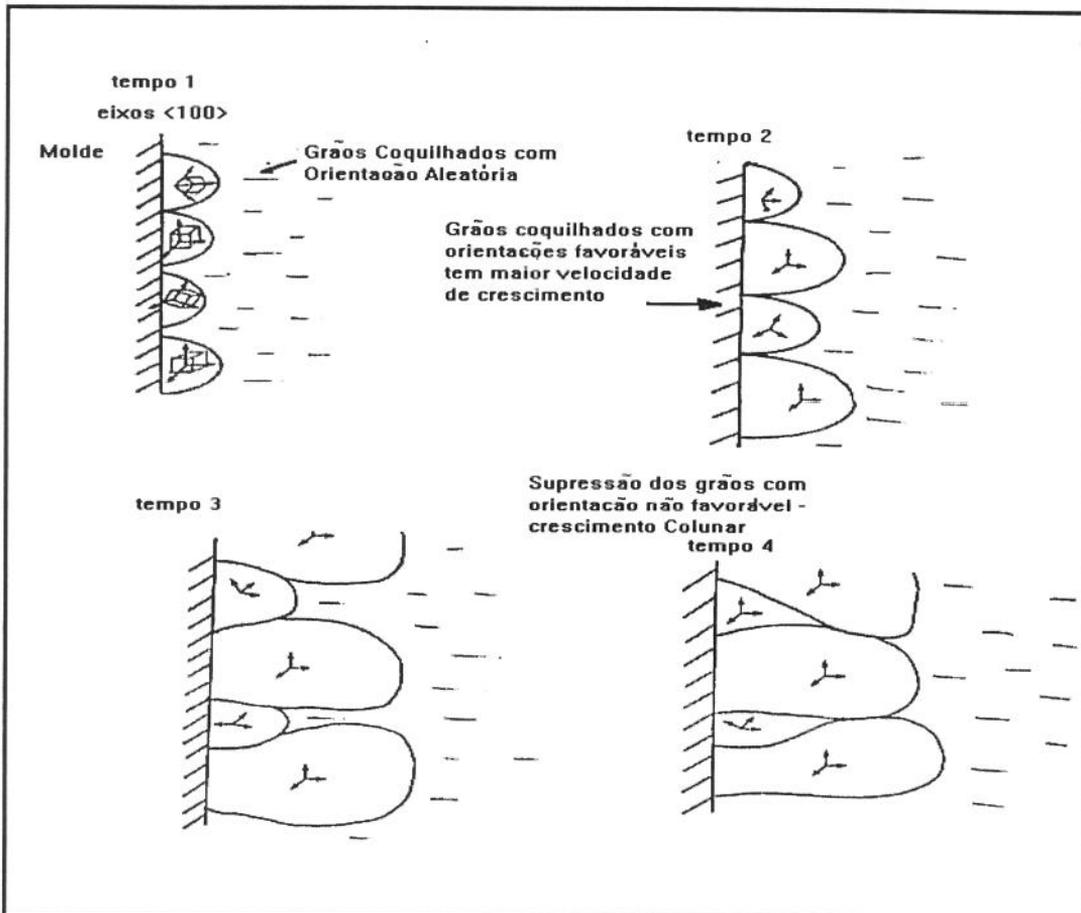


FIGURA 2.3) Esquema representativo da formação e crescimento da zona colunar a partir do crescimento seletivo de grãos coquilhados, para um sistema cúbico de face centrada, segundo Walton e Chalmers⁶.

No início da solidificação o crescimento dos cristais ocorre lateralmente, devido a maior extração de calor junto à lingoteira. A partir deste ponto, uma vez formada uma primeira camada sólida, os núcleos que possuírem direção cristalográfica preferencial de crescimento o mais paralelo possível com relação ao fluxo de extração de calor, crescerão com maior velocidade: este

crescimento seletivo resulta em um menor número de cristais, com o consequente aumento de suas dimensões, e uma forte orientação cristalográfica, resultando na zona colunar.

Biloni e Chalmers^{8,9} observaram a possibilidade da ocorrência de grãos equiaxiais no interior da zona colunar; atribuem a sua origem à decantação de sólido formado na superfície livre do líquido.

A zona colunar para de crescer quando esbarra na zona de grãos equiaxiais que se forma à frente da superfície sólido/líquido. A espessura da zona colunar dependerá, portanto, das condições de formação da zona equiaxial central.

2.1.3 - Zona equiaxial central

A zona equiaxial central é caracterizada por apresentar grãos de geometria equiaxial, com direções cristalográficas aleatórias. Estes grãos podem ser formados pela nucleação direta do líquido à frente da zona colunar em crescimento; a partir da ruptura de grãos da zona colunar ou ainda por crescimento dos cristais originados em outras regiões do líquido e arrastados para o centro do lingote, onde sobrevivem.

Os principais mecanismos de formação da zona equiaxial central propostos na literatura podem ser citados:

a) Mecanismo de Winegard e Chalmers¹⁰ - este mecanismo correlaciona a existência da zona equiaxial ao teor de soluto existente no material. Segundo os autores, os grãos equiaxiais são nucleados diretamente no líquido à frente da superfície sólido colunar/líquido, pois a rejeição de soluto possibilita a existência, nesta região, de super-resfriamento constitucional suficiente para a nucleação heterogênea. A nova nucleação ocorre sobre substratos até então inoperantes, ou no caso de altos teores de soluto aliados à baixa difusão do soluto no líquido e à existência de gradientes térmicos, por nucleação homogênea, segundo os autores. O mecanismo é esquematizado na FIGURA 2.4.

b) Mecanismo de Chalmers e Biloni^{11,12} - segundo os autores, os núcleos inicialmente formados junto às paredes do molde e áreas adjacentes, crescem rapidamente devido à condução de

calor da parede do molde em contato direto, possibilitando a rejeição de soluto, já nos primeiros instantes da solidificação. Forma-se uma região super-resfriada constitucionalmente, que possibilita a sobrevivência dos núcleos formados neste coquilhamento inicial. Com o crescimento subsequente do sólido em contato com a parede do molde, a frente de solidificação "empurra" os grãos coquilhados para o centro do lingote, até que estes grãos possam tamanho suficiente para barrar o crescimento da zona colunar. Este mecanismo é conhecido como "Big-Bang".

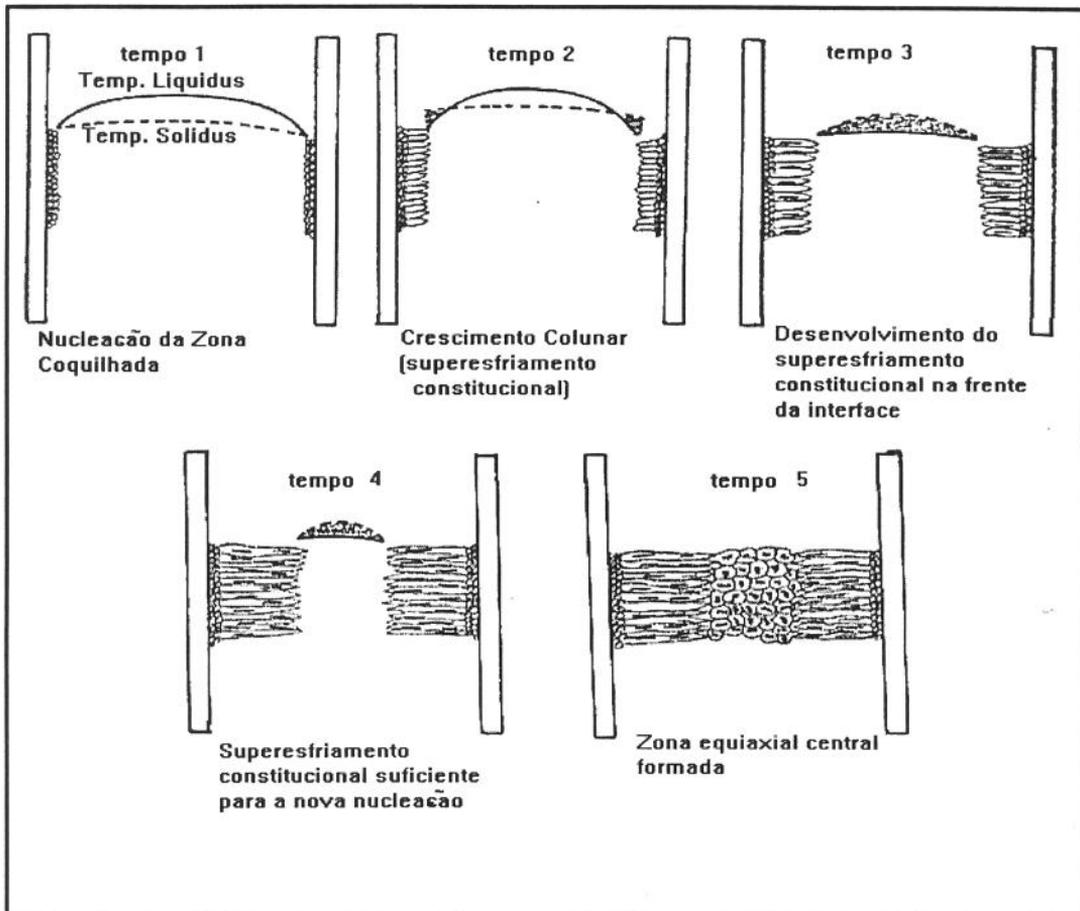


FIGURA 2.4) Provável seqüência durante a solidificação de um lingote. Adaptado de Winegard e Chalmers¹⁰.

c) **Mecanismo de Jackson et alii**¹³ - estes autores demonstram, estudando a solidificação de compostos orgânicos, que além dos mecanismos apresentados anteriormente, os grãos equiaxiais ainda podem surgir a partir de quebra ou refusão da base dos ramos dendríticos secundários, da estrutura já formada. Os ramos secundários liberados da zona colunar, são

"empurrados" para a frente, pelo avanço da interface sólido/líquido. Este mecanismo é conhecido como multiplicação cristalina.

A refusão da base dos braços secundários é devida ao fato que o crescimento origina microsegregação local e como conseqüência, afinamento da base do ramo dendrítico, segundo mecanismo explicado anteriormente. O ramo dendrítico afinado em sua base pode facilmente, por ação mecânica ou térmica de fluxos de líquido submetidos a gradientes térmicos, (condição natural no interior do líquido) ser liberado por fusão de sua base.

d) Mecanismo de de Southin¹⁴ - o autor propõe que os grãos equiaxiais são originados a partir da precipitação de dendritas ou partes destas, oriundos da superfície livre do líquido, onde grãos podem ser formados por nucleação de baixa frequência, dado o baixo grau de super-resfriamento desta região. Estas partículas sólidas decantam em direção ao interior do líquido, crescendo na frente da zona colunar. Este mecanismo é conhecido como "showering" ou chuveiro. A nucleação na superfície do líquido dá origem a uma quarta zona estrutural, formada de grãos colunares de grandes dimensões, possuindo estrutura dendrítica grosseira, que acompanha a morfologia do rechupe existente num lingote fundido.

Southin propõe que a quebra de ramos dendríticos desta quarta zona pode acontecer devido à pequenas vibrações, ruptura devido ao próprio peso da camada, ou ainda do efeito de contração de solidificação. Partículas decantadas crescem na frente da zona colunar, de maneira não direcional, pois estão livres flutuando à frente da zona colunar, originando a zona equiaxial central

e) Mecanismo de separação de Ohno^{1,3,15} - os grãos equiaxiais centrais são formados pelo crescimento de grãos coquilhados, junto às paredes do molde, separados e levados para o interior do líquido. Os grãos coquilhados são retirados das paredes do molde conforme mecanismo da separação, explicado anteriormente. O crescimento de cristais em contato com as paredes do molde permite a sobrevivência de grãos livres na frente da zona colunar em crescimento (por propiciar suficiente super-resfriamento constitucional nesta região).

Estes grãos coquilhados sobreviventes crescem livremente na frente da zona colunar, constituindo a zona equiaxial central.

f) Mecanismo de nucleação extensiva¹ - uma grande quantidade de grãos são formados quando eficientes substratos para a nucleação heterogênea são adicionados ao líquido. Estes

substratos são conhecidos como nucleantes; promovem nucleação extensiva em todo o volume do líquido resultando em estruturas totalmente equiaxiais, de grãos de pequenas dimensões¹⁶.

f) Mecanismo de Lane¹⁷ - o autor descreve outra possibilidade de mecanismo de formação de zona equiaxial: turbulências originadas por ondas de alta frequência podem provocar diferenças bruscas de pressão local no interior do líquido (cavitação). A queda de pressão diminui a energia necessária à nucleação, incentivando o surgimento de núcleos extensivamente no líquido e, portanto, a formação da zona equiaxial. Estas ondas são conseguidas com a utilização de ultrassom. Estes mecanismos são pouco conhecidos e de ocorrência rara.

2.2 - Controle de estruturas fundidas

Através do controle do processo de solidificação é possível controlar a estrutura obtida, tornando maior a predominância da zona equiaxial, da zona colunar ou da zona coquilhada, dependendo do escopo de propriedades mecânicas que se deseja^{16,18,19,20}. É possível ainda controlar o diâmetro dos grãos destas zonas¹.

Uma estrutura equiaxial apresenta um melhor desempenho mecânico global dada a isotropia da estrutura e, como consequência, das suas propriedades mecânicas. A formação desta estrutura depende da ativação e da eficiência dos mecanismos que a formam, os quais são passíveis de controle através do uso de diferentes técnicas que permitem a sua manipulação.

A maioria dos métodos de promoção de estruturas essencialmente equiaxiais é baseada no estímulo à nucleação direta a partir do líquido, e/ou à multiplicação do sólido formado. Estes estímulos podem ser fornecidos de diferentes maneiras.

a) pelo controle da taxa de resfriamento do líquido - o controle da transferência de calor metal/molde, da temperatura de vazamento e temperatura do molde permitem o controle da formação da zona coquilhada. A formação da zona equiaxial, por sua vez, pode em grande parte depender da existência de grãos coquilhados, como visto anteriormente. Assim, o estímulo à zona coquilhada significa o estímulo à zona equiaxial.

Quanto maior a condutibilidade térmica do molde, maior o efeito de nucleação em sua parede facilitando a formação da zona coquilhada, segundo Henzel², ou seja, a utilização de lingoteiras metálicas favorecem o aparecimento da zona coquilhada. Grãos coquilhados darão origem à zona equiaxial central, pois podem ser arrancados da parede do molde e levados ao interior do líquido, dando formação à zona equiaxial, como explicado anteriormente.

Quanto maior a diferença de temperatura metal/molde, maior será o efeito de coquilhamento e, por consequência, maior a zona equiaxial central.

Quanto menor o superaquecimento do líquido no vazamento, menor a quantidade de calor que deverá ser retirada do sistema para promover a solidificação, facilitando também o fenômeno do coquilhamento, assim como a sobrevivência dos grãos retirados da superfície que nuclearão a zona equiaxial central³.

Pode-se dizer, portanto, que a utilização de lingoteiras metálicas mantidas a baixa temperatura, e o vazamento do metal com pouco superaquecimento implicam em extensa formação da zona coquilhada e consequente extensa formação da zona equiaxial central, podendo viabilizar a obtenção de grãos equiaxiais em todo o volume do fundido. A utilização da mesma lingoteira, porém aquecida, aliada a um alto superaquecimento do metal a ser vazado pode implicar em um maior tamanho de grão para o mesmo fundido.

b) alteração da composição do líquido - (influência dos solutos e substratos para a nucleação). O efeito da presença de solutos no metal líquido, na formação da zona equiaxial é facilmente entendido à luz dos mecanismos de multiplicação cristalina e de separação. Solutos que apresentam reduzida difusibilidade no líquido são mais eficientes na promoção do empescoamento de bases dos ramos dendríticos e de cristais coquilhados e, portanto, na promoção de zona equiaxial.

Diagramas de fase podem ser bastante úteis na previsão do efeito dos elementos de liga em solução no líquido, na promoção de zona equiaxial: coeficientes de partição distintos de um são indicativos de ampla zona pastosa e de alta possibilidade da presença de fenômenos de separação e multiplicação cristalina^{1,3}.

A adição de determinados elementos químicos pode gerar no interior do líquido compostos que atuam como substratos de nucleação. A presença massiva de substratos ativos significa a formação de zona equiaxial em todo o volume do fundido. É amplamente conhecida a eficiência de substratos $TiAl_3$, TiC , TiB_2 ^{21,22}, $NbAl_3$ ^{16,23} na promoção de extensiva zona equiaxial em ligas de

alumínio. Estes substratos podem ser adicionados às ligas na forma de sais dissociáveis ou anteligas em produtos comerciais conhecidos como refinadores de grãos.

c) efeito de agitação mecânica, magnética e/ou eletromagnética do líquido em solidificação - a agitação contínua do meio em solidificação, quer seja ela de origem mecânica, magnética ou eletromagnética, propicia a quebra dos braços dendríticos em crescimento, impedindo a formação da zona colunar, arrastando estes braços para o centro da massa líquida, onde devido a menor temperatura, podem sobreviver e dar origem à zona equiaxial.

A literatura apresenta inúmeros resultados comprovando a eficiência da agitação mecânica^{12,13}, magnética ou eletromagnética²⁰ na formação da zona equiaxial.

3 - Procedimento experimental

3.1 - Obtenção de fundidos com estrutura controlada

A liga Al-4,5wt%Cu produzida foi refundida em condições controladas para a obtenção de estruturas totalmente equiaxiais, com diferentes tamanhos de grãos. O controle da estrutura através da alteração da composição química da liga, pelo uso de substratos para a nucleação, implica em alterações químicas do produto final e portanto, no presente caso, não será aplicado. O controle através de campos eletromagnéticos ou mecânicos implica no uso de equipamentos não disponíveis, e portanto, também não será utilizado.

A técnica aqui empregada é a do controle da microestrutura através do controle da taxa de extração de calor, variando-se a temperatura do molde e a temperatura de vazamento do líquido.

A liga Al-4,5wt%Cu produzida foi fundida em forno poço, em lotes de 2,1Kg, num cadinho de carboneto de silício tipo Salamander, à temperaturas de 973K (700°C) e 1023K (750°C), e desgaseificada com nitrogênio super-seco por 20 minutos sob uma vazão de 4 l/min, segundo procedimento já descrito.

O material foi vazado em lingoteira de aço carbono ABNT 1020, de geometria na forma de placa de dimensões 100 x 500 x 25 mm. A lingoteira foi previamente revestida com pintura de óxido de alumínio. A FIGURA 2.5 ilustra a lingoteira utilizada, e a FIGURA 2.6 apresenta a fotografia da lingoteira pronta para o uso, os termopares utilizados, o indicador de temperatura, bem como a matéria prima original em “waffles” e a placa fundida obtida, aqui chamado de “lingote”.

Foram utilizadas duas temperaturas de vazamento: 973K (700°C) e 1023K (750°C), em lingoteira à temperatura ambiente e aquecida a 473K (200°C). Foram assim produzidos lingotes fundidos em quatro diferentes condições de resfriamento. Estas condições estão apresentadas na TABELA 2.1.

TABELA 2.1) Condições de obtenção dos lingotes fundidos.

Condição	Temperatura de Vazamento	Temperatura do Molde
1	973K (700°C)	295K (22°C)
2	973K (700°C)	473K (200°C)
3	1023K (750°C)	295K (22°C)
4	1023K (750°C)	473K (200°C)

As medidas de temperatura foram feitas antes da operação de desgaseificação, após 10 min de seu início, e ao final da desgaseificação, para um melhor controle. Após a limpeza da escória sobrenadante ao banho, a temperatura foi novamente recheada, e em seguida procedeu-se o vazamento.

Todas as medidas de verificação da temperatura foram executadas com termopar Cromel-Alumel com 700 mm de haste de 3 mm de diâmetro encapsulado em inconel 718, pintado com grafite, cuja faixa de leitura varia de 273K (0°C) a 1473K (1200°C), com erro de 0,1% da faixa de leitura, ou seja, $\pm 1,2\text{K}$ (ou $\pm 1,2^\circ\text{C}$), em conjunto a um indicador digital de temperatura IDT 800 da Robertshaw, cuja faixa de erro na leitura chega à 0,1% ou 1,2K ($\pm 1,2^\circ\text{C}$). O indicador de temperatura foi usado de maneira independente ao controle de temperatura do forno poço, onde foi usado um controlador Pyromatic 1 tipo liga/desliga, cuja faixa de erro está na casa de 0,5% ou seja $\pm 7\text{K}$ (ou $\pm 6^\circ\text{C}$), acoplado a termopar Cromel-Alumel.

A temperatura da lingoteira foi obtida com o mesmo tipo de termopar, e seu aquecimento foi feito em forno mufla BRASIMET, com controle de temperatura Pyromatic 1 tipo liga/desliga, cuja faixa de erro esta na casa de 0,5% ou seja $\pm 7K$ (ou $\pm 6^{\circ}C$).

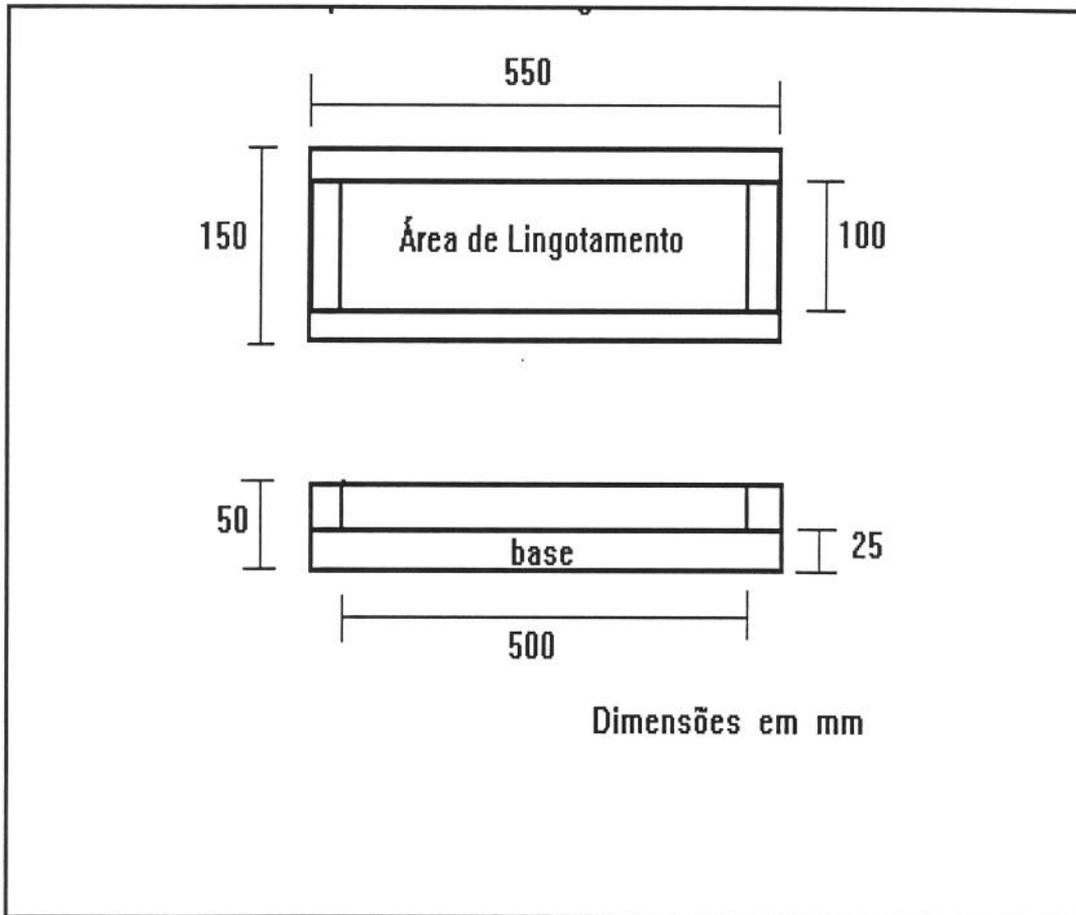


FIGURA 2.5) Esquema geral da lingoteira metálica utilizada. Vista de topo e vista lateral. Dimensões em mm.

Desta maneira foram produzidos lingotes com diferentes tamanhos de dendritas e de grãos alterando-se a temperatura de vazamento e a temperatura da lingoteira metálica. Foi mantido constante o tempo de preenchimento do molde (cerca de 25 segundos), e a massa de alumínio lingotada (cerca de 2,1Kg), o que rendeu uma espessura de $15 \pm 3mm$.

Foram produzidos dez lingotes em cada condição, os quais foram divididos em cinco lotes, sendo o primeiro lote utilizado para a confecção de corpos de prova de tração no estado como fundido; o segundo lote utilizado para tratamentos térmicos de globularização (reofundição a partir

de estruturas dendríticas); o terceiro lote utilizado para tratamentos termo-mecânicos de globularização (refundição a partir de estruturas deformadas); o quarto lote foi solubilizado e envelhecido por precipitação e o quinto e último lote, foi tratado termo-mecanicamente por laminação, globularizado, e sofreu tratamento de solubilização e precipitação por envelhecimento. Para todas estas condições foi realizada a caracterização metalográfica e foram confeccionados corpos de prova para ensaio de tração.

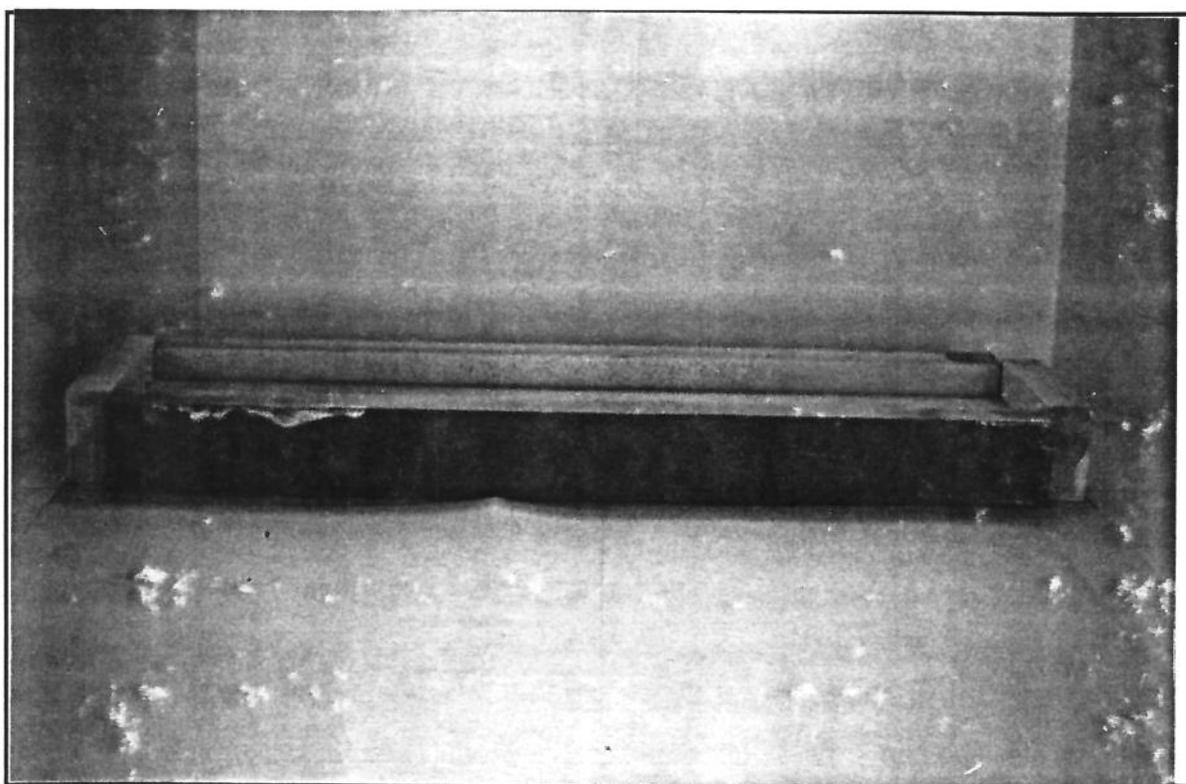


FIGURA 2.6) Fotografia mostrando a lingoteira utilizada, o conjunto termopar-indicador de temperatura, a matéria prima e o lingote fundido.

3.2- Caracterização macro e microestrutural

Os lingotes obtidos para as 4 condições descritas acima foram examinados por metalografia ótica e eletrônica, quantitativa e qualitativamente, para se caracterizar as macro e microestruturas.

A macroestrutura de fundição foi obtida fazendo-se um corte transversal, à uma distância de 20mm das extremidades do lingote. Esta face foi lixada até grana 600 Mesh e atacada

quimicamente, com o reativo 10g de NaOH em 90cm³ de água destilada, aquecido à 80°C, por um tempo de 15 segundos. Este ataque é um ataque severo, e forma uma camada de óxido de coloração negra que deve ser retirada com neutralização por ácido. Para tanto faz-se uma lavagem da amostra em 100cm³ de solução ácida (50cm³ de ácido clorídrico diluído em 50 cm³ de água destilada), obtendo-se assim uma macroestrutura clara e bem definida que pode ser observada a olho nú. As amostras foram fotografadas com auxílio de uma lente especial para macrofotografias em equipamento metalográfico Neophot 55, possibilitando uma ampliação de 2,5 vezes o tamanho real. Este procedimento teve por objetivo melhorar ainda mais a definição da imagem.

Com a amostra atacada procedeu-se a análise do tamanho médio de grãos, por metalografia ótica quantitativa, através do método das intersecções, já citado no item 3 do capítulo anterior. Foram executadas as caracterizações para todas as amostras obtidas, sendo que a contagem foi repetida dez vezes, ao longo de 5cm centrais da amostra, ou seja, para cada condição de vazamento descrita, executou-se dez medidas, totalizando 40 contagens.

A análise micrográfica foi executada com as mesmas amostras porém após o lixamento até 600 mesh as amostras foram polidas eletroquimicamente através do eletrólito II (800cm³ de etanol P.A., 140 cm³ de água destilada e 60cm³ de ácido perclórico P.A.), sob voltagem de 8,5 volts, corrente de 1A e tempo de 15 segundos. Este ataque/polimento eletroquímico foi executado em ambiente refrigerado a 5°C pois a elevada quantidade de calor gerada no processo poderia incandescer o etanol. A caracterização do espaçamento interdendrítico assim como a presença e distribuição da fase CuAl₂ foi executada em um microscópio ótico Neophot 55, sob luz de mercúrio a baixos aumentos. As amostras foram ainda fotografadas com auxílio deste equipamento com baixo aumento (de 10 até 32X) e para grande amplitude (de 100 até 200X).

Os fundidos obtidos foram ainda analisados quanto à microsegregação e presença de microconstituintes diferentes do CuAl₂. Para tanto foram lixadas até lixa de grana 600mesh, polidas com pasta de diamante até 0,25µm para a análise metalográfica por microscopia eletrônica de varredura. As amostras foram fotografadas por emissão de elétrons secundários e por raio-x para a banda referente a banda K - α, para o cobre.

Com o auxílio de microsonda eletrônica ainda foi levantado o perfil de cobre na estrutura bruta de fusão, para as quatro condições obtidas, com o objetivo de se estabelecer a distribuição do cobre no alumínio. Este perfil foi realizado através da seleção de três áreas por amostra, onde a análise química pôde ser realizada em uma linha de medidas, ponto a ponto a distância de 10µm aproximadamente, perfazendo 14 a 15 pontos por linha de análise, em três regiões por amostra nas quatro condições, totalizando cerca de 180 análises por microsonda eletrônica, para cada uma das

cinco condições microestruturais colocadas neste trabalho. O total de análises para todas as condições chegou a 900, selecionando-se os picos de alumínio e cobre.

Tomou-se apenas os picos de alumínio e cobre, pois os outros elementos estão presentes de maneira residual na composição química da liga, como demonstrado anteriormente. A análise por microsonda baseou-se na emissão de raio-X das bandas K - α do alumínio e do cobre, para uma média de contagens de 3000 contagens por segundo, por um tempo de emissão de 30 segundos, sob corrente de filamento de 150 μ A com abertura de janela de 100 μ m, sob tensão de 25Kv.

Toda a caracterização por metalografia eletrônica foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura tipo STEREOSCAN S-8 marca Cambridge, acoplado à uma microsonda eletrônica.

4 - Resultados e discussões

4.1 - Fundidos obtidos

Os fundidos produzidos (dez para cada uma das quatro condições de vazamento/temperatura do molde) apresentaram pequena variação no peso ($2,03 \pm 0,03$ Kg) e dimensões finais de 100 X 500 X 15 ± 3 mm.

A camada de óxido superficial apresentada em todos os lingotes foi retirada por usinagem quando do preparo dos corpos de prova para os ensaios de tração, ou do preparo para a obtenção das placas reofundidas. A caracterização macro e microestrutural é apresentada à seguir.

4.2 - Caracterização macroestrutural

A FIGURA 2.7 apresenta as macrografias obtidas para os lingotes produzidos por fundição nas quatro condições descritas pela TABELA 2.1. Nota-se claramente uma mudança do tamanho de grão para estas quatro condições. Esta variação se deve as diferentes características de extração de calor impostas durante o processo de solidificação.

Podem ser observadas estruturas essencialmente equiaxiais em todos os casos, com as dimensões dos grãos aumentando com o aumento da temperatura de vazamento e da temperatura do molde. Os valores medidos dos tamanhos de grãos em função das condições de vazamento são apresentados na TABELA 2.2.

TABELA 2.2) Tamanho de grão dos lingotes fundidos em função das condições de vazamento.

Condição*	Tamanho de grão (μm)
$(T_v = 973\text{K}, T_m = 295\text{K})$	39 ± 5
$(T_v = 973\text{K}, T_m = 475\text{K})$	69 ± 7
$(T_v = 1023\text{K}, T_m = 295\text{K})$	95 ± 10
$(T_v = 1023\text{K}, T_m = 475\text{K})$	125 ± 15

* - T_v é a temperatura de vazamento do líquido e T_m a temperatura do molde.

Pode ser constatada uma variação significativa de tamanhos de grãos nas diferentes condições de vazamentos, sendo o diâmetro mínimo obtido de $39 \pm 5\mu\text{m}$, o que significa um eficiente efeito de refino para a condição de reduzido superaquecimento do líquido no vazamento e molde à temperatura ambiente, e o diâmetro máximo de $125 \pm 15\mu\text{m}$, para a condição de vazamento em molde aquecido e líquido com alto superaquecimento.

Esta variação de diâmetros de grãos, da ordem de 220%, pode ser considerada significativa de modo que uma variedade também significativa de tamanhos de glóbulos nas estruturas reofundidas a serem obtidas nas operações subseqüentes deste trabalho pode ser esperada.

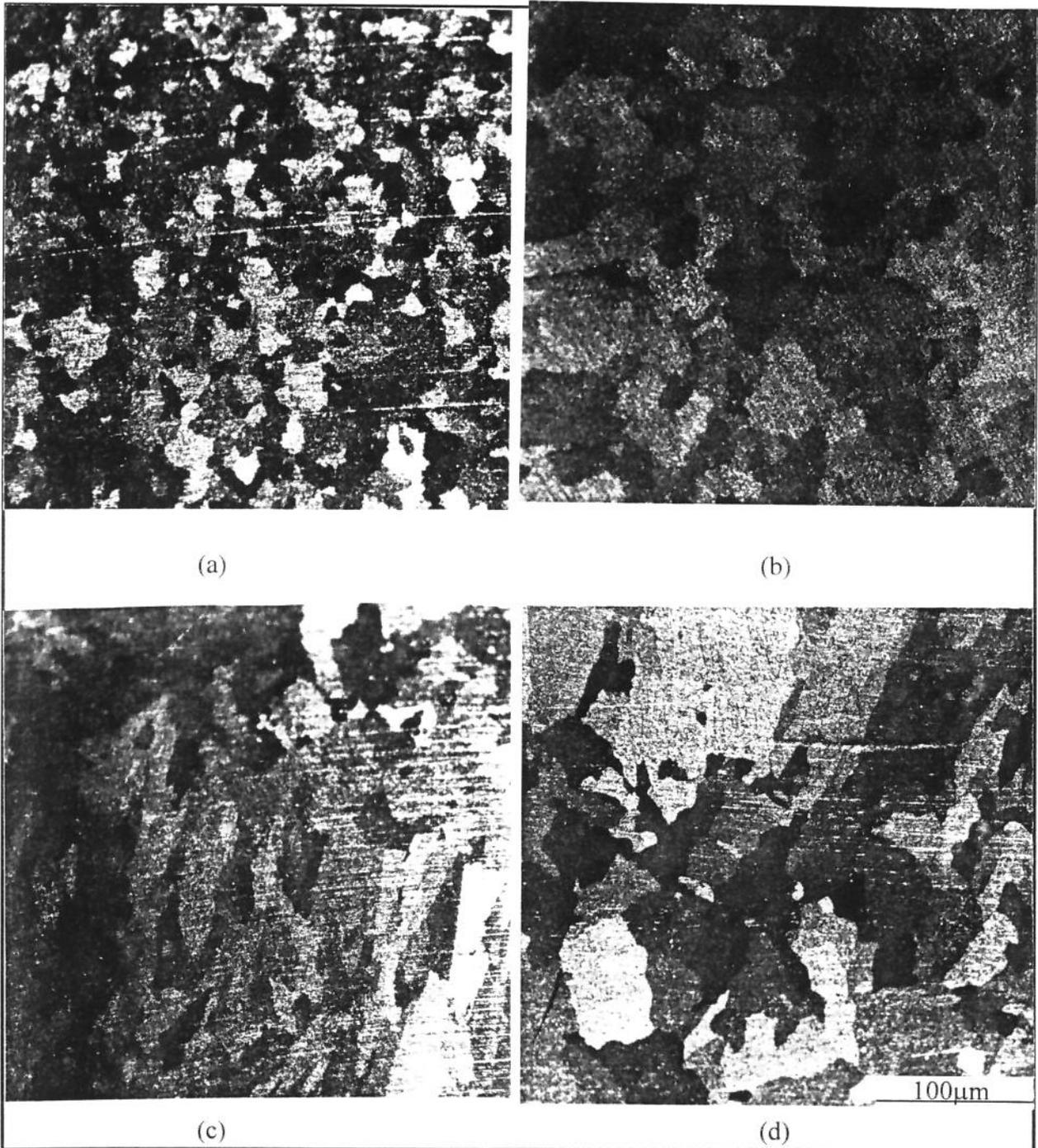


FIGURA 2.7) Macrografias obtidas para a liga Al-4.5wt%Cu, vazada em diferentes condições: a) 973K em lingoteira a 295K; b) 973K em lingoteira a 475K; c) 1023K em lingoteira a 295K e d) 1023K em lingoteira a 475K.

A TABELA 2.2 indica uma variação no valor médio do diâmetro de grãos para um determinado lingote fundido da ordem de 10 a 13% em torno do valor médio medido, isto é, por exemplo, $\pm 5 \mu\text{m}$ para um valor médio de diâmetro de grão de $39 \mu\text{m}$ ou $\pm 15 \mu\text{m}$ para um valor

médio de 125 μm . Estes dados indicam boa homogeneidade estrutural em todas as condições de fundição utilizada.

As estruturas essencialmente equiaxiais obtidas em todos os casos se devem ao estímulo à nucleação extensiva e à redução do tempo de solidificação, promovidos pelo uso de molde metálico e da reduzida espessura da placa fundida. Intenso coquilhamento foi incentivado na condição de reduzida temperatura de vazamento e molde à temperatura ambiente, resultando em estrutura equiaxial bastante refinada.

A estrutura variou desta condição de mínimo para máximo tamanho de grão (e mesmo em casos isolados uma certa tendência a crescimento direcional) à medida que foi reduzida a taxa de extração de calor, isto é, à medida que nucleação extensiva por coquilhamento foi desestimulada (condição de maior temperatura do molde e de vazamento).

Assim, pela manipulação da taxa de extração de calor durante a solidificação, foi possível a obtenção de estruturas equiaxiais com quatro condições perfeitamente distintas de dimensões de grãos, conforme desejado.

4.3 - Caracterização microestrutural

As microestruturas típicas dos lingotes produzidos para as várias condições de fundição são apresentadas nas fotomicrografias da FIGURA 2.8. Pode ser observado que a variação do espaçamento interdendrítico, para as diferentes condições, é significativa. O aumento da taxa de extração de calor pela redução da temperatura de vazamento e da temperatura do molde promove a redução do espaçamento interdendrítico, produzindo estruturas mais refinadas macroscopicamente, como observado anteriormente, e, conseqüentemente também em termos microestruturais.

Os valores medidos dos espaçamentos interdendríticos são apresentados na TABELA 2.3, para as diferentes condições de fundição.

Da TABELA 2.3 pode-se observar que a variação máxima conseguida é de 84%, sendo 6,8 μm o valor do espaçamento mínimo obtido para o fundido em lingoteira metálica a 295K a partir de temperatura de vazamento de 973K; e o valor do espaçamento máximo de 12,5 μm , obtido para o fundido produzido em lingoteira aquecida a 475K para o metal vazado a 1023K. Estas variações

devem proporcionar propriedades mecânicas distinguíveis entre si e também originar estruturas reofundidas distintas.

TABELA 2.3) Espaçamento interdendrítico dos lingotes fundidos em função das condições de vazamento.

Condição*	Espaçamento Interdendrítico (μm)
($T_v = 973\text{K}$, $T_m = 295\text{K}$)	$6,8 \pm 1,3$
($T_v = 973\text{K}$, $T_m = 475\text{K}$)	$7,8 \pm 1,2$
($T_v = 1023\text{K}$, $T_m = 295\text{K}$)	$9,2 \pm 1,2$
($T_v = 1023\text{K}$, $T_m = 475\text{K}$)	$12,5 \pm 2,3$

* - T_v é a temperatura de vazamento do líquido e T_m a temperatura do molde.

As mesmas microestruturas são apresentadas com maior aumento na FIGURA 2.9, para uma melhor observação dos microconstituintes, sua morfologia e distribuição.

Pode ser observada como fase principal a fase de alumínio α , solução de alumínio e cobre em teores inferiores a 5,7wt%Cu, de morfologia dendrítica; apresentando coloração clara. Espaçamentos interdendríticos são ocupados pela fase secundária eutética, constituídas de lamelas alternadas de alumínio α e CuAl_2 claramente observadas.

Pode também ser observada uma região de coloração mais escura, contínua, nas bordas da fase primária α , indicando alto teor de cobre segregado durante a solidificação. Assim pode ser claramente observado o enriquecimento de cobre nos contornos interdendríticos, até a formação do eutético a partir de líquido com esta composição, durante a solidificação. Pode ainda ser observada nas microestruturas, a presença de pequenos pontos escuros no interior da fase dendrítica, provavelmente CuAl_2 formado por precipitação na fase sólida, durante o resfriamento. Não possível, no entanto, determinar com precisão a sua natureza, devido às suas reduzidas dimensões.

A quantidade de cobre em solução na fase α e, em decorrência, a quantidade de CuAl_2 em seus contornos dependem das condições de solidificação e resfriamento do sólido. Quanto maior a taxa de resfriamento menor a difusividade do cobre para a formação deste eutético, ficando mais cobre em solução no sólido e menos eutético nos contornos da fase primária. Quanto menor a taxa

de resfriamento tem-se o efeito inverso, ou seja, uma maior quantidade de eutético e menor teor de cobre em solução na fase primária α .

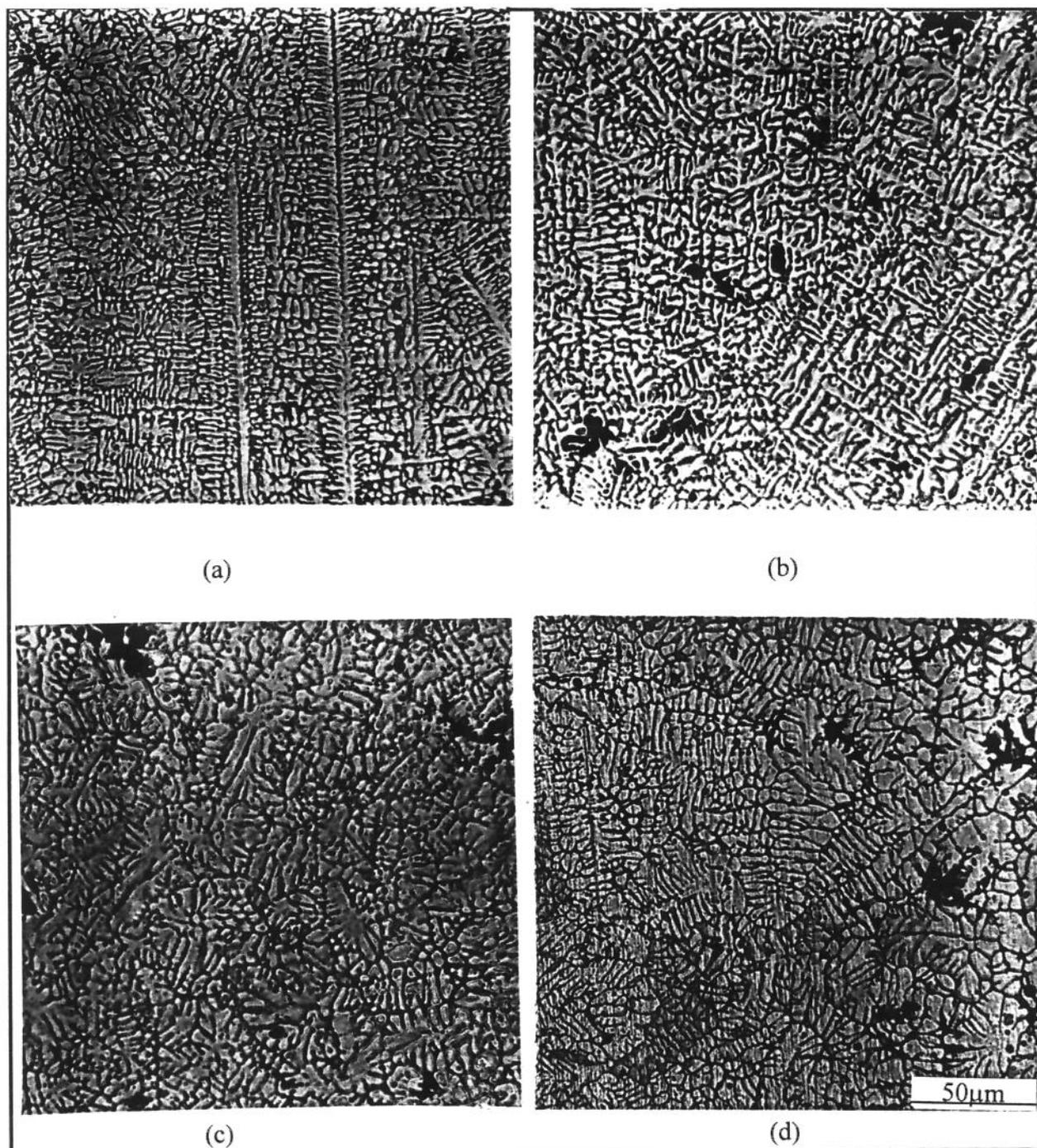


FIGURA 2.8) Micrografias obtidas para a liga Al-4,5wt%Cu, vazada em diferentes condições: a) 973K em lingoteira a 295K; b) 973K em lingoteira a 475K; c) 1023K em lingoteira a 295K e d) 1023K em lingoteira a 475K.

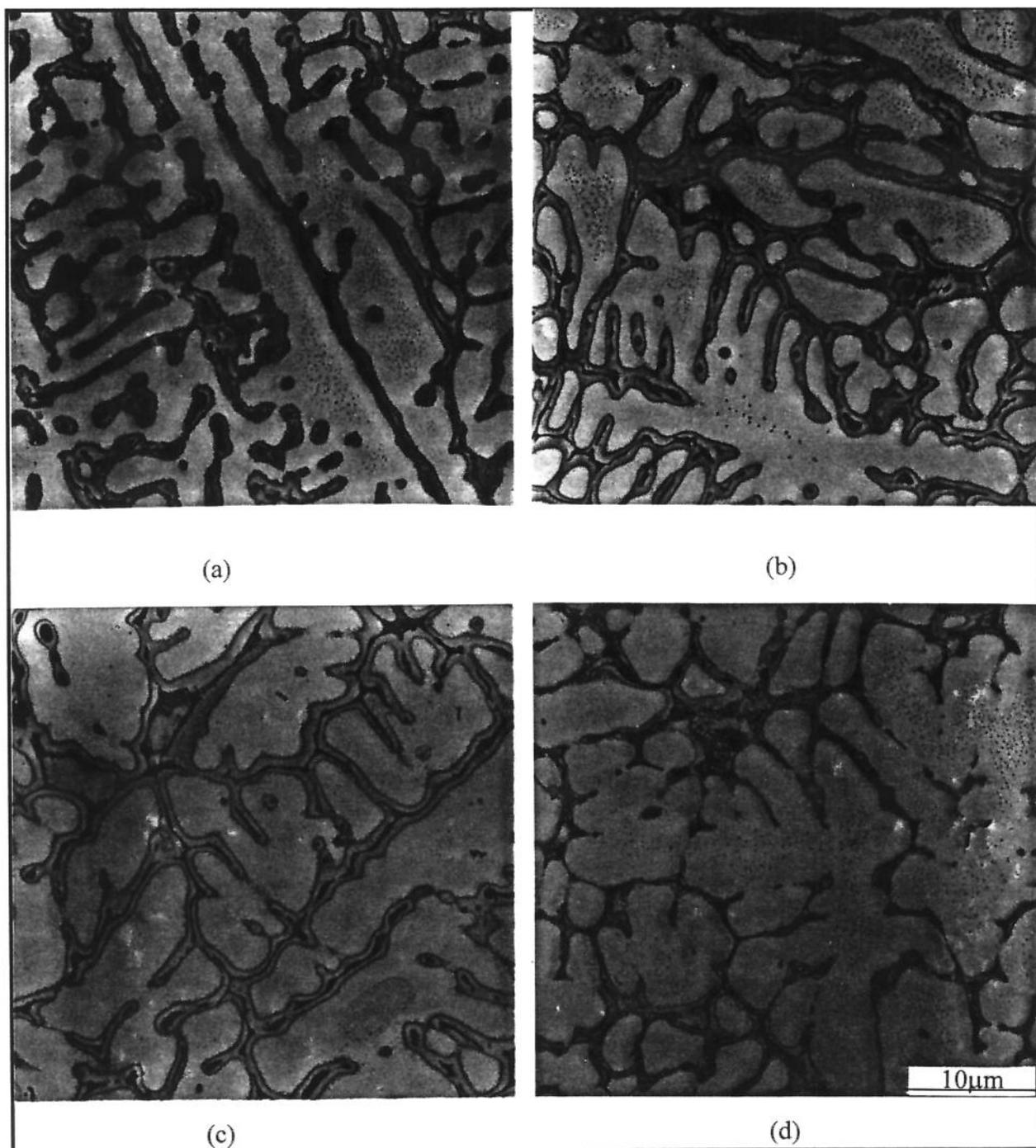


FIGURA 2.9) Micrografias obtidas para a liga Al-4,5wt%Cu, vazada em diferentes condições: a) 973K em lingoteira a 295K; b) 973K em lingoteira a 475K; c) 1023K em lingoteira a 295K e d) 1023K em lingoteira a 475K. Estruturas vistas sob maior aumento.

Nas microestruturas obtidas pode-se notar forte segregação de cobre em contornos, para todas as estruturas, sendo menos acentuada para a condição de menor taxa de resfriamento (situação d). Neste caso há maior formação de eutético em contornos. Em todos os casos, a

reduzida espessura do lingote produzido pode ser responsável pela rápida solidificação e a elevada segregação de cobre, produzindo os fortes contornos observados.

A avaliação da distribuição de cobre nas estruturas fundidas obtidas, é apresentada a seguir.

4.4 - Caracterização por metalografia eletrônica de varredura

Os lingotes fundidos tiveram ainda sua microestrutura analisada através de um microscópio eletrônico de varredura, para se verificar melhor a distribuição de cobre. A FIGURA 2.10 apresenta a imagen de elétrons secundários das amostras obtidas nas condições de fundição. A fase clara indica a presença de altos teores de cobre. Pode-se observar nas quatro condições morfologia tipicamente dendrítica, com espaçamento interdendrítico aumentando progressivamente de acordo com a redução severidade do resfriamento: quanto menor a taxa de resfriamento maior o espaçamento interdendrítico.

Podem ser observados vazios interdendríticos em algumas regiões, e ainda pequenas partículas de coloração escura no interior da fase α , não identificadas devidos às suas reduzidas dimensões, mas apresentando alto teor de Al_2O_3 .

As áreas escuras vistas na FIGURA 2.11 se devem a inexistência de cobre no local devido à um provável arraste da fase rica em $CuAl_2$ durante a operação de preparação metalográfica por polimento mecânico. Porém a morfologia da fase é facilmente reconhecida como dendrítica. Os pontos com coloração mais escura são provavelmente impurezas de mais baixo número atômico médio, como é o caso do Al_2O_3 , comum neste tipo de material.

A FIGURA 2.11 mostra as mesmas regiões apresentadas na FIGURA 2.10, porém vistas sob imagem de raios - X. As imagens da FIGURA 2.11 servem de auxílio para determinar o posicionamento do cobre na estrutura. Tem - se uma distribuição mais acentuada (preferencial) na região de contorno de braço interdendrítico, porém existe ainda um baixo teor de cobre dispersa na matriz de alumínio.

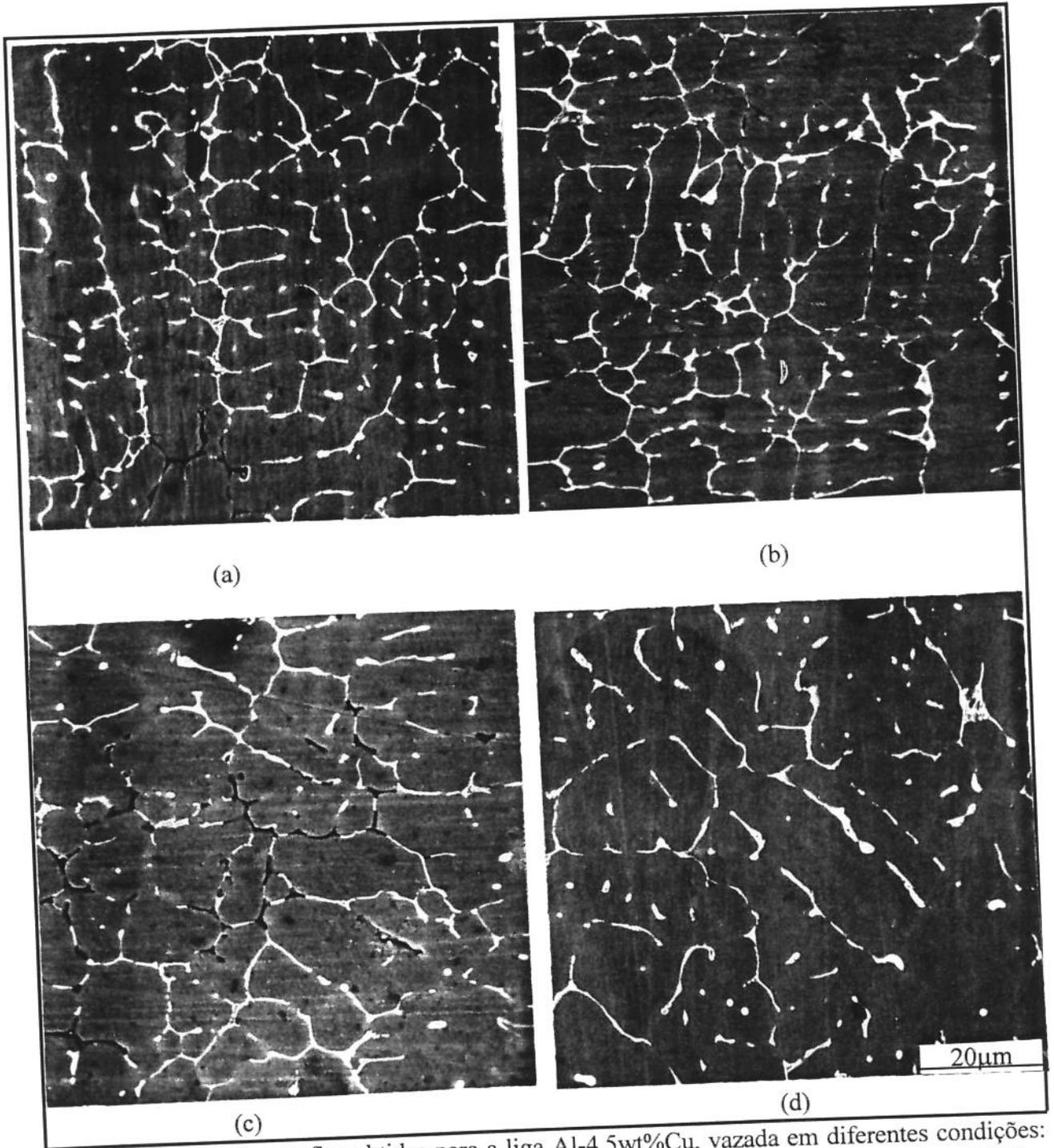


FIGURA 2.10) Micrografias obtidas para a liga Al-4,5wt%Cu, vazada em diferentes condições: a) 973K em lingoteira a 295K; b) 973K em lingoteira a 475K; c) 1023K em lingoteira a 295K e d) 1023K em lingoteira a 475K. Estruturas vistas sob imagem de elétrons secundários.

Tem-se que para este aumento existe uma grande dificuldade de se mostrar a real localização do cobre, pois além de existir em grande quantidade na matriz, como visto pelas

anteriores, e não só no contorno dos braços interdendríticos como CuAl_2 , existe ainda uma grande quantidade de ruído.

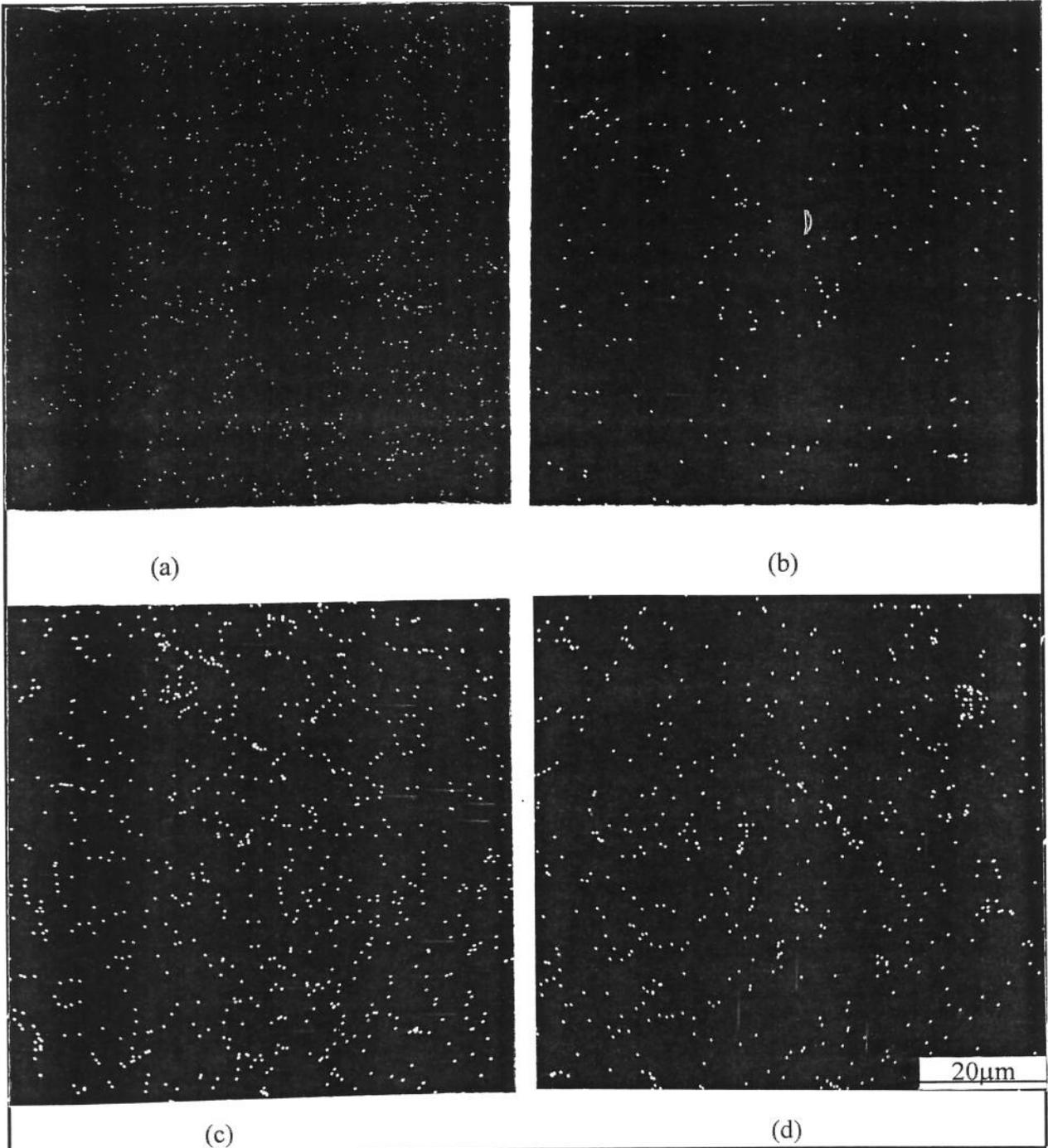


FIGURA 2.11) Micrografias obtidas para a liga Al-4,5wt%Cu, vazada em diferentes condições: a) 973K em lingoteira a 295K; b) 973K em lingoteira a 475K; c) 1023K em lingoteira a 295K e d) 1023K em lingoteira a 475K. Imagem de raios -X mostrando a mesma região da figura anterior.

Portanto a imagem de raios - X pode ser ainda confundida com ruído do equipamento, para se evitar este possível ruído e confirmar a existência de cobre nos braços interdendríticos procedeu-se uma análise com aumentos superiores, mostrados na FIGURA 2.12 (cerca de 500X) e imagem de raios - X correspondente na FIGURA 2.13.

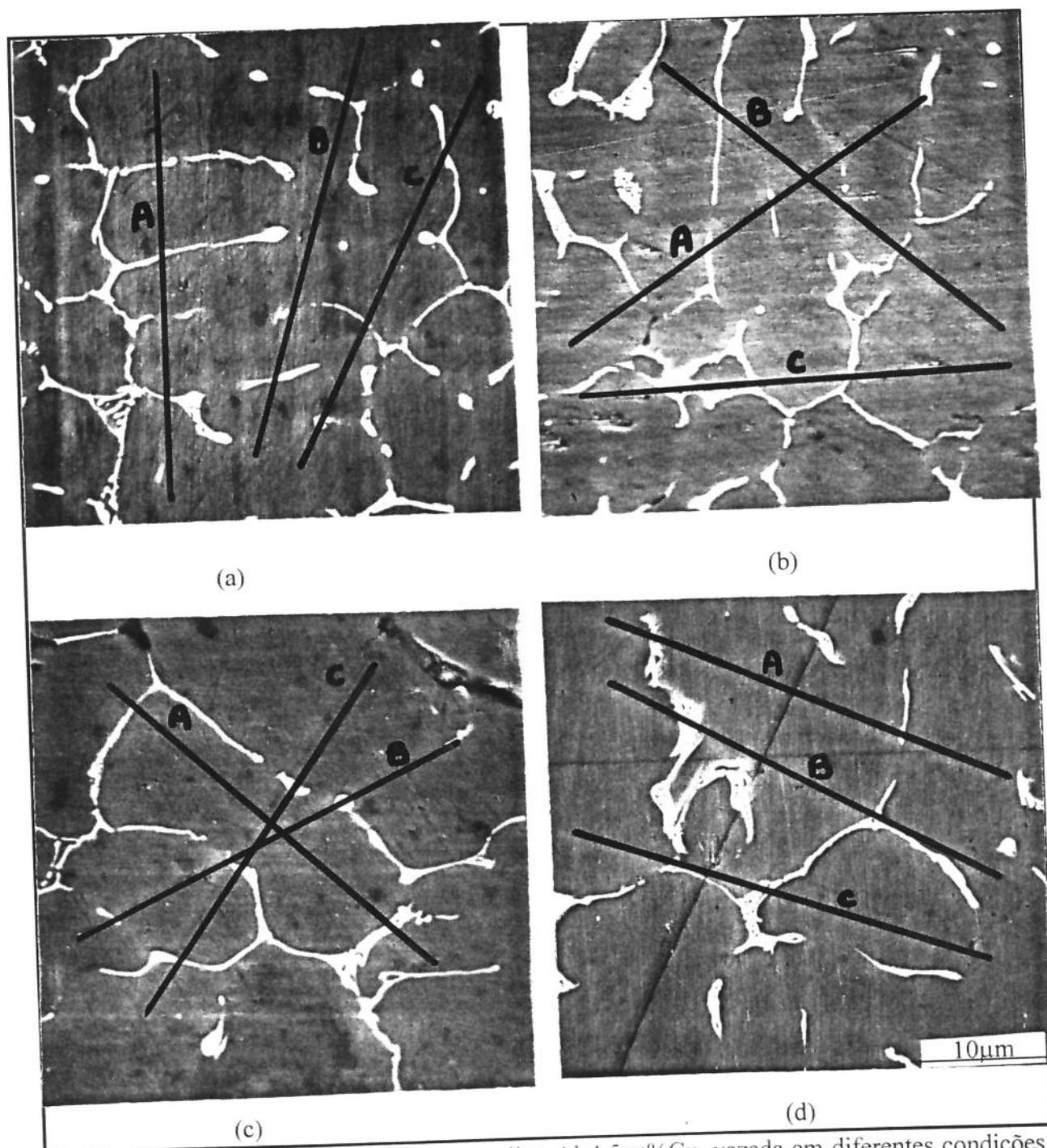


FIGURA 2.12) Micrografias obtidas para a liga Al-4,5wt%Cu, vazada em diferentes condições: a) 973K em lingoteira a 295K: b) 973K em lingoteira a 475K: c) 1023K em lingoteira a 295K e d) 1023K em lingoteira a 475K. Imagem de elétrons secundários, vista sob maior aumento.

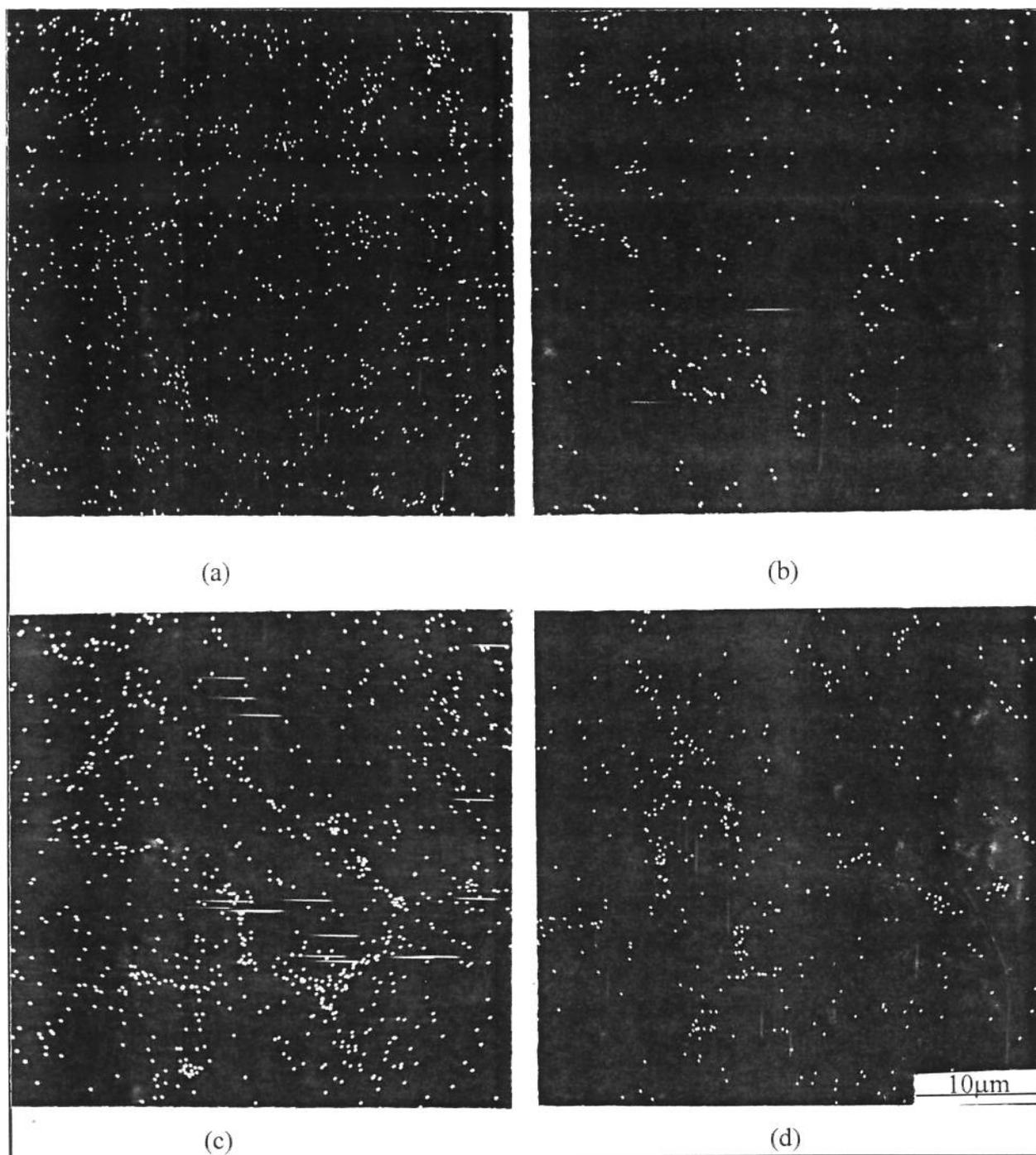


FIGURA 2.13) Micrografias obtidas para a liga Al-4,5wt%Cu, vazada em diferentes condições: a) 973K em lingoteira a 295K; b) 973K em lingoteira a 475K; c) 1023K em lingoteira a 295K e d) 1023K em lingoteira a 475K. Imagem de raios - X, mostrando a mesma região da figura anterior.

Quando se observa as imagens de raios - X geradas sob maior aumento pode-se notar que a localização da fase eutética, que envolve os braços interdendríticos só é nitidamente visível para as amostras submetidas a maiores taxas de resfriamento. No caso da condição de máxima taxa de

resfriamento (caso a), não é possível a identificação de contornos dendríticos, indicando a significativa presença de cobre por toda a matriz.

A partir das amostras vistas com maior aumento pôde-se executar a análise por microsonda, realizada a cada 10 μ m em cada uma das linhas de 140 μ m mostradas na FIGURA 2.12. A FIGURA 2.14 coloca os gráficos de teor de cobre em função da distância para estas três linhas de análise. Esta figura mostra, portanto, a distribuição da porcentagem de cobre para tres linhas distintas de análise. Os perfis de cobre apresentados são bastante semelhantes entre si, sendo típicos de estruturas dendríticas. Observam-se reduzidos teores de cobre no interior das dendritas e picos de cobre relativos ao eutético CuAl₂ em contornos.

Os gráficos apresentados pela FIGURA 2.14 apenas ilustram o teor obtido pelas três linhas de análise executadas para cada amostra. A análise foi precedida da fotografia da amostra, tentando-se evitar que a foto mostrasse a amostra oxidada ponto a ponto pela microsonda. Os pontos de pico nem sempre apresentam composição do eutético, pois a microsonda analisa um volume com raio de cerca de 1,5 μ m, que fatalmente pode estar incluindo a matriz de alumínio.

Foram obtidos valores de teor médio de cobre na matriz de cerca de 2,30wt%Cu para a condição a) de vazamento até teores médios de 1,65wt%Cu para a condição d), excetuando-se as medidas nos contornos, cuja composição chega ao valor do eutético (Al-33,2wt%Cu). Para as condições b) e c) tem-se respectivamente 2,05wt%Cu e 1,87wt%Cu. Estes valores não servem, no entanto, como valores absolutos, mas em conjunto com as imagens de cobre pode-se inferir que o aumento da taxa de resfriamento na solidificação leva à retenção de maior quantidade de cobre em solução na matriz de alumínio. A TABELA 2.4 coloca os valores obtidos do teor de cobre em solução na matriz da fase α primária.

TABELA 2.4) Teor de cobre em solução na fase α primária para os fundidos em função das condições de vazamento.

Condição*	Teor médio de cobre (wt%)
(T _v = 973K, T _m = 295K)	2,30 \pm 0,05
(T _v = 973K, T _m = 475K)	2,05 \pm 0,05
(T _v = 1023K, T _m = 295K)	1,87 \pm 0,05
(T _v = 1023K, T _m = 475K)	1,65 \pm 0,05

* - T_v é a temperatura de vazamento do líquido e T_m a temperatura do molde.

Este efeito deve-se ao menor tempo de solidificação, que origina um menor grau de rejeição de cobre na fase α de alumínio. Depreende-se então que quanto maior a taxa de resfriamento, menor o espaçamento interdendrítico e maior o teor de cobre em solução sólida.

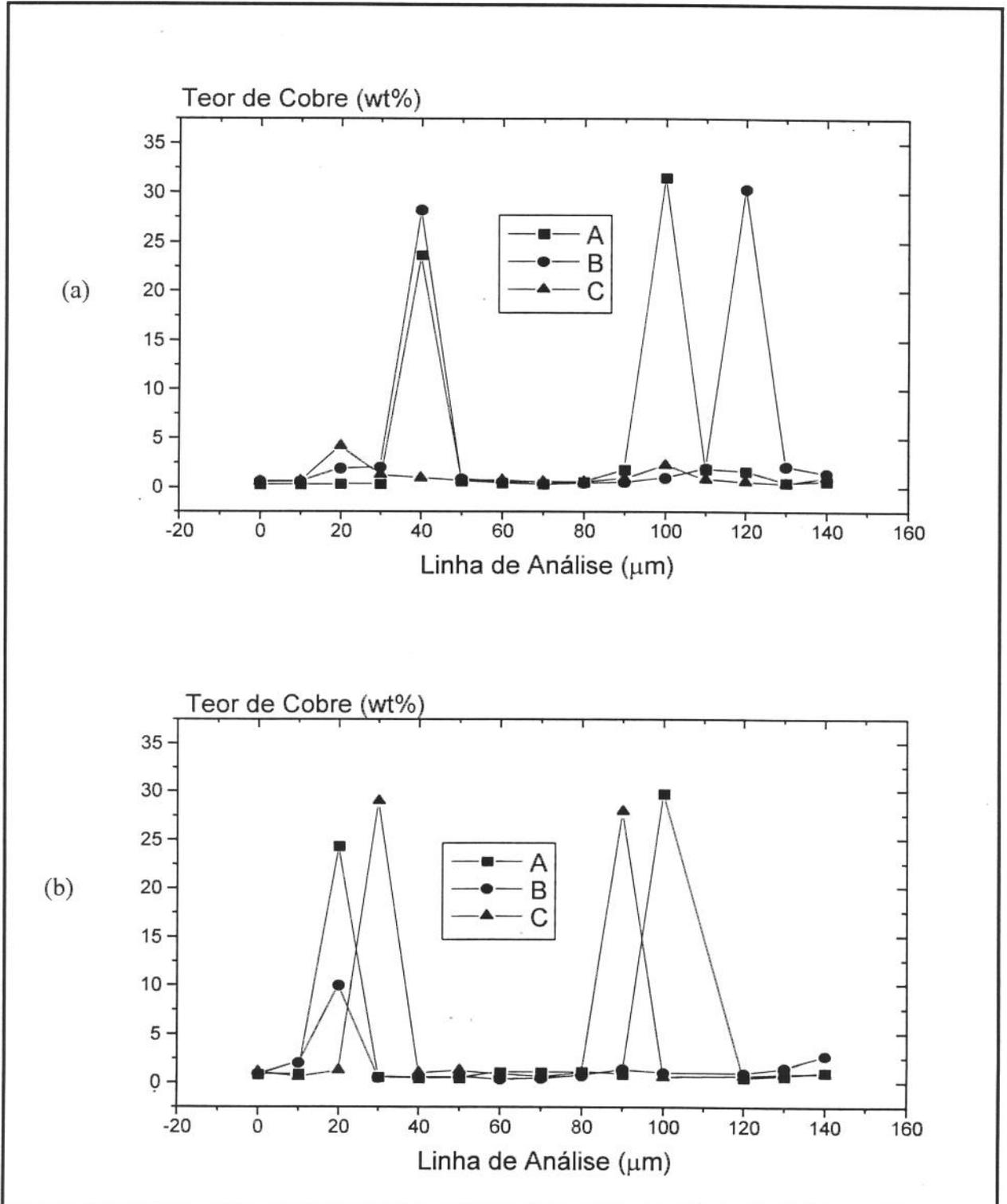


FIGURA 2.14) Análise do teor de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu, vazada à: a) 973K em lingoteira a 295K; b) 973K em lingoteira a 475K, de acordo com a FIGURA 2.13.

Tem-se portanto que não é possível determinar o real teor de cobre na matriz de alumínio α , mas plenamente viável concluir que existe teores crescentes para resfriamentos mais rápidos.

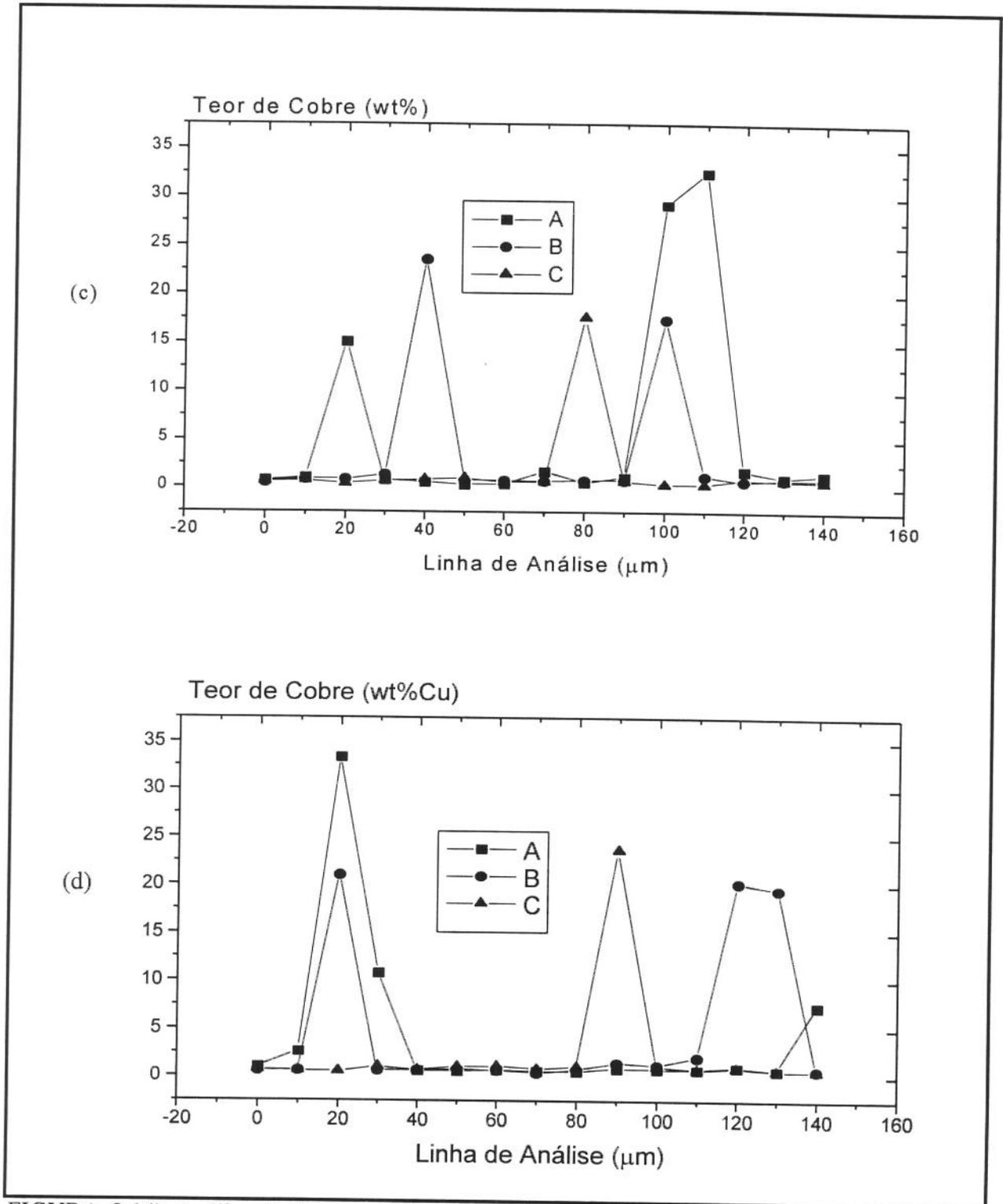


FIGURA 2.14) Análise do teor de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu, vazada à: c) 1023K em lingoteira a 295K; b) 10233K em lingoteira a 475K, de acordo com a FIGURA 2.13.

5 - Conclusões

Pela manipulação das condições de transferência de calor na solidificação foi possível a produção de fundidos com quatro distintos tamanhos de grãos e espaçamentos interdendríticos. Diâmetros médios de grãos de 39 a 125 μm foram obtidos, com respectivos espaçamentos de 6,8 a 12,5 μm .

O controle das micro e macroestruturas através de manipulação de parâmetros de solidificação é, portanto plenamente possível e pode produzir estruturas equiaxiais bastante homogêneas, como foi o presente caso, onde a variação de parâmetros estruturais num determinado fundido não ultrapassou valores da ordem de 13%.

O aumento da taxa de resfriamento produziu redução no diâmetro médio de grãos, espaçamento interdendrítico e teor de cobre em solução na matriz de alumínio, de 1,65wt%Cu, valor obtido para a condição de menor taxa de resfriamento para 2,3wt%Cu, para a a maior taxa.

Foram assim obtidas estruturas fundidas suficientemente distintas para a utilização como matéria prima para a produção de reofundidos também com diferentes parâmetros estruturais.

Referências bibliográficas

- 1 - Ohno, A. - **“Solidificação dos Metais”**, ed. Livr. Ciência e Tecnologia, 1988.
- 2 - Henzel, F. R., - **“Solidification and Structure of Casting”**, Transactions of AIME, 1937, v. 124, pp. 300.
- 3 - Ohno, A. - **“Solidification of Undercooled Metals”**, Transactions of the Iron and Steel Institut of Japan, 1970, v. 10, pp. 459.
- 4 - Bower, T. F. e Flemings, M. C. - **“Formation of the Chill Zone in Ingot Solidification”**, Transactions of AIME, 1967, v. 239, pp. 216-220.
- 5 - Biloni, H. e Morando, R. - **“Relationship Between Segregation Substructures and Casting Structures”**, Transactions of AIME, junho de 1968, v. 242, pp. 1121.
- 6 - Walton, D. e Chalmers, B. - **“The Origin of the Preferred Orientation in the Columnar Zone of Ingots”**, Transactions of AIME, junho de 1959, v. 215, pp. 447.
- 7 - Chalmers, B. - **“Principles of Solidification”**, John Wiley & Sons, New York, 1958.
- 8 - Biloni, H. - **“Origin of the Equiaxed Zone in Small Ingots”**, ISI Public, nº 110, pp. 75.
- 9 - Biloni, H. e Chalmers, B. - **“Predendritic Solidification”**, Transactions of AIME, 1965, v. 2333, pp. 373.
- 10 - Winegard, W. C. e Chalmers, B. - **“Supercooling and Dendritic Freezing in Alloys”**, Transactions of ASM, 1953, v.46, pp. 1214.
- 11 - Chalmers, B. - **“The Structure of Ingots”**, Journal of Australian Institut of Metals, agosto de 1963, v. 8, n. 3, pp. 213-220.
- 12 - Biloni, H. e Chalmers, B. - **“Structure of the Equiaxed Zone”**, J. of Materials Science, 1968, v. 3, pp 139-143.
- 13 - Jackson, K. A.; Hunt, J. D.; Uhmman, D. R. e Seward, T. D. - **“Nucleation of Solid in an Undercooled Liquid by Cavitation”**, Transactions of AIME, fevereiro de 1966, v. 236, pp. 149-153.
- 14 - Southin, R. T. - **“Nucleation of the Equiaxed Zone in Cast Metals”**, Transactions of AIME, fevereiro de 1967, v. 239, pp.220-227.
- 15 - Ohno, A.; Motegi, T. e Soda, H. - **“Origin of the Equiaxed Crystals in Castings”**, Transactions of the Iron and Steel Inst. of Japan, 1971, v. 11, pp. 18-23.

- 16 - Radhakrishna, K. e Seshan, S. - **“Dendrite Arm Spacing and Mechanical Properties of Aluminium Alloy Castings”**, Cast Metals, v. 2, nº1, 1989, pp. 34 - 38.
- 17 - Lane, D. H.; Cunningham, J. W. e Tiller, W. A. - **“The Application of Ultrasonic Energy to Ingot Solidification I and II”**, Transactions of Metallurgical Society of AIME, dezembro de 1960, v.218, pp. 985 -996.
- 18 - Griffiths, W.D. e McCartney, D.G - **“Macrostructural Development in Aluminum Alloys Solidified Vertically Downwards”**, Materials Science and Engineering, A. 173, 1993, pp.123-127.
- 19 - Bolling, G. F. **“Manipulation of Structure and Properties”**, Solidification - American Society for Metals, Ohio, USA, 1969, pp. 341 - 383.
- 20 - El Kaddach, N., Sury, V.K. e Berry, J.T. - **“Control of Macrostructure in Aluminum Casting”**, AFS Transactions, V. 71, 1991, pp. 193-197.
- 21 - Mayers, C.D., McCartney, D.G. - **“Observations on the Microstructure and Performance of an Al-Ti-C Grain Refining Master Alloy”**, Materials Science and Technology, A. 188, 1994, pp. 283 - 290.
- 22 - Banerji, A., Feng, Q. Reif, W. - **“On the Identification of the Nucleant in Commercially Pure Aluminum Casting Inoculated with < 0,15wt%Ti”**, Acta Metallurgica et Materialia, 41, 1993, pp. 2461-2472.
- 23 - Robert, M. H. - **“Redução do Tamanho de Grão do Alumínio por Adição de Nióbio”**, Metalurgia, V. 46, n. 386, Janeiro de 1990, pp.61- 65.

Capítulo III

Obtenção e controle de estruturas reofundidas

Índice

1 - Introdução.....	75
2 - Fundamentos gerais.....	75
2.1 - Definição de reofundição.....	75
2.2 - Estado da arte.....	76
2.3 - Características das estruturas reofundidas.....	78
2.3.1 - Características morfológicas.....	78
2.3.2 - Características composicionais.....	79
2.3.3 - Características de escoamento / conformabilidade.....	80
2.4 - Processos de obtenção de estruturas reofundidas.....	83
2.4.1 - Obtenção de estruturas reofundidas a partir de líquido.....	83
2.4.2 - Obtenção de estruturas reofundidas a partir de sólido.....	92
2.5 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas.....	97
2.5.1 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas a partir de líquido.....	97
2.5.2 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas a partir de sólido.....	101
3 - Procedimento experimental.....	104
3.1 - Preparo do material para o tratamento isotérmico.....	104
3.2 - Tratamentos isotérmicos.....	105
3.3 - Caracterização macroestrutural.....	106
3.4 - Caracterização microestrutural.....	106

	74
4 - Resultados e discussões.....	107
4.1 - Reofundidos obtidos.....	107
4.2 - Caracterização macroestrutural.....	108
4.3 - Caracterização microestrutural.....	112
4.4 - Caracterização por microscopia eletrônica.....	118
4.5 - Mecanismos envolvidos na formação das estruturas reofundidas.....	132
5 - Conclusões.....	140
Referências bibliográficas.....	142

1 - Introdução

O presente capítulo define a reofundição, apresentando um breve histórico do seu surgimento, os métodos de produção das pastas reofundidas, as características microestruturais e de escoamento, e os estudos realizados para a compreensão dos mecanismos de sua formação. Estas informações gerais embasam a discussão de resultados obtidos quando da produção de estruturas reofundidas da liga Al-4,5wt%Cu.

Este capítulo, portanto, descreve procedimentos adotados e resultados obtidos no preparo de estruturas globulares com tamanho de glóbulos controlados da liga Al-4,5wt%Cu. Tais estruturas são obtidas a partir de material dendrítico com diferentes tamanhos de grãos, por sua vez produzidos por métodos convencionais de fundição.

As estruturas reofundidas obtidas são caracterizadas em termos macro e microestruturais; são discutidos os mecanismos envolvidos no processo de globularização e proposto modelo de modificação estrutural.

As estruturas reofundidas obtidas são também analisadas quanto à sua adequação ao estudo da correlação propriedades mecânicas/estrutura neste tipo de material.

2 - Fundamentos gerais

2.1 - Definição de reofundição

A reofundição nada mais é do que a obtenção de fundidos a partir de pastas metálicas com características estruturais particulares, constituídas de sólido globular envolto por líquido. Difere, portanto, do processo convencional de fundição no aspecto morfológico do sólido em formação no resfriamento, o que acarreta no fundido produzido, estruturas globulares ao invés das tradicionais dendritas resultantes da solidificação convencional.

A constituição de pastas reofundidas, isto é, de reofundidos à temperaturas acima da *temperatura solidus* (não totalmente solidificado, portanto), lhes fornece propriedades de escoamento específicas: apresentam comportamento de escoamento que o caracterizam como um fluido não Newtoniano e tixotrópico, até altas frações sólidas^{1,2}. Ou seja, o material reofundido apresenta uma certa resistência inicial à deformação que uma vez ultrapassada, faz com que a pasta se comporte como um líquido pouco viscoso. A maior ou menor viscosidade dependerá da taxa de deformação empregada e da fração sólido/líquido presente na pasta².

As propriedades viscosas destas pastas reofundidas as tornam potencialmente interessantes para inúmeras aplicações, a destacar a possibilidade de injeção e compressão a menores temperaturas, e com menor turbulência durante o preenchimento de matrizes comparando-se aos processos convencionais que utilizam o metal no estado totalmente líquido. Resultam daí produtos com melhor qualidade e matrizes com superior vida útil.

O material reofundido pode ser facilmente manuseado no estado de repouso, quando apresenta alta viscosidade e, portanto, se comporta como sólido, se prestando a diferentes processamentos, como reoforjamento e reoextrusão, com reduzida resistência à deformação à medida que tensões são aplicadas²⁻⁵.

Um outro importante campo de aplicação de pastas reofundidas está na fabricação de materiais compósitos do tipo metal-cerâmico, por processo denominado compo-fundição: a incorporação de reforços cerâmicos à ligas metálicas é facilitada pelas características viscosas da pasta reofundida^{6,7}.

O material reofundido pode se prestar ao reprocessamento, isto é, após a solidificação total da pasta reofundida, esta pode ser armazenada para posterior processamento. Para tanto, o material é reaquecido à temperatura superior à *solidus*, recuperando suas propriedades de escoamento e podendo ser processada. Nestes casos os processos de conformação são designados como tixo-processos.

2.2 - Estado da arte

Os primeiros trabalhos a respeito de reofundição foram realizados por Merton Flemings e colaboradores^{1,2} por volta de 1970. Estes pesquisadores trabalhavam com testes para a observação

da ocorrência de trincas de contração durante a solidificação de peças com grande diferença de seção transversal, em um equipamento que permitia cisalhar o líquido em solidificação.

Durante os testes observaram, para o semi-sólido sendo produzido, um comportamento de escoamento com baixa viscosidade e uma microestrutura não dendrítica. Deram início então ao estudo de ligas não ferrosas dos sistemas chumbo-estanho, alumínio-cobre e alumínio-silício, analisando sua viscosidade em função da taxa de cisalhamento provocada, observando uma alta fluidez até frações sólidas próximas a 60%, o que para a estrutura dendrítica seria impossível.

Com estes resultados iniciais promissores, Flemings constituiu o primeiro grupo de estudos em reofundição, dando continuidade a trabalhos que buscavam não só compreender os fenômenos de formação da estrutura reofundida, mas também projetar, construir e otimizar equipamentos para a produção destas pastas¹.

No final da década de setenta e início dos anos oitenta existiam grupos de trabalho em reofundição já estabelecidos no Massachusetts Institute of Technology (MIT-EUA), Universidade de Connecticut, Illinois (EUA), Universidades de Leeds, Sheffield e Sussex (UK), Universidade de Delft (Holanda), Universidade de Grenoble (França), Universidade de Pequim (China) entre outras além de muitos centros de pesquisa como o Instituto de Fundição - Aachen na Alemanha, AIST - Agency of Industrial and Science Technology no Japão, Fulmer Institute, na Inglaterra, entre outros, e o envolvimento de várias empresas como a RHEOCAST Corp. ("Joint - Venture" entre a Dow Chemicals, ITT e Sun Oil), ALUMAX - Engineering Metal Processes Inc., AMAX - Research and Development Center, Westinghouse Electric Co., Suzuki Motor Co., Sumitomo Metals, Pratt and Whitney Aircraft, ALCAN (E.U.A. e Canada), Wheelon Processes (Inglaterra) e British Steel Corp⁸⁻¹².

Os resultados obtidos levaram ao desenvolvimento de vários processos e equipamentos para a produção estanca ou contínua de pastas; ao levantamento das propriedades de escoamento e à uma certa compreensão dos fenômenos metalúrgicos envolvidos na obtenção destas pastas. As pesquisas da década de oitenta foram concentradas no aprimoramento dos processos de obtenção das pastas e seus produtos finais; na busca de novos métodos; no aprimoramento dos métodos de controle dos processos; na aplicabilidade comercial; na obtenção de compósitos; e em estudos preliminares do comportamento mecânico advindo da microestrutura globular.

A aplicação comercial sofreu atrasos consideráveis devido à litígios iniciais sobre os direitos às patentes entre a RHEOCAST Corp., FULMER Institute e British Steel Corp.¹³. À partir de 1985 o Japão inicia a publicação de inúmeros artigos e a formação da COMPO RESEARCH Corp. e RHEO-TECHNOLOGY Ltda, formadas pelas empresas Kawasaki Steel, Mitsubishi

Metals, Nippon Steel Corp. e Mitsubishi Electric. Em 1991 a RHEOTEC lança no mercado a prensa Multifuncional para forjamento, extrusão e fundição sob pressão de pastas reofundidas¹⁴

Além desta empresa existiam, já nos anos oitenta, outras como ALUMAX, produzindo componentes para a indústria automobilística (sistema de suspensão, cilindros mestres de freios, caixas de direção entre outros) e condutores elétricos; ou ainda a ALCAN, produzindo perfis, lingotes e tubos de compósitos alumínio/carboneto de silício¹⁶.

Os anos noventa trouxeram um novo alento à reofundição. Dois importantes congressos internacionais, específicos para tratar do assunto processamento de ligas e compósitos no estado semi-sólido reofundido apresentam grande número de trabalhos reportando importantes avanços na área. Uma ampla variedade de ligas não ferrosas (alumínio-silício, alumínio-cobre, e ligas à base de magnésio, zinco e cobre) e ferrosas (aços ferramenta, aços inoxidáveis) já tiveram sua estrutura globularizada por diferentes processos de reofundição^{17,18}; novos processos surgiram, buscando a melhoria da eficiência na obtenção de pastas com sólido globular^{19,20}; e ainda alguma investigação de propriedades mecânicas de materiais reofundidos^{21,22} são apresentadas.

O grande avanço, no entanto, está no campo da aplicação comercial de pastas reofundidas, para o processamento por injeção de ligas não ferrosas para a produção de componentes para a indústria automobilística^{23,24}. A Magnetti-Marelli italiana, por exemplo, reporta a produção de sistemas de injeção eletrônica para carros FIAT, em escala de 1500 peças/dia.

À partir destes dados, é de se esperar para breve que a reofundição e processos afins (tixo-processamento) finalmente ocupem um significativo espaço no setor produtivo.

2.3 - Características de estruturas reofundidas

2.3.1 - Características morfológicas

Com relação ao aspecto morfológico, o material reofundido é constituído, no estado pastoso, ou seja, à uma temperatura intermediária entre a temperatura *liquidus* e a temperatura *solidus*, de uma suspensão de sólidos globulares da fase primária envoltos por líquido. A

quantidade relativa entre as fases sólida e líquida é definida pela temperatura de trabalho, podendo ser estimada com o auxílio do diagrama de fases da liga em questão. No estado sólido o material reofundido é constituído de uma fase sólida globular envolvida por uma fase dendrítica ou lamelar, cuja morfologia não se distingue do material solidificado de maneira convencional, porém refinado. Esta fase secundária é formada à partir do líquido presente na pasta reofundida, quando solidificada. Apresenta uma estrutura correspondente à sua composição e à taxa de resfriamento à que foi submetida. A quantidade relativa destas fases depende da temperatura da qual a pasta foi resfriada.

O grau de esfericidade dos glóbulos da fase primária, seu diâmetro médio e sua variação dependem da composição da liga e parâmetros de processamento na reofundição, uma vez que são produzidos em condições controladas particulares (que evitam crescimento dendrítico). A fase secundária no reofundido sólido, sendo formada através de solidificação convencional (não mais operantes as condições de globularização) têm sua morfologia e dimensões definidas pela composição do líquido inter-glóbulos e da taxa de resfriamento imposta à pasta reofundida⁵.

2.3.2 - Características composicionais

Com relação ao aspecto composicional, uma das características mais importantes das pastas reofundidas se refere aos índices de microsegregação presentes em sua microestrutura. As partículas primárias globulares são praticamente homogêneas, não apresentando gradientes composicionais sensíveis, segundo Lee²⁶, sendo o soluto concentrado na fase líquida, eutética ou próxima ao eutético, com menor ponto de fusão.

O reduzido grau de microsegregação no interior do glóbulo da fase primária em pastas reofundidas observado por Lee pode ser resultado da eficiente homogeneização do líquido durante a solidificação que ocorre em condições de severa agitação, já que o autor utiliza este procedimento para a obtenção da pasta. Quando solidificado, o material mantém esta característica, originando, provavelmente, um comportamento físico-mecânico distinto de estruturas convencionais.

A resistência mecânica do material reofundido, além do alongamento, tenacidade, limite elástico, entre outras propriedades serão função do comportamento destas duas fases distintas e de

suas quantidades relativas presente. No resfriamento de uma pasta reofundida pode ocorrer crescimento dendrítico dos glóbulos da fase primária já formada, antes da formação da fase secundária²⁷. Isto pode ocorrer se o resfriamento da pasta for lento e o líquido não estiver ainda com teor de soluto necessário à formação da fase secundária. Nestes casos a estrutura final resultante será constituída de uma fase primária globular com composição química homogênea, com contornos com formações dendríticas, apresentando, portanto, um certo gradiente de soluto; e finalmente do eutético de composição química conhecida. Este tipo de estrutura, considerada reofundida degenerada, não é desejada, uma vez que as formações dendríticas em contornos de glóbulos prejudicam o comportamento viscoso da pasta.

2.3.3 - Características de escoamento / conformabilidade

Desde as primeiras experiências laboratoriais envolvendo semi-sólidos globulares, a principal característica que chamou a atenção dos pesquisadores e que torna a reofundição um processo de grande potencialidade tecnológica, é o seu comportamento reológico: a estrutura globular, imersa em líquido de pastas reofundidas, lhe confere um comportamento no escoamento de um material não ideal e inelástico, ou seja um material que apresenta deformação por escoamento viscoso não Newtoniano do tipo visco-inelástico.

Fluidos não Newtonianos apresentam um comportamento no escoamento onde a relação tensão aplicada e a conseqüente deformação não é linear, como ocorre com os fluidos Newtonianos, onde a viscosidade é constante para qualquer tensão, e é dada pela relação tensão de cisalhamento entre camadas e o gradiente de velocidade entre as camadas de fluido. Para fluidos não Newtonianos, o parâmetro comumente usado para definir seu comportamento é a viscosidade aparente (relação entre a tensão de cisalhamento aplicada entre as camadas de fluidos, em função do gradiente de velocidade entre camadas, porém para uma condição específica de cisalhamento). O comportamento de escoamento, representado pela viscosidade aparente, é portanto, dependente da tensão aplicada.

Além disso, pastas reofundidas apresentam escoamento tixotrópico, significando que a viscosidade aparente, além de depender da tensão aplicada, depende também do tempo após a aplicação desta tensão. 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 um 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.

Para estes fluidos a viscosidade é função da tensão de cisalhamento aplicada, da taxa de cisalhamento e do tempo de aplicação da tensão. A viscosidade pode aumentar (fluido reopéxico) ou diminuir (fluido tixotrópico) em função do aumento ou diminuição da tensão e taxa de cisalhamento, e do tempo de aplicação da carga. Já em 1976 Joly²⁸ apresenta estudo bastante extenso sobre a reologia de pastas reofundidas de ligas chumbo-estanho, estabelecendo seu comportamento viscoso como não Newtoniano e tixotrópico.

Este comportamento peculiar das pastas reofundidas pode ser relacionado com sua estrutura interna. Segundo os modelos clássicos explicativos dos fenômenos de tixotropia em fluidos, publicado em 1951 por Moore²⁹, o grau de coesão da estrutura interna do fluido determina sua viscosidade aparente: para altas tensões aplicadas, estruturas internas fortemente coesas podem se tornar desorganizadas, apresentando, como consequência, baixa viscosidade aparente. De maneira oposta, reduzidas tensões não conseguem romper a coesão estrutural, resultando em altos valores de viscosidade aparente.

No caso de pastas metálicas reofundidas, o tipo provável de coesão estrutural presente é a interação entre as partículas sólidas globulares, que apresentam alta tendência a aglomeração, facilitando os fenômenos de coalescência.

Este modelo explica resultados obtidos por Spencer², relacionando valores de viscosidade aparente e fração sólida presente na pasta, para diferentes taxas de cisalhamento aplicadas, conforme apresentado pela FIGURA 3.1. Pode ser observado que a viscosidade é muito baixa para baixas frações sólidas, e aumenta drasticamente quando uma determinada fração sólida é atingida. Pode ser observado também que para frações sólidas inferiores a 40% a viscosidade, a qualquer taxa de cisalhamento, é inferior a 10 poise. Esta viscosidade corresponde à viscosidade de óleos de máquinas comuns.

A FIGURA 3.1 ainda mostra que a viscosidade é fortemente dependente da taxa de cisalhamento, para uma determinada fração sólida; seu valor decresce rapidamente com o incremento da taxa de cisalhamento, caracterizando o fluido não Newtoniano.

A coesão entre as partículas, responsável pelo alto valor de viscosidade, pode ser rompida somente para determinadas tensões aplicadas, levando à significativa redução da viscosidade observada; ou é inoperante a reduzidas frações sólidas.

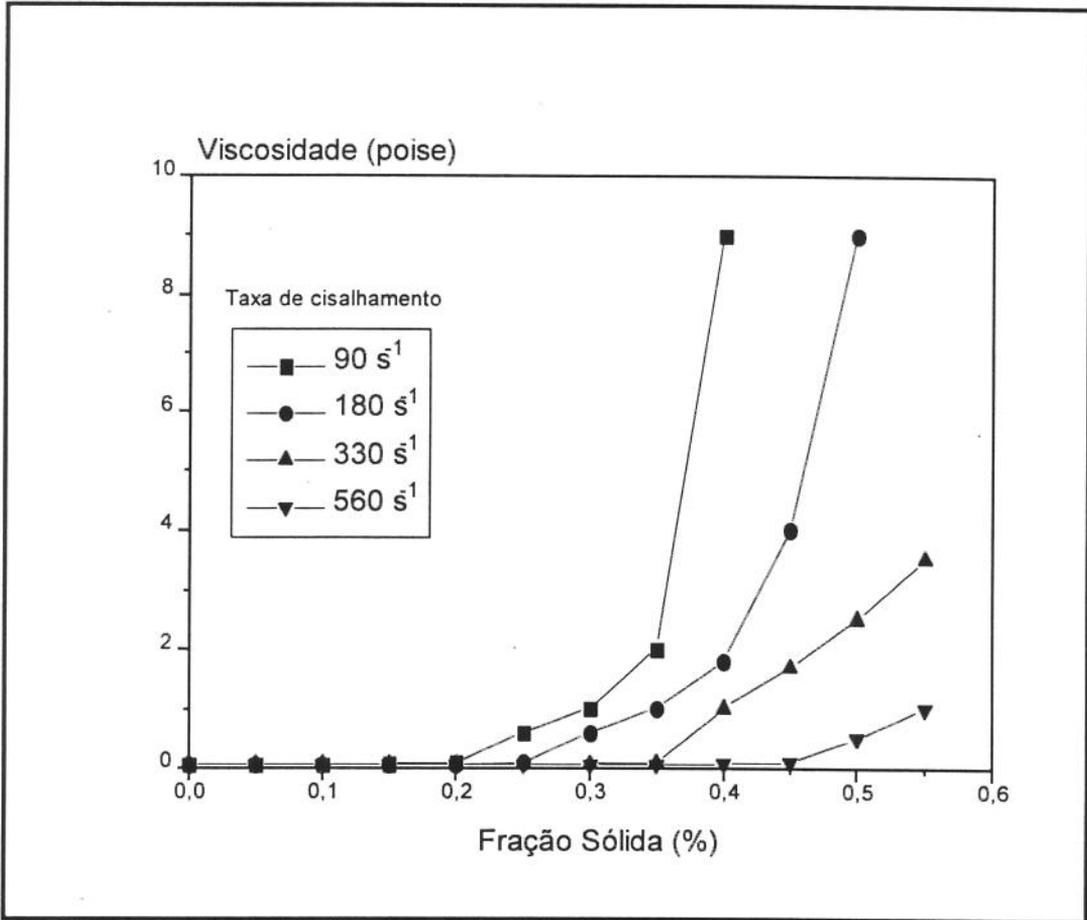


FIGURA 3.1) Variação da viscosidade da liga Pb-15wt%Sn em função da fração sólida na pasta reofundida, para diferentes taxas de cisalhamento. Adaptado de Spencer²

Estudos mais recentes sobre comportamento de pastas reofundidas durante escoamento detalham com mais profundidade os mecanismos de coesão e separação de glóbulos³⁰, e ainda tratam de tentativas de modelamento do comportamento viscoso em função da estrutura da pasta³¹.

Com frações sólidas de aproximadamente 50% à baixa ou nenhuma taxa de cisalhamento, a viscosidade de pastas reofundidas atinge valores suficientemente altos para que a pasta seja manuseada como se fosse um sólido consistente. Subsequentes aplicações de forças de cisalhamento voltam a conferir à pasta um caráter viscoso, podendo ser conformada. Os processos de tixofundição e tixoforjamento são baseados nestas propriedades.

Flemings e colaboradores² estimaram os efeitos de variáveis de processo na estrutura e comportamento do fluxo de pastas reofundidas. Mostraram que além da taxa de cisalhamento e fração sólida, a viscosidade depende do grau de esfericidade das partículas de sólidos primários.

Partículas com formas semi-dendríticas conferem à pasta viscosidade muito superior à encontrada em pastas com partículas com alto grau de esfericidade.

2.4 - Processos de obtenção de estruturas reofundidas

Diferentes processos de obtenção de estruturas reofundidas já foram desenvolvidos e são apresentados na literatura específica. Estes processos podem ser divididos em dois grupos: processamento durante a solidificação e processamento posterior à solidificação. Em ambos os grupos, os processos visam a modificação da morfologia da microestrutura em formação ou já formada de dendrítica para globular, porém os mecanismos de modificação estrutural são completamente distintos para cada grupo.

2.4.1 - Obtenção de estruturas reofundidas a partir de líquido

É possível a obtenção de pastas reofundidas pela promoção de vigorosa agitação do líquido durante determinados estágios da solidificação. Esta agitação basicamente promove o rompimento da estrutura dendrítica em formação e sua globularização. A agitação pode ser promovida de maneira contínua, a partir da *temperatura liquidus* e durante o resfriamento até determinada temperatura dentro da zona *liquidus/solidus* ou pode ser promovida à uma temperatura constante também no interior da zona *liquidus/solidus*.

A FIGURA 3.2 apresenta esquematicamente os dois procedimentos.

À temperatura de descarregamento, a pasta reofundida é resfriada rapidamente para a promoção da solidificação da fase líquida. Esta temperatura define a fração relativa de sólido e líquido presente na pasta.

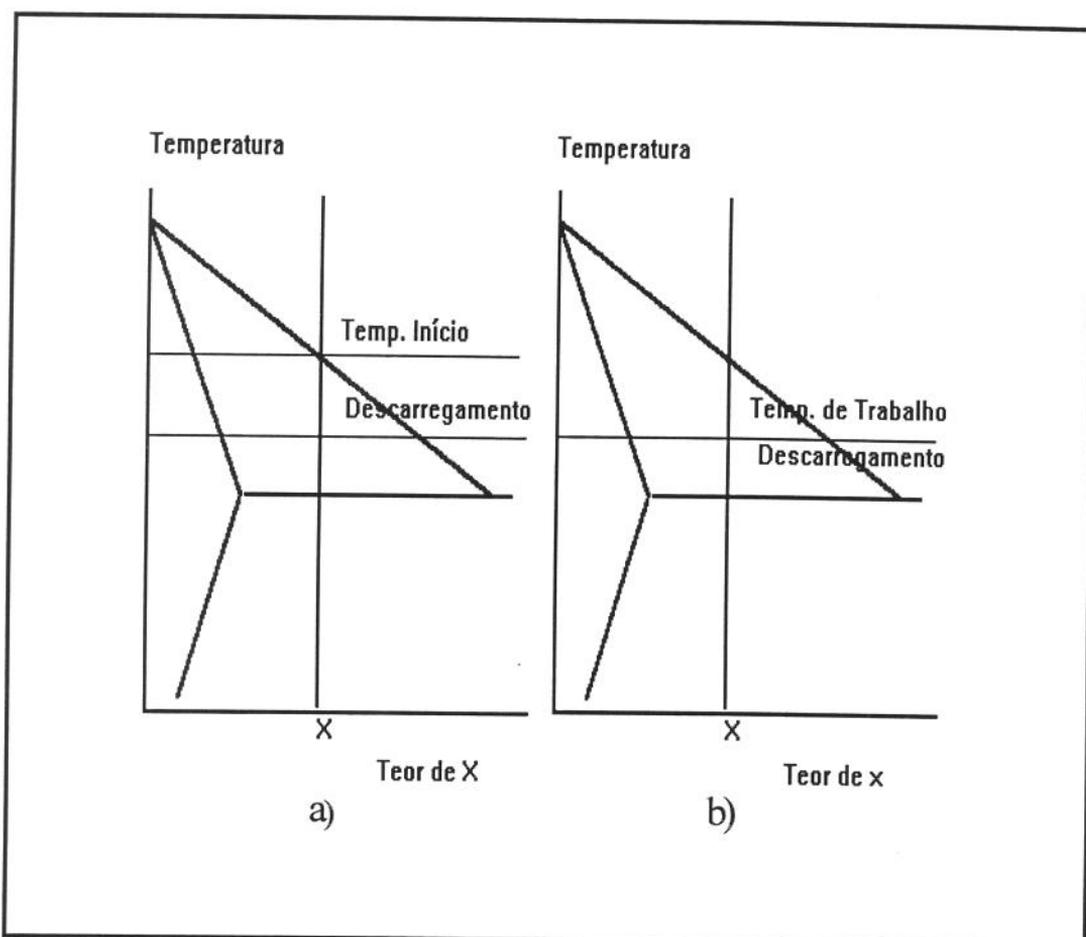


Figura 3.2) Esquema da obtenção de pastas reofundidas por interferência na solidificação: a) processo de agitação durante o resfriamento controlado e b) processo de agitação isotérmico.

A estrutura solidificada resultante é constituída por glóbulos da fase primária envoltos pela fase secundária, cuja morfologia depende da taxa de resfriamento do material ao sair dos reatores (em geral estrutura dendrítica fina devido à alta taxa de resfriamento). Em alguns casos é ainda possível distinguir uma morfologia de transição devida ao crescimento dendrítico dos glóbulos formados, no caso de taxas intermediárias de resfriamento, ou ainda uma morfologia de glóbulos irregulares, com o material possuindo regiões globularizadas e regiões com dendritas grosseiras.

Estes tipos de processos significam, portanto, interferência no crescimento do sólido; permitem o controle da fração líquida desejada, pois é possível a interrupção do processo e vazamento da pasta à qualquer temperatura dentro da faixa *solidus / liquidus*.

Por estes métodos podem ser produzidos tarugos ou lingotes para posterior reaquecimento e tixo-conformação, ou ainda a utilização direta no estado pastoso. Estes são processos

popularizados por Flemings^{1,2} sendo utilizados para uma ampla faixa de ligas de baixo e médio ponto de fusão.

A agitação do líquido em solidificação pode ser promovida de diferentes maneiras, em diferentes tipos de equipamentos.

a) Agitação mecânica: a aplicação de uma agitação mecânica forçada no líquido em solidificação, em reatores especiais, leva à ruptura da estrutura dendrítica em formação e incentiva sua globularização. Para tanto podem ser utilizados uma extensa gama de equipamentos:

a1) Reator tipo viscosímetro: o primeiro equipamento utilizado para a obtenção de reofundidos, utilizado por Flemings^{1,2} e extensamente utilizado por outros pesquisadores^{32,33} é apresentado na FIGURA 3.3. O equipamento nada mais é do que um reator do tipo viscosímetro de Couette: consiste de um cadinho refrigerado contendo em seu interior um eixo cilíndrico concêntrico, sendo que entre ambos existe um pequeno espaço anelar, deixado para que o líquido flua entre eles. O líquido é vazado à uma temperatura próxima à *temperatura liquidus*, sendo iniciado um movimento de rotação no cadinho, enquanto o eixo central é mantido fixo.

Devido ao pequeno espaço anelar as forças de cisalhamento provocadas no líquido são aproximadamente uniformes, provocando a modificação da estrutura em solidificação em todo o volume de material de maneira homogênea¹.

O cadinho e o cilindro são revestidos internamente com materiais refratários e resistentes à abrasão. Em geral ainda possuem chanfros ao longo das paredes para aumentar o atrito e, portanto, as forças de cisalhamento.

O espaço anelar varia de 3 a 9 mm, para garantir a homogeneidade de cisalhamento, e portanto da estrutura obtida; a velocidade de rotação reportada^{1,8,34} varia de 0,04 a 2000 rpm, sendo que bons resultados foram obtidos para faixas entre 700 e 1100, para reatores estanques. Este tipo de reator deu origem à novos equipamentos.

a2) Reator com rotor: reatores com rotor são variações do viscosímetro de Couette. Um modelo típico é mostrado na FIGURA 3.4. Consiste em se utilizar o cadinho fixo e eixo central rotativo. Este rotor pode ou não ser retirado para o descarregamento do material, originando um processo intermitente ou de produção contínua de pasta.

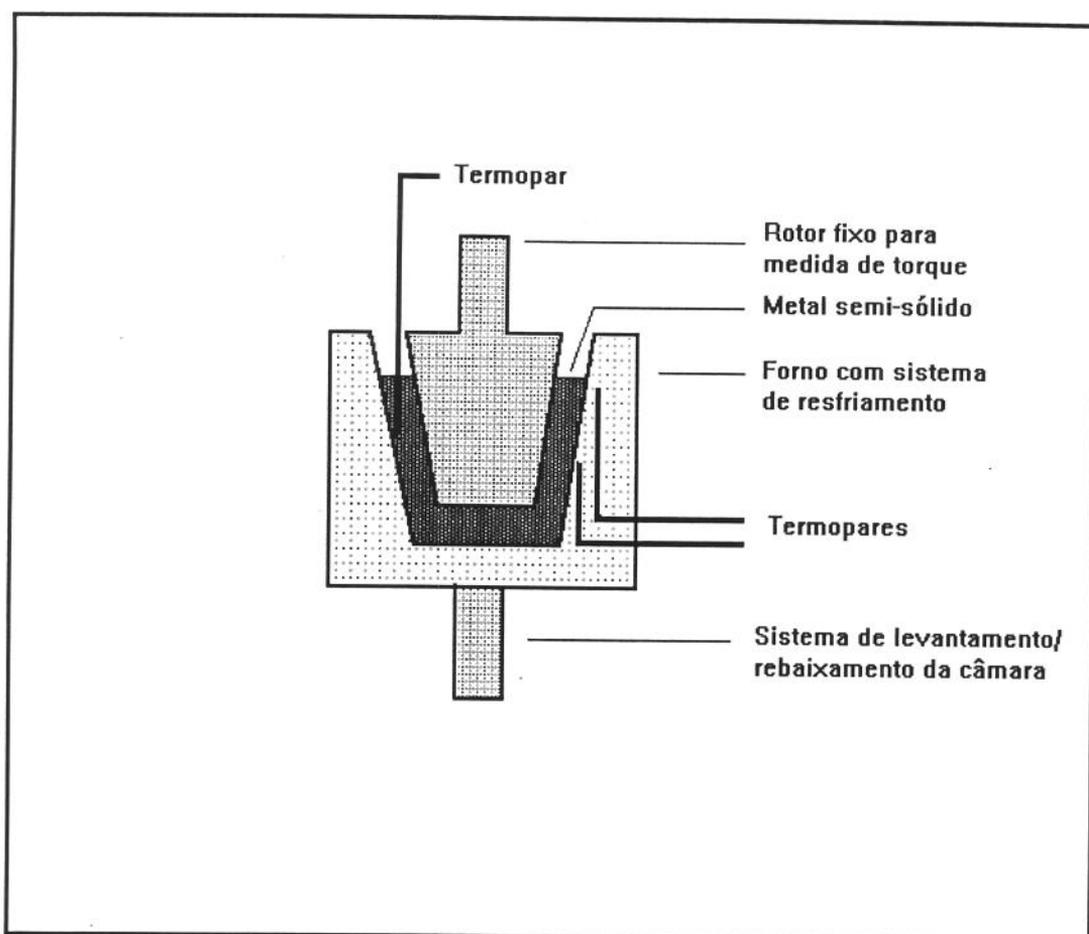


Figura 3.3) Diagrama esquemático do equipamento para reofundição, tipo viscosímetro de Couette, utilizado nos trabalhos iniciais de Flemings^{1,2}.

Estes equipamentos são conhecidos como sistemas de câmaras duplas, onde a superior serve de reservatório do metal líquido, mantido à uma temperatura pouco superior à *temperatura liquidus*, conectado à uma câmara inferior onde se processa a reofundição.

Para facilitar o descarregamento esta câmara pode ser cilíndrica ou cônica. Para estes equipamentos, as partes internas da câmara de reofundição são também revestidos de materiais refratários e resistentes à abrasão. Os espaços anelares são da ordem de 4 a 9 mm, e rotações utilizadas entre 600 e 1000 rpm. Valores inferiores a 600 implicam em não formação da estrutura reofundida e acima de 1000 observa-se a formação de estruturas porosas^{1,35}.

Movimentos relativos entre rotor e cadinho também são utilizados, facilitando a formação da estrutura reofundida. Uma limitação deste processo é a complexidade do controle da temperatura e da taxa de resfriamento durante o processo.

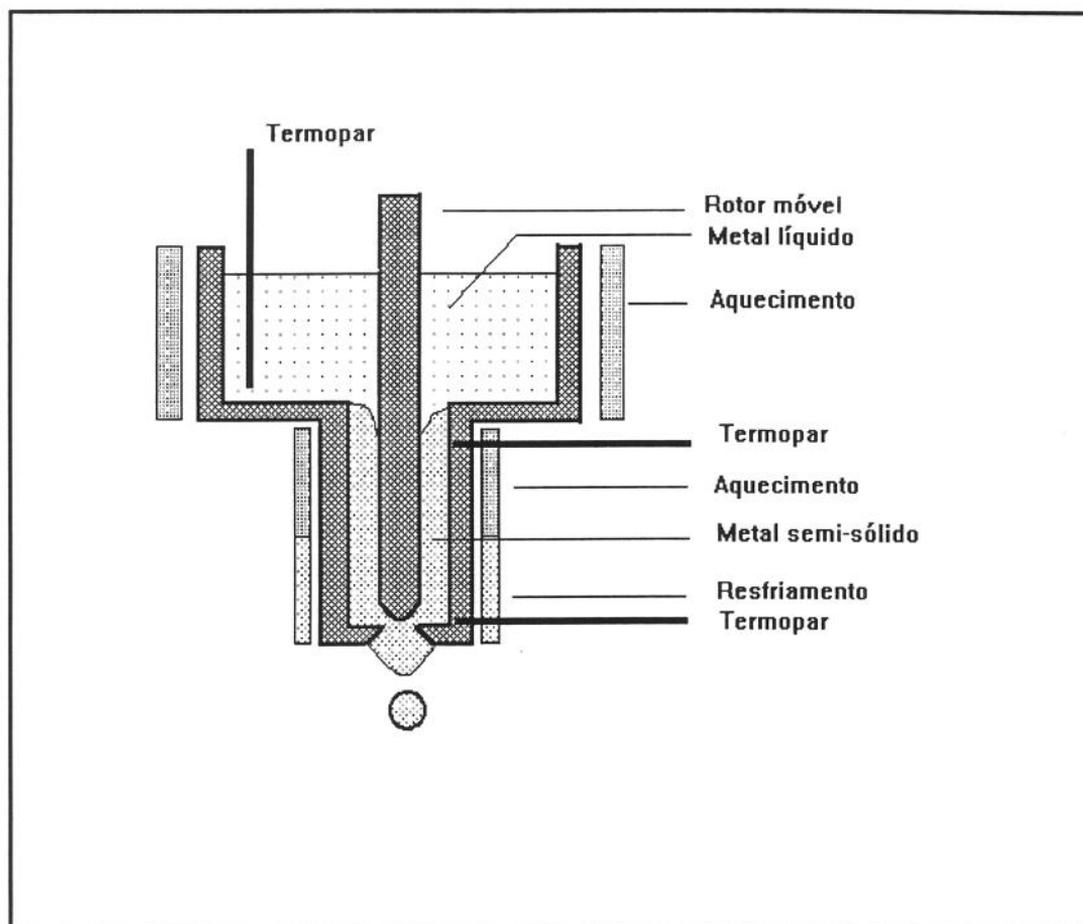


Figura 3.4) Esquema geral de um reator de descarregamento contínuo, com rotor. Extraído de Mehrabian³⁵.

a3) Reator com propulsor: rotores com propulsores são equipamentos bastante simplificados que, dependendo dos materiais utilizados, podem oferecer bons resultados. Este tipo de equipamento foi desenvolvido à princípio para a fabricação de compósitos metal-cerâmicos, pois o pequeno espaço anelar dos equipamentos com rotores impede a adição de particulados ou fibrados cerâmicos à pasta reofundida.

Os propulsores utilizados vão desde pás simples à sistemas complexos de pás, que ficam mergulhadas no líquido, sendo acionadas por um tempo determinado à uma temperatura intermediária à *temperatura solidus e liquidus*. A FIGURA 3.5 ilustra um destes equipamentos³³.

Com relação ao descarregamento, este pode ser contínuo, sem a retirada das pás do líquido ou intermitente, com a retirada das pás e vazamento da pasta, ou ainda o resfriamento do material no próprio cadinho. Neste último caso, a pasta solidificada se presta à utilização em processos posteriores de tixoconformação.

A rotação simultânea do cadinho pode aumentar a eficiência na promoção da reofundição e na dispersão de reforços adicionados, melhorando a qualidade do compo-fundido obtido.

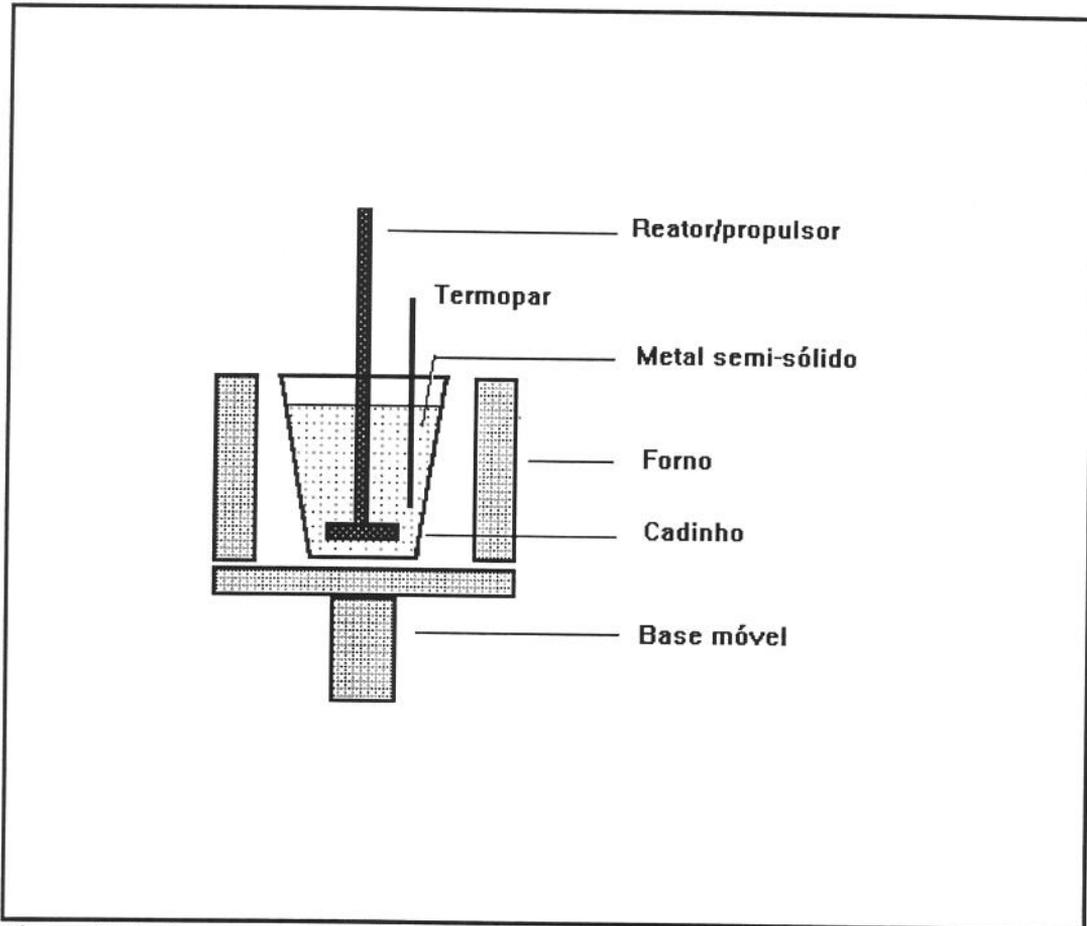


Figura 3.5) Esquema geral de um reator com agitação por propulsão. Extraído de Prasad³³.

b) Agitação eletromagnética: neste caso a agitação é promovida no líquido em solidificação pela ação de fortes campos eletromagnéticos. As correntes elétricas induzidas pelo campo promovem uma forte agitação, rompendo a estrutura em formação, estimulando a multiplicação cristalina e sua globularização. Estes equipamentos podem ser utilizados para a produção estanque ou contínua de pastas. A FIGURA 3.6 ilustra este equipamento, patenteado por Winter³⁶.

O equipamento é constituído de uma câmara superior, que contém o metal à uma temperatura acima da *temperatura liquidus*, e outra inferior, onde se processa a reofundição. A

câmara inferior, construída em material não magnético (cobre ou aço inoxidável austenítico) é refrigerada para que se reduza a temperatura requerida para a produção da fração sólida desejada.

A refrigeração também atua no sentido de remover o excesso de calor do material gerado pelo campo eletromagnético induzido, mantendo a temperatura da pasta controlada.

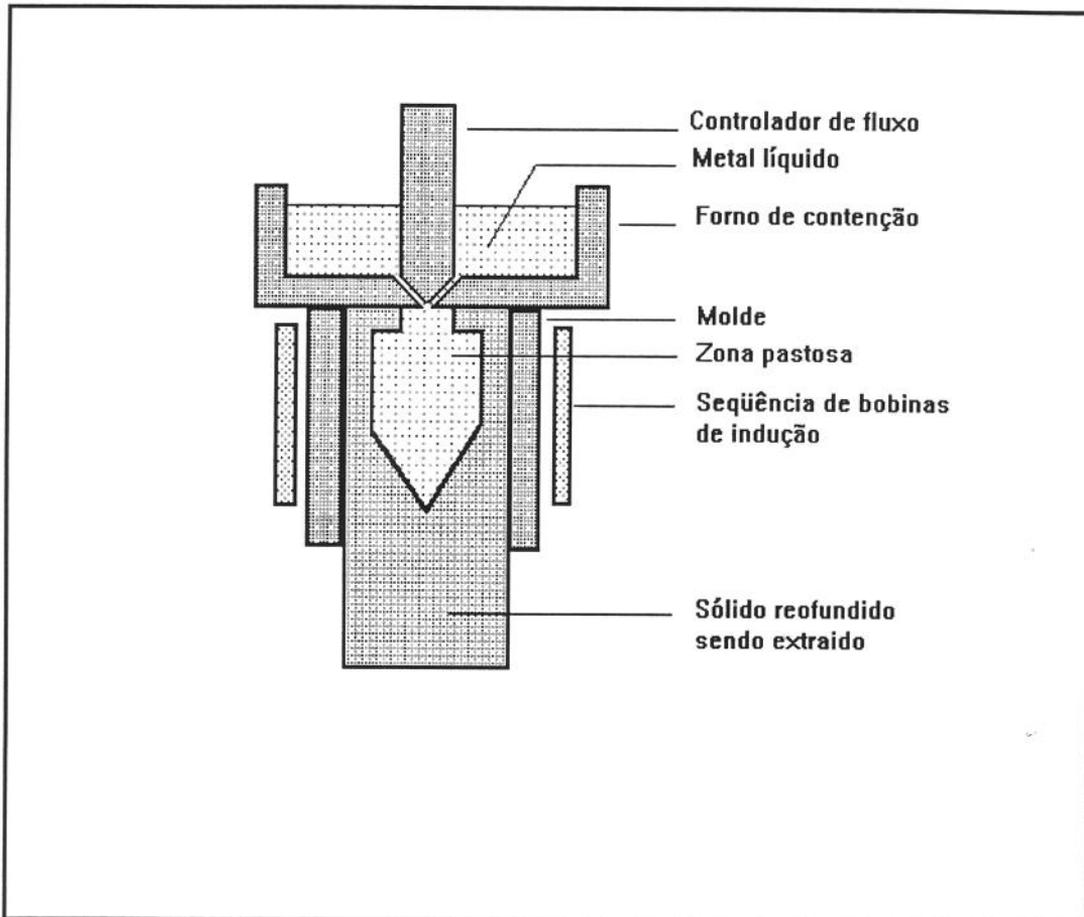


Figura 3.6) Esquema geral de um reator para produção de pastas reofundidas por agitação eletromagnética. Extraído de Winter³⁶.

O metal inicia a solidificação com estrutura dendrítica, que é rompida pela ação da turbulência gerada no líquido. O campo magnético é mantido em toda a zona de solidificação impedindo o crescimento dendrítico.

Apesar de uma aparente facilidade operacional, o método é limitado pelo fato de processar pequenas quantidades de material, sendo ainda que o campo magnético não é uniforme através da seção da peça (máximo na superfície e mínimo no centro), ocorrendo uma agitação mais intensa junto à parede do molde. Desta maneira, a estrutura dendrítica pode não ocorrer no centro do

lingote. Porém o reduzido volume produzido é compensado pela possibilidade do processamento contínuo. Outro fator limitante é o alto custo do equipamento.

Trabalhos recentes³⁷ analisam e modelam o movimento do líquido por ação do campo magnético neste tipo de equipamento. Analisam ainda as correntes produzidas em sistemas onde o eixo da bobina indutora é perpendicular ao eixo do cadinho.

Os resultados de Murakami³⁷ atestam maior eficiência na produção de pastas com estrutura reofundidas quando o eixo da bobina indutora é paralelo ao eixo do cadinho que contém o metal líquido. Neste caso o movimento do metal segue as isotermas da frente de solidificação, com velocidade do fluido homogênea por toda a seção, enquanto que no sistema vertical, a velocidade se torna pequena no centro do líquido, mesmo com a solidificação em estágio avançado, resultando em estruturas heterogêneas.

Altas frequências implicam em alta densidade de corrente na periferia do lingote, e portanto altas velocidades de aquecimento nesta região. Para baixas frequências tem-se uma maior homogeneidade de temperaturas através do lingote originando estruturas mais homogêneas.

c) Processo SCR: o processo Shearing Cooling Roll, desenvolvido no Japão em 1991 por Kiuchi¹⁹, consiste no uso de um cilindro rotativo com uma sapata fixa semelhante a um sistema de freios, conectado a uma faca para a desmoldagem. O cilindro e a sapata são montados de modo à ficar um espaço estreito entre eles, que é ocupado pelo material em processamento. O cilindro gira à uma velocidade controlada, e a sapata é removível, podendo-se controlar a abertura entre ela e o cilindro.

O metal é vazado no equipamento à uma temperatura adequada, por uma canaleta de distribuição com controle de fluxo ajustada na entrada da abertura entre a sapata e o cilindro. O material é arrastado para o interior do equipamento pelas forças de atrito dadas pelo movimento giratório do cilindro. Na abertura o material é resfriado e cisalhado pelo movimento relativo entre cilindro e sapata, com a solidificação ocorrendo dendriticamente em ambas as superfícies.

O sólido dendrítico é então quebrado pelas forças de cisalhamento, e as partículas sólidas são misturadas no meio líquido. Pela ação da agitação, uma dispersão sólido/líquido correta é obtida. A pasta é puxada para baixo pelo cilindro e extrudada para fora. Na saída a faca de desmoldagem retira o material aderido ao cilindro. São obtidos por este processo reofundidos com estrutura homogênea, segundo o seu autor.

O processo apresenta ainda, segundo seu idealizador, algumas vantagens sobre outros processos envolvendo agitação mecânica: o equipamento é de concepção e operação simples, pois permite o descarregamento de frações sólidas elevadas, já que este é auxiliado pelo próprio movimento de rotação do cilindro. Além disso, a superfície do cilindro contacta apenas periodicamente o metal, não sendo por isto excessivamente aquecida, permitindo a utilização do equipamento para uma ampla série de ligas. O processo permite ainda uma maior facilidade de controle da taxa de resfriamento, através da velocidade do cilindro e abertura entre sapata e cilindro, permitindo um maior controle da qualidade do reofundido obtido.

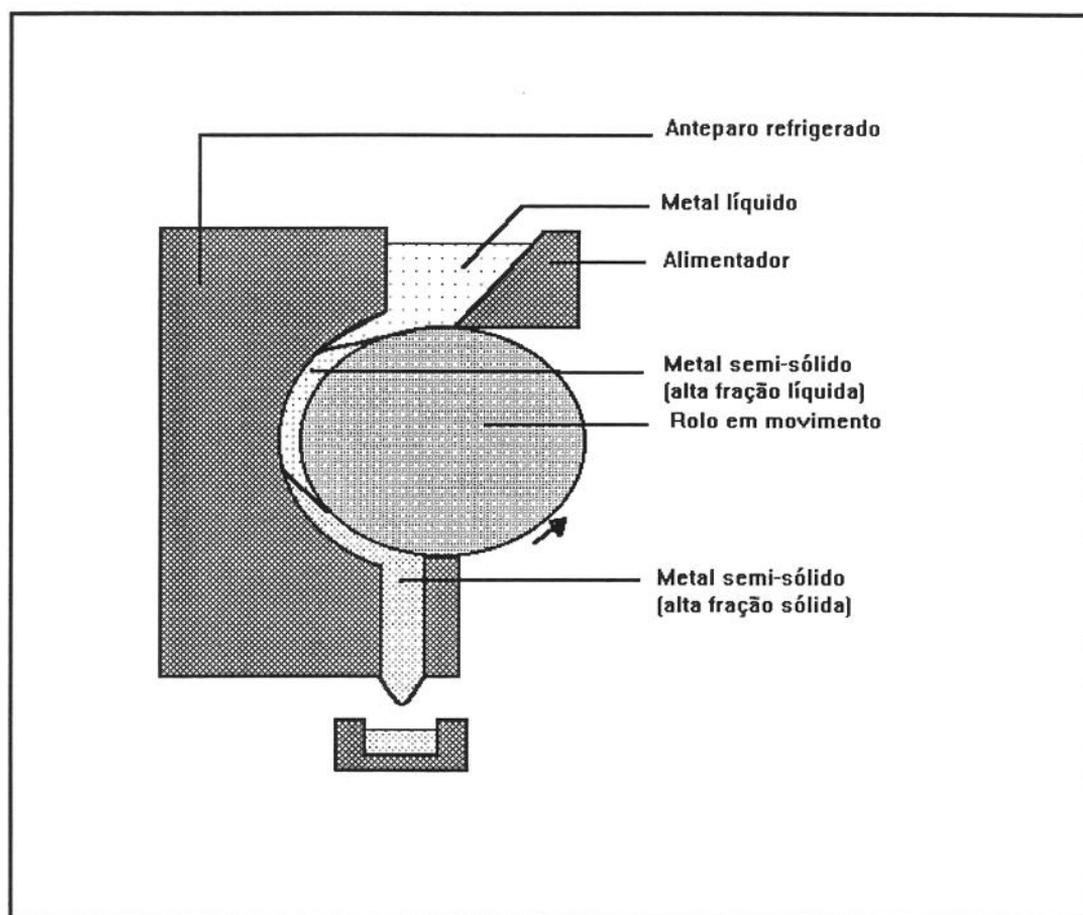


Figura 3.7) Esquema geral de um reator SCR, mostrando a seção de carregamento do metal líquido e descarregamento da pasta reofundida. Adaptado de Kiuchi¹⁹.

2.4.2 - Obtenção de estruturas reofundidas a partir de sólido

O estudo dos mecanismos de reofundição por agitação levou à observação dos fenômenos responsáveis pela formação da estrutura pastosa globularizada. A manipulação destes fenômenos pode levar à produção de pastas reofundidas por outros meios que não sejam a promoção de agitação em equipamentos muitas vezes de elevado custo e de difícil controle e operacionalidade.

Assim, observando que a estrutura globular de pastas reofundidas é o resultado de rompimento de ramos dendríticos e sua globularização no líquido sob forte agitação, é possível supor que estes mesmos fenômenos possam ser promovidos numa estrutura dendrítica sólida.

À partir de meados dos anos oitenta várias pesquisas viabilizaram a produção de pastas reofundidas a partir de material solidificado convencionalmente, pela fusão parcial seletiva de fases via tratamentos térmicos. Os processos basicamente envolvem o aquecimento do material à temperaturas superiores à *temperatura solidus*, promovendo a liquefação de fases de baixo ponto de fusão e globularização de fases de mais alto ponto de fusão. Vários processos utilizando este princípio básico podem ser citados:

a) Fusão parcial de estruturas dendríticas: o aquecimento acima da *temperatura solidus* de estruturas convencionais dendríticas promove fusão parcial do material, isto é, inicialmente de fases com menor temperatura de fusão, como é o caso de eutéticos em ligas hipo e hipereutéticas. A fase primária remanescente, envolta por líquido, tende naturalmente a globularizar, com o objetivo de redução da energia superficial. A manutenção do material à uma temperatura e tempo adequados resulta em estruturas globulares^{38,39}.

Os fenômenos de globularização de fases dendríticas são termicamente ativados, pois envolvem difusão de massa. A FIGURA 3.8 ilustra a passagem da morfologia dendrítica para a morfologia globular, durante manutenção à elevada temperatura e na presença de líquido em seu contorno. Como resultado, é obtida uma estrutura final com morfologia globular, geralmente irregular, contendo uma grande quantidade de líquido retido em seu interior, resultado dos fenômenos de coalescência dos ramos dendríticos adjacentes e de glóbulos em contato. Esta estrutura é grosseira e os glóbulos possuem, em geral, grande dimensão²⁷.

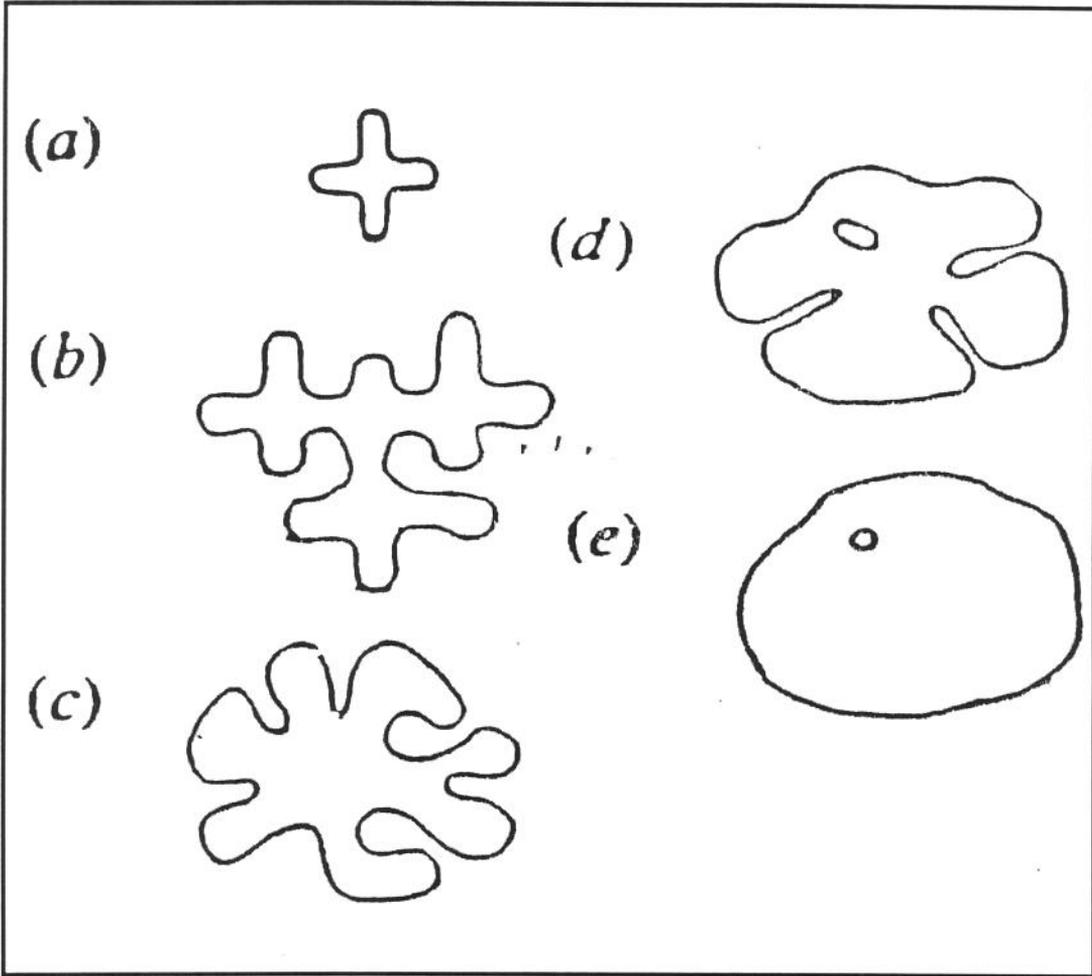


FIGURA 3.8) Esquema geral da evolução da morfologia dendrítica durante globularização. a) fragmento dendrítico inicial; b) crescimento dendrítico; c) e d) formação de roseta; e) formação do glóbulo. Extraído de Reeves³⁸

Caso estruturas refinadas sejam aquecidas e mantidas à temperatura intermediária à *temperatura solidus* e *temperatura liquidus*, por um tempo suficiente para que ocorra a globularização, pastas reofundidas com qualidade superior serão obtidas, quando comparadas com as pastas advindas de estrutura não refinada. Para este caso, pastas com menor tamanho de glóbulo, com morfologia mais regular e morfologia mais esférica, além de uma menor quantidade de líquido retido em seu interior, serão obtidas⁴⁰.

Quanto menor o tamanho de grão inicial, ou seja, mais fina a rede dendrítica, menor o tempo para a obtenção de pastas com sólidos globulares, sendo melhores suas propriedades (o escoamento da pasta reofundida é grandemente prejudicado pela presença de sólido globular irregular, e de grandes dimensões).

O reofundido obtido por fusão parcial de estruturas dendríticas, sejam elas grosseiras ou refinadas, pode ser utilizado diretamente em processos de conformação por injeção ou forjamento; pode ainda ser armazenado após o resfriamento rápido, para posterior reaquecimento e utilização em processos de tixoconformação.

b) Fusão parcial de estruturas dendríticas deformadas: a observação de que estruturas globulares pastosas são obtidas por dobramento e rompimento de ramos dendríticos, quando da agitação do metal em solidificação, e/ou a suposição de que é possível deformar estruturas dendríticas totalmente sólidas e, por aquecimento, provocar a separação de ramos deformados levou à idealização de um método para a obtenção de estruturas globulares.

O processo consiste em deformar, a frio, estruturas convencionais brutas de fusão, dendríticas portanto, reaquecendo posteriormente o material entre a *temperatura liquidus e solidus*, à uma temperatura definida pela fração sólida que se deseja obter, mantendo-se o material à esta temperatura para a promoção da globularização.

A estrutura original deformada sofre, com o reaquecimento, recristalização interna. Ao se atingir a *temperatura solidus*, ocorre fusão das fases secundárias, formando líquido ao redor das dendritas originais, agora constituídas de pequenos grãos recristalizados. Líquido penetra nos contornos destes grãos, provocando a sua separação da estrutura original; livres no líquido, passam a crescer equiaxialmente.

A estrutura pastosa assim obtida apresenta excelente qualidade em termos de morfologia dos glóbulos, que em geral são quase perfeitamente globulares, isentos de líquido retido, e de pequenas dimensões^{27,39,41}.

O processo é bastante simples, sendo de fácil controle, podendo ser utilizado para a obtenção de pastas reofundidas de ligas ferrosas e não ferrosas^{42,43} sem limitações quanto aos equipamentos. Para ligas que apresentam largas faixas de temperatura na solidificação (ampla zona pastosa), uma ampla gama de pastas reofundidas (com diferentes frações sólidas) pode ser facilmente obtida, pelo simples controle da temperatura de tratamento. Ligas eutécticas, ou mesmo metais puros também podem ser reofundidos por tratamento térmico, embora nestes casos o controle da fração sólida dependa do controle do tempo de tratamento à uma temperatura invariante⁴⁴. Como esta faixa de tempo é muito restrita, qualquer descuido levará à completa liquefação do material.

O processo de obtenção das pastas reofundidas por fusão parcial de estruturas deformadas foi patenteado no início da década de oitenta por uma empresa Americana, que o denominou

método SIMA⁴⁰ - Strain Induced Melt Activation, ou seja, ativação de fusão induzida na presença de deformação⁴¹.

Dadas as facilidades operacionais e de controle, e a qualidade das pastas reofundidas obtidas, o processo vem se popularizando na última década; além do baixo custo, a facilidade de operação e reprocessamento das pastas faz com que este método seja um dos mais promissores em se tratando de obtenção de reofundidos.

c) Fusão parcial, sob pressão, de estruturas dendríticas: Suéry⁴⁵ obtém estruturas reofundidas a partir de estruturas dendríticas refinadas e submetidas à compressão. O material é submetido à temperatura superior à *temperatura solidus*, de modo à se ter uma quantidade desejada de líquido, sendo então submetido à compressão. A pressão aplicada provoca o rompimento dos ramos dendríticos, e a presença do líquido possibilita os fenômenos de globularização do sólido desprendido e das dendritas originais.

A estrutura final obtida possui qualidade inferior, com baixa esfericidade e distribuição não uniforme dos glóbulos, diferente portanto da estrutura obtida pelo reofundido produzido à partir de estruturas dendríticas deformadas previamente.

As partículas sólidas obtidas apresentam morfologia irregular e pequenas dimensões, uma vez que não há tempo para o crescimento excessivo por fenômenos de engrossamento. Altas taxas de deformação são requeridas para a promoção das estruturas mais refinadas. No caso de deformação lenta, pode haver um crescimento indesejável do sólido em suspensão no líquido, podendo ainda a ruptura dos braços dendríticos não ocorrer. Baixas taxas de deformação podem ainda levar à uma segregação do líquido para as bordas da amostra, resultando em estruturas muito irregulares no produto.

Segundo o autor⁴⁵, o rompimento dendrítico só ocorre após cerca de vinte a quarenta por cento de deformação, no caso da liga estanho-chumbo testada.

d) Fusão parcial de estruturas ultra-refinadas: o uso de estruturas ultra-refinadas para a produção de pastas reofundidas vem recentemente ganhando terreno graças ao reduzido tamanho de glóbulos que pode gerar.

Entende-se por estrutura ultra-refinada uma estrutura que tenha passado por processo de refino de grão, durante a solidificação, tão severo que houve supressão de formação de estrutura dendrítica. Apresenta grãos equiaxiais ultra-finos, com reduzido teor de microsegregação interna e alto teor de soluto, devido à sua incorporação à fase primária, imposta pelo resfriamento rápido.

Este tipo de estrutura pode ser obtido por diferentes procedimentos como jateamento de líquido sobre superfícies metálicas, segundo processo Osprey⁴⁶ ou por solidificação sob centrifugação e simultâneo resfriamento com nitrogênio líquido, segundo o processo GIRCAST⁴⁷.

O aquecimento da estrutura ultra-refinada acima da *temperatura solidus* promove a fusão dos contornos de grão (região de maior energia e com maior presença de impurezas), fornecendo diretamente uma estrutura globular do tipo reofundido. O controle da temperatura e do tempo de manutenção à temperatura desejada define a fração líquida presente no material. Como a estrutura inicial já é globularizada, não há a necessidade de atuação de fenômenos de globularização, obtendo-se uma pasta reofundida concomitantemente à formação da fase líquida.

Estas pastas apresentam fase sólida com grande homogeneidade dimensional e morfológica e ausência de líquido retido em seu interior. A dimensão média dos glóbulos na pasta depende do tamanho inicial de grão da estrutura ultra-refinada e do tempo de aquecimento e manutenção à alta temperatura.

Quanto menor o tempo de manutenção à uma determinada temperatura menor o tamanho de glóbulo originado.

Estas pastas, obtidas pelo simples reaquecimento de estruturas ultra-refinadas, são utilizadas para processamento imediato por tixo-conformação, injeção ou forjamento, como é o caso do processo MIDAS[®] ("Metal Injection into Die As Semi-Solid")⁴⁸. Neste processo a liga líquida é previamente vazada em moldes refrigerados, para a produção de tarugos por lingotamento semi-contínuo ou contínuo.

Altas taxas de resfriamento são impostas, de modo à se obter uma estrutura ultra-refinada. Após um breve reaquecimento para a formação de uma quantidade de líquido requerida, a pasta é imediatamente injetada em matrizes para a produção de componentes.

2.5 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas

2.5.1 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas a partir de líquido

Os processos de obtenção de estruturas reofundidas a partir de líquidos envolvem a sua agitação durante a solidificação, em condições tais que vigorosas correntes cisalhantes são produzidas entre camadas de líquidos e, portanto, forte atrito deve ocorrer entre este e o sólido em crescimento.

Alguns pesquisadores já tentavam, desde o surgimento da reofundição, a explicação da influência destas elevadas taxas de cisalhamento no interior do material em solidificação, na estrutura em formação.

Vogel e Doherty³ atribuem a globularização de ligas alumínio-cobre solidificadas nestas condições à mecanismos de multiplicação cristalina. Segundo os autores, a solidificação em presença de agitação ocorre da seguinte maneira: os primeiros cristais formados por nucleação heterogênea rapidamente crescem no líquido, inicialmente mantendo sua equiaxialidade e estabilidade. Esta situação pode ser modificada se a velocidade de agitação provocar correntes no líquido que interajam com o sólido já formado, isto é, se as forças viscosas promoverem um arraste maior que as forças inerciais do sólido. Neste caso ocorre dobramento dos braços dendríticos, pois o material possui alta ductilidade à altas temperaturas. Discordâncias extras requeridas para provocar tal dobramento podem colapsar constituindo um contorno de separação entre regiões de orientações cristalinas agora diferentes: o braço dobrado e o ramo principal da dendrita. Tal contorno, com um ângulo de variação de orientação cristalina igual ao ângulo de dobramento, se constitui, portanto, num novo contorno de grão, com energia dependendo do ângulo. Contornos de alta energia podem ser penetrados por líquidos, se a energia de superfície deste contorno de grão

for superior ao dobro da tensão superficial líquido/sólido, levando à separação do braço dendrítico, agora um novo cristal em crescimento independente no líquido.

Para Vogel³ ainda, se a agitação é reduzida a valores tais que a micro escala da turbulência é menor que a dimensão das partículas sólidas presentes, não há interação líquido/dendritas e, neste caso, não ocorre a multiplicação cristalina e conseqüentemente não se tem a formação de estrutura globular. A estrutura resultante nestes casos seria constituída de dendritas equiaxiais, tipo rosetas grosseiras.

Observações posteriores de Doherty⁴⁹ fortalecem a proposição de Vogel: estudando ligas alumínio-zinco-magnésio o autor nota contornos internos às partículas globulares do refundido. Análises de tais contornos revelam que estes podem ser de pequeno ou alto ângulo. A maioria deles (cerca de 80%) é de pequeno ângulo e não tem associado a eles gradientes de soluto. Esta observação indica que nem todos os grãos recristalizados são separados e liberados para o líquido: somente os que apresentam a condição de energia de superfície superior ao dobro da tensão superficial sólido/líquido, são separados. Os grãos que permanecem juntos são os que recristalizaram com pequeno ângulo de dobramento e cujo contorno não foi, portanto, invadido por líquido. O efeito da agitação de líquidos em solidificação na multiplicação de cristais é já conhecido há várias décadas, através de estudos de Jackson e Tiller^{50,51}. Já nos anos sessenta, os autores mostram a possibilidade de ruptura dos ramos dendríticos por ação de convecção no líquido. O desprendimento de ramos dendríticos pode ocorrer ainda devido ao mecanismo de separação, descrito no capítulo anterior.

Cada pedaço separado se constituirá num novo grão em crescimento isolado. O ramo principal, despojado de seus ramos secundários e todas as partículas separadas, tendem à uma maior globularização no meio líquido, para que haja uma redução das tensões superficiais, no que são auxiliadas pela ação mecânica de abrasão entre partículas sólidas no líquido. A agitação reduz os gradientes térmicos no líquido, facilitando a sobrevivência dos ramos desprendidos.

A globularização destes novos cristais ocorre por fenômenos de engrossamento ("coarsening"). Dendritas ou pedaços em crescimento no líquido são engrossadas por mecanismos de transferência de massa, passando à uma morfologia de rosetas e em seguida esferóides ou mesmo elipsóides, em geral com líquido retido em seu interior segundo sequência de mecanismos apresentada esquematicamente na FIGURA 3.8. A tendência geral é o aumento da relação volume *versus* área superficial.

Os fenômenos de engrossamento ocorrem naturalmente em dendritas em crescimento, tendo sido amplamente estudados por vários autores⁵²⁻⁵⁶. Estes fenômenos envolvem a

transferência de massa preferencialmente de superfícies com pequeno raio de curvatura para outras de elevado raio, tendendo, portanto, a tornar superfícies internas mais planas ou com maior raio de curvatura. A agitação na reofundição estimula tais fenômenos por acelerar o transporte de massa, estimulando mecanismos conhecidos como engrossamento de Ostwald ("ripening") e mecanismos de coalescência ou "coarsening".

Nestes processos há o desaparecimento de ramos dendríticos secundários, e engrossamento dos primários, levando à uma rápida globularização. Os fenômenos de engrossamento ocorrem desde o início da solidificação, quando as distâncias para a difusão são ainda pequenas.

A FIGURA 3.9 ilustra os tres modelos de "Ostwald ripening" propostos, os quais envolvem os mecanismos: 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.

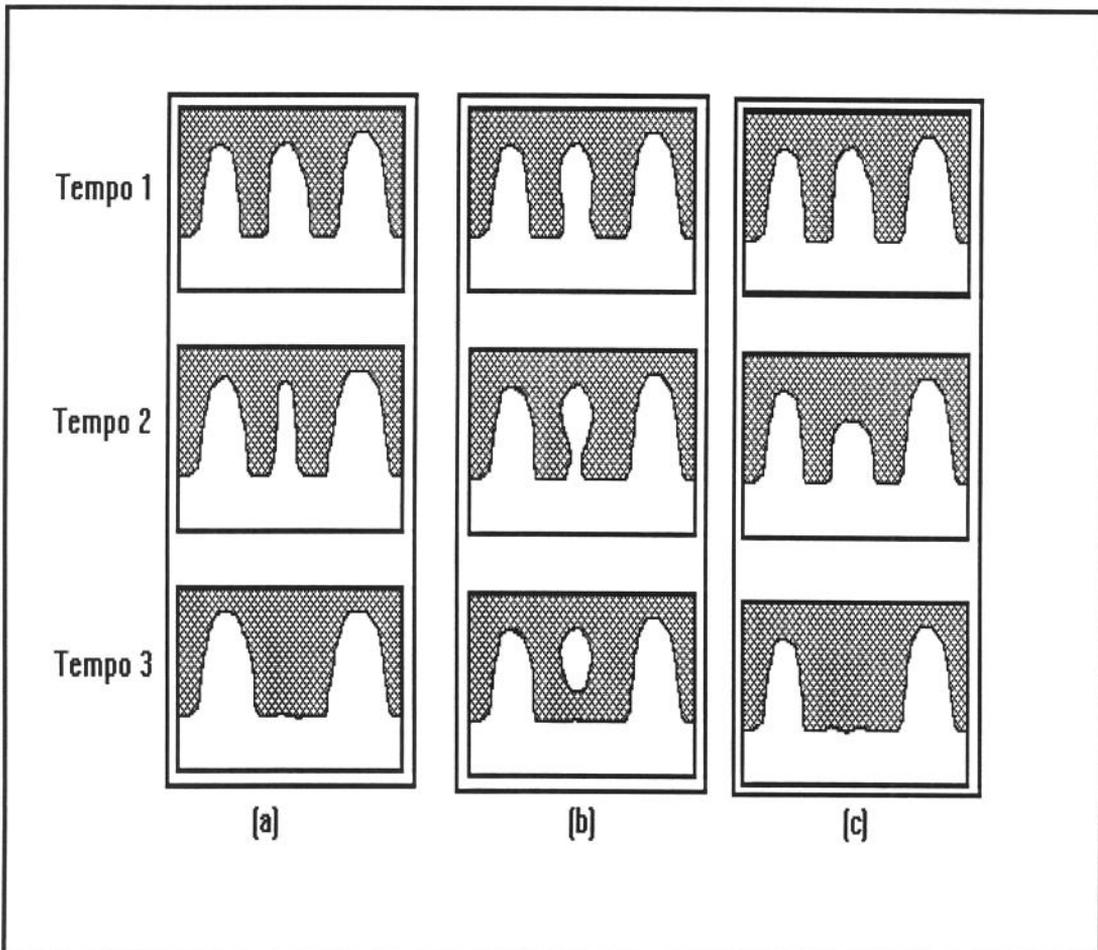


FIGURA 3.9) Esquema geral dos mecanismos de engrossamento dendrítico de "Ostwald ripening" proposto por: a) e b) Kattamis e Flemings⁵² e c) Kahlweit⁵³.

Com relação aos fenômenos de coalescência, existem dois modelos propostos por Kirkwood e Young⁵⁴ e Genda⁵⁵ 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 a 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, como mostrado pela FIGURA 3.10.

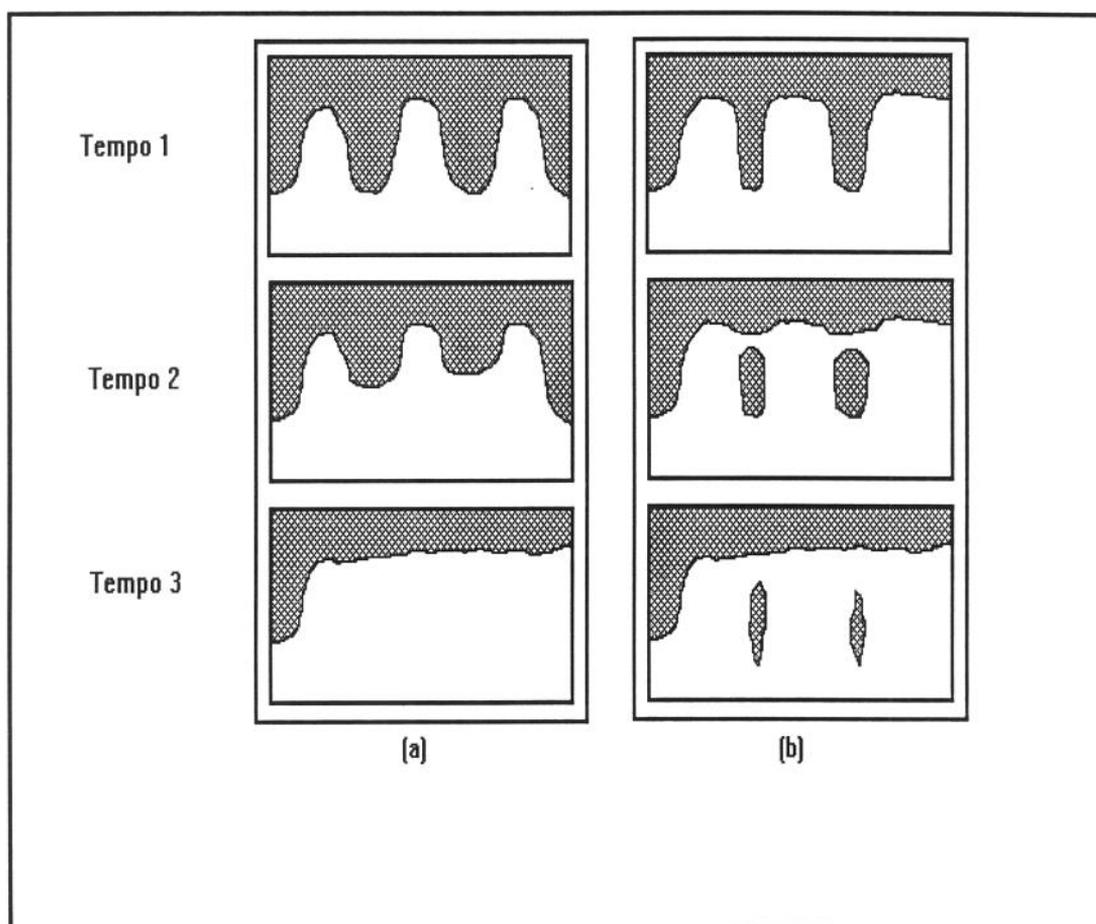


FIGURA 3.10) Esquema geral dos mecanismos de engrossamento dendrítico por coalescência proposto por: a) Kirkwood e Young⁴² e b) Genda⁴³.

É consenso entre os estudiosos que a vigorosa agitação do líquido em solidificação tem papel fundamental no rompimento dos braços dendríticos e em mecanismos de globularização de sólidos em presença de líquido.

2.5.2 - Mecanismos de formação de estruturas reofundidas a partir de sólido

a) Reofundição a partir de estruturas ultra-refinadas: nos processos que envolvem tratamentos isotérmicos para a fusão parcial de estruturas ultra-refinadas, a formação da pasta reofundida se dá simplesmente por fusão das fases secundárias nos contornos de grão, ou pela fusão parcial destes contornos. Como dito anteriormente, estruturas ultra-refinadas não apresentam formação dendrítica, e portanto, não há a necessidade da globularização, uma vez que a estrutura original já é equiaxial. Neste caso o controle da constituição da pasta depende somente da temperatura de tratamento (tempos relativamente curtos são necessários para a fusão de uma quantidade requerida de líquido), não havendo necessidade de tempos para a globularização.

Obtém-se assim estruturas bastante homogêneas, com diâmetro médio próximo à estrutura original, quando é possível evitar o crescimento da estrutura original.

Pastas reofundidas de excelentes qualidades, em termos de esfericidade, dimensão e homogeneidade de glóbulos são rapidamente obtidas a partir de estruturas ultra-refinadas. A aplicação mais ampla desse procedimento só é desestimulada pela dificuldade de obtenção de tais estruturas ultra-refinadas.

b) Reofundição a partir de estruturas dendríticas: nos processos envolvendo a fusão parcial, em repouso, de estruturas dendríticas, a ocorrência dos fenômenos de engrossamento apresentados é a responsável última pela transformação da estrutura dendrítica em pastas globulares reofundidas. Estes fenômenos são responsáveis pela modificação da estrutura dendrítica para a morfologia globular, o que ocorre através de uma série de estruturas intermediárias com morfologias irregulares. Como consequência, é frequente a retenção de poças de líquido no interior dos glóbulos da fase sólida primária.

No aquecimento de estruturas dendríticas à temperatura superior à *solidus* há fusão de fases secundárias localizadas em contornos de grão e contornos dendríticos. O sólido remanescente, cercado por líquido, tende naturalmente a globularizar. Ocorre simultaneamente homogeneização da fase sólida devido à difusão, reduzindo, ou até mesmo eliminando os seus gradientes de composição. O resultado é uma estrutura bastante grosseira, com uma significativa quantidade de

líquido retido, principalmente devida à ação de mecanismos de coalescência entre ramos dendríticos.

Reeves e Kattamis³⁴ entre outros, estudaram a cinética de engrossamento dendrítico, relacionando matematicamente a taxa de engrossamento com as variáveis de tratamento, levando em conta as características físicas do material.

Após a total globularização, ainda é possível a modelagem da taxa de crescimento dos glóbulos equiaxiais no meio líquido, com o aumento do tempo do tratamento isotérmico. O modelo mais convencional, idealizado por Lifshitz e Slyozov⁵⁷, estabelece que a cinética de crescimento é proporcional a $t^{1/3}$, para fenômenos regidos por transporte de massa no meio líquido entre as partículas sólidas (mecanismos de Ostwald) e proporcional a $t^{1/4}$, para fenômenos regidos por reações de interface (mecanismos de coalescência); isto é:

$$r^3 - r_0^3 = K_1 t \quad \text{Ostwald Ripening} \quad (01)$$

$$r^4 - r_0^4 = K_2 t \quad \text{Coalescência} \quad (02)$$

Onde r é o valor do raio médio de glóbulos após a manutenção por um tempo t , sendo r_0 o raio médio inicial dos glóbulos, para $t = 0$ portanto. K_1 e K_2 , são constantes para um determinado sistema e podem ser obtidas experimentalmente.

Trabalhos de Robert^{27,58} mostram que para altas temperaturas, ou seja, altas frações sólidas, os mecanismos de coalescência são prevalescentes, enquanto que para baixas frações sólidas os mecanismos de "Ostwald ripening" são preponderantes na modificação da estrutura dendrítica para a estrutura globular.

Para o caso de processos envolvendo fusão parcial de estruturas dendríticas previamente deformadas, a transformação da estrutura original dendrítica para pastosa globular se dá através de uma sequência de eventos: recuperação e recristalização interna da estrutura deformada, com a formação subsequente de contornos de baixo ângulo; formação de líquido em torno dos contornos dendríticos originais, pela fusão das fases secundárias; "molhamento" dos contornos recristalizados e separação destes pela penetração do líquido, e finalmente o crescimento destes grãos isolados no líquido.

A deformação prévia do material produz dobramento de braços interdendríticos, promovendo a recristalização por acúmulo de discordâncias em sítios preferenciais, ou mesmo pela

diferença significativa de orientação cristalina entre os vários ramos dobrados. A região de transição entre o ramo dobrado e o corpo principal da dendrita apresenta acúmulo de defeitos, constituindo-se de um sub-grão que pode evoluir para um contorno de grão recristalizado.

Se o contorno formado apresentar alta energia, isto é, se a energia superficial do contorno de grão for superior à duas vezes a energia superficial sólido/líquido, o sistema tende a reduzir as energias internas promovendo a penetração de líquido, destruindo os contornos e formando duas novas superfícies sólido/líquido. Assim, o grão recristalizado é separado e passa a crescer equiaxialmente no líquido, constituindo a pasta reofundida.

O mecanismo de recristalização é semelhante ao de ruptura dendrítica proposto por Vogel³ explicado anteriormente para o caso de vigorosa agitação no líquido próximo à dendritas já formadas.

No presente caso, a recristalização e separação dos novos grãos resulta na passagem direta de dendritas à sólido globular, sem estágios morfológicos intermediários. Obtém-se uma estrutura bastante regular, com alta esfericidade e pequenas dimensões de glóbulos, isentos de líquido retido em seu interior.

O processo se presta à qualquer tipo de liga, mesmo ferrosas ou ligas com alto ponto de fusão, sendo de fácil controle e operacionalidade.

Para reduzidas deformações, a energia do contorno de grão formado é pequena e pode não preencher o requisito de ser superior à duas vezes a energia dos contornos sólido/líquido, neste caso, há recristalização mas não ocorre a separação dos grãos recristalizados. Pode ainda haver a formação de reofundido pelos mecanismos de engrossamento já citados.

Nos processos envolvendo a fusão parcial de estruturas dendríticas seguida de aplicação de pressão, a transformação dendritas/glóbulos ocorre por mecanismos de rompimento dendrítico associadas com mecanismos de engrossamento.

A eficiência na promoção deste rompimento é bastante reduzida, quando comparada a ocorrida no processo anterior, onde a estrutura sólida é deformada à frio, e só então levada à fusão parcial. Naquele caso a recristalização ocorre durante o aquecimento do material. Quando este atinge a temperatura do tratamento isotérmico, já está completamente recristalizado.

No presente caso a deformação é imposta ao material à altas temperatura, na presença de líquido. O material é mais dúctil, e o líquido presente auxilia na acomodação de tensões, no entanto, o rompimento pode ocorrer para altas taxas de deformação. Fenômenos de engrossamento estão atuantes durante o aquecimento, durante a fusão à fração sólida desejada e durante a aplicação da carga. O resultado obtido é inferior ao caso de aplicação prévia de carga.

3 - Procedimento experimental

Dentre os processos de obtenção de reofundidos descritos neste trabalho, optou-se pela produção de estruturas globulares utilizando processo de fusão parcial de sólidos dendríticos, via tratamento à uma temperatura superior à *solidus*.

Neste processo de fácil operação, são obtidas estruturas globulares de melhor e mais homogênea qualidade quando comparadas às obtidas a partir de líquidos.

3.1 - Preparo do material para o tratamento isotérmico

Os lingotes fundidos, preparados como indicado no capítulo 2, foram aplainados para as dimensões 500 x 100 x 11mm. Parte destes lingotes, com estrutura dendrítica já descrita, foi usado diretamente no tratamento isotérmico. A saber: dois lingotes de 500 x 100 x 11 mm para cada uma das quatro condições de tamanho de grão indicados na TABELA 2.2, no total de oito lingotes.

Para se ter disponível uma maior faixa de variação de tamanhos de grão iniciais, outros dois lingotes em cada condição foram deformados por laminação para se promover a diminuição do tamanho de grão.

Estes lingotes foram aquecidos em forno do tipo mufla à temperatura de 773K (500°C) por 1H30, para a promoção de solubilização do cobre na matriz de alumínio e laminados, à esta temperatura, com redução de 40% (deformação real) na espessura, em laminador de laboratório à velocidade de 25 rotações por minuto.

Após a laminação dos lingotes, estes foram resfriadas ao ar e preparados para o tratamento isotérmico de reofundição. A deformação a frio por laminação foi inicialmente testada, porém não foram obtidos resultados satisfatórios devido ao grande número de trincas originados.

3.2 - Tratamentos isotérmicos

Os lingotes fundidos e os laminados foram cortados em placas com 100 x 110 x 7 mm, para a execução de tratamento isotérmico em forno tipo câmara EDG F-01, mostrado na FIGURA 3.11. A temperatura de trabalho do forno foi de $923 \pm 2\text{K}$ ($650 \pm 2^\circ\text{C}$). As placas foram colocadas dentro do forno e retiradas após 1H15, tempo suficiente para a homogeneização da temperatura por toda a amostra à temperatura de cerca de 901K (ou 628°C), o que equivale à uma fração sólida de aproximadamente 60%, segundo cálculo usando a equação de Scheil⁵⁹.

Foram necessários inúmeros testes para se chegar à uma temperatura e tempo ótimos para a obtenção da estrutura reofundida. Os resultados insatisfatórios foram simplesmente não levados em conta uma vez que não originaram a microestrutura esperada.

Após tratamento, as placas foram submetidas a resfriamento rápido em água. Foram assim obtidas 72 placas de 100 x 110 x 7 mm, com 8 diferentes condições de estrutura, totalizando 9 placas para cada condição (para a obtenção de corpos de prova e para tratamentos subsequentes).

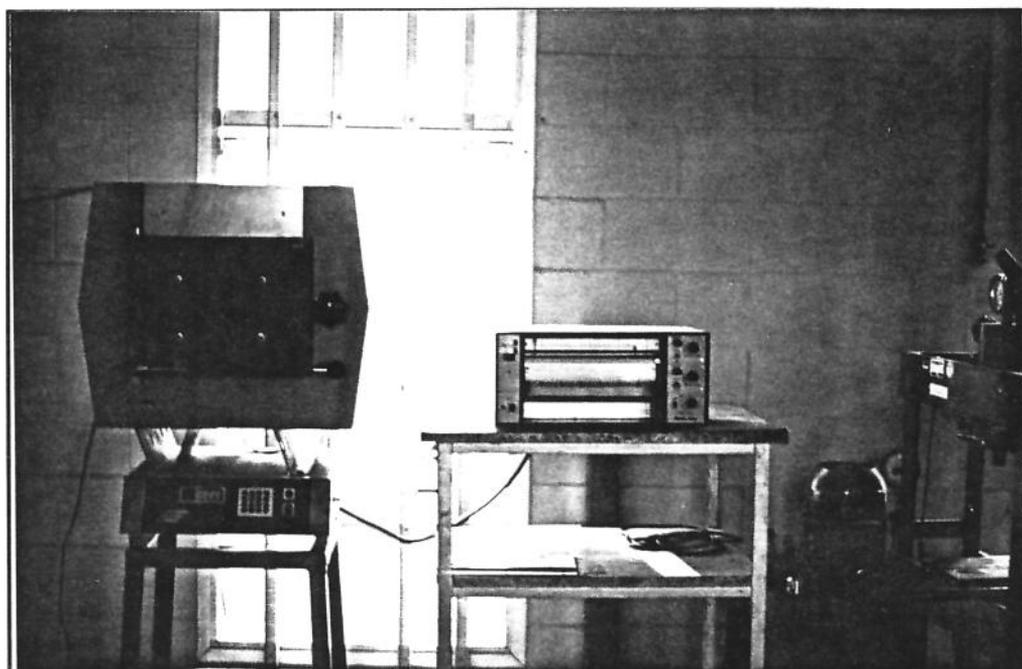


FIGURA 3.11) Fotografia mostrando equipamentos e instrumentação utilizados nos experimentos de tratamentos isotérmicos para a obtenção das pastas reofundidas.

3.3 - Caracterização macroestrutural

Todas as placas refundidas assim obtidas foram examinadas por metalografia ótica quantitativa e qualitativa, para se caracterizar a macro e microestrutura. A macroestrutura foi observada fazendo-se um corte transversal, à uma distância de 20mm das bordas das placas. Esta face foi lixada até grana 600 Mesh e atacada quimicamente, com o reativo 10g de NaOH em 90cm³ de água destilada, seguido de lavagem da amostra em 50cm³ de ácido clorídrico diluído em 50 cm³ de água destilada. As amostras foram fotografadas com auxílio de uma lente especial para macrofotografias, possibilitando uma ampliação de 2,5 vezes o tamanho real.

Com a amostra atacada procedeu-se a análise do tamanho médio de grãos, por metalografia ótica quantitativa, através do método das intersecções, já descrito no item 1.3 em capítulo anterior, a partir de um mínimo de 25 contagens por amostra. Foram executadas as caracterizações para todas as amostras obtidas, sendo o ensaio repetido três vezes, ou seja, para cada refundido obtido de um tamanho de grão original, no estado fundido ou deformado, executou-se três ensaios, ou seja, um total de 600 contagens (75 contagens para cada uma das 4 condições fundidas e 75 contagens para cada uma das 4 condições deformadas).

3.4 - Caracterização microestrutural

A análise micrográfica foi executada com as mesmas amostras; porém após o lixamento até 600 mesh a amostra foi polida eletroquimicamente através do eletrólito II (800ml de etanol P.A., 140 ml de água destilada e 60 ml de ácido perclórico P.A.), sob tensão de 8,5 volts, corrente de 1 A e tempo de 15 segundos. A caracterização do tamanho interdendrítico assim como da presença e distribuição do CuAl₃ foi executada em um microscópio ótico Neophot 55, sob luz de halogênio à baixos aumentos. As amostras foram ainda fotografadas com auxílio deste equipamento com baixo aumento (de 10 até 32X) e para grande amplitude (de 100 até 200X). As contagens para caracterização do tamanho de glóbulo também foram executadas através do método dos interceptos, com o mesmo procedimento adotado para a contagem de tamanho de grão.

As microestruturas reofundidas obtidas foram ainda analisadas por microscopia eletrônica de varredura. Assim como as estruturas dendríticas, as amostras reofundidas, (oito condições, sendo quatro reofundidas diretamente do fundido e quatro reofundidas após deformação por laminação) foram lixadas e polidas em pasta de diamante até $0,25\mu\text{m}$ e caracterizadas por imagem de elétrons secundários e imagem de raios - X, além da caracterização por microsonda eletrônica. Foram utilizadas as mesmas condições da análise das estruturas dendríticas, descritas anteriormente.

4 - Resultados e discussões

4.1 - Reofundidos obtidos

As placas reofundidas obtidas com cerca de 210 ± 10 g cada apresentaram uma fina camada oxidada em sua superfície, pois os tratamentos não foram realizados em atmosfera inerte. Esta camada será eliminada quando da usinagem para a obtenção dos corpos de prova para ensaio de tração.

Foi tomado o cuidado de minimizar variações estruturais nas placas reofundidas, devidas a diferentes taxas de aquecimento nas diferentes seções, pelo uso de placas de pequena espessura. Peso e dimensões foram cuidadosamente controlados para evitar variações das condições térmicas em diferentes placas.

Pequenas variações de temperatura de 4K (4°C) foram observadas na placa durante tratamento, as quais não foram consideradas significativas para provocar modificações estruturais sensíveis.

4.2 - Caracterização macroestrutural

A FIGURA 3.12 ilustra as macrografias para as estruturas refundidas obtidas diretamente a partir dos lingotes fundidos com diferentes tamanhos de grão (39, 69, 95 e 125 μm).

A morfologia dos grãos refundidos se assemelha à do fundido do qual originou, mantendo a equiaxialidade na maioria dos casos. Pode ser observado que também as dimensões dos grãos no refundido seguem a tendência dos grãos fundidos: maiores grãos refundidos são produzidos a partir de fundidos com os maiores valores de diâmetro médio de grão.

A TABELA 3.1 apresenta os diâmetros médios de grãos dos refundidos, para comparação com os dos fundidos dos quais são oriundos.

TABELA 3.1) Tamanhos de grão dos refundidos obtidos diretamente das estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão.

Fundido (μm) [*]	Refundido (μm) ^{**}
39 \pm 5	76 \pm 9
68 \pm 7	101 \pm 19
95 \pm 10	118 \pm 24
125 \pm 15	165 \pm 47

* - Estruturas na FIGURA 2.7 e ** - Estruturas na FIGURA 3.12.

Estas macrografias devem ser comparadas com as macrografias, referentes à estrutura dendrítica, apresentadas no capítulo anterior (FIGURA 2.7). Nota-se claramente o aumento de tamanho entre os grãos da estrutura dendrítica com relação ao refundido, como efeito do tratamento térmico. A manutenção à elevadas temperaturas promoveu o crescimento dos grãos. O crescimento não é linear, sendo mais rápido para a estrutura de menor tamanho de grãos, conforme será discutido posteriormente.

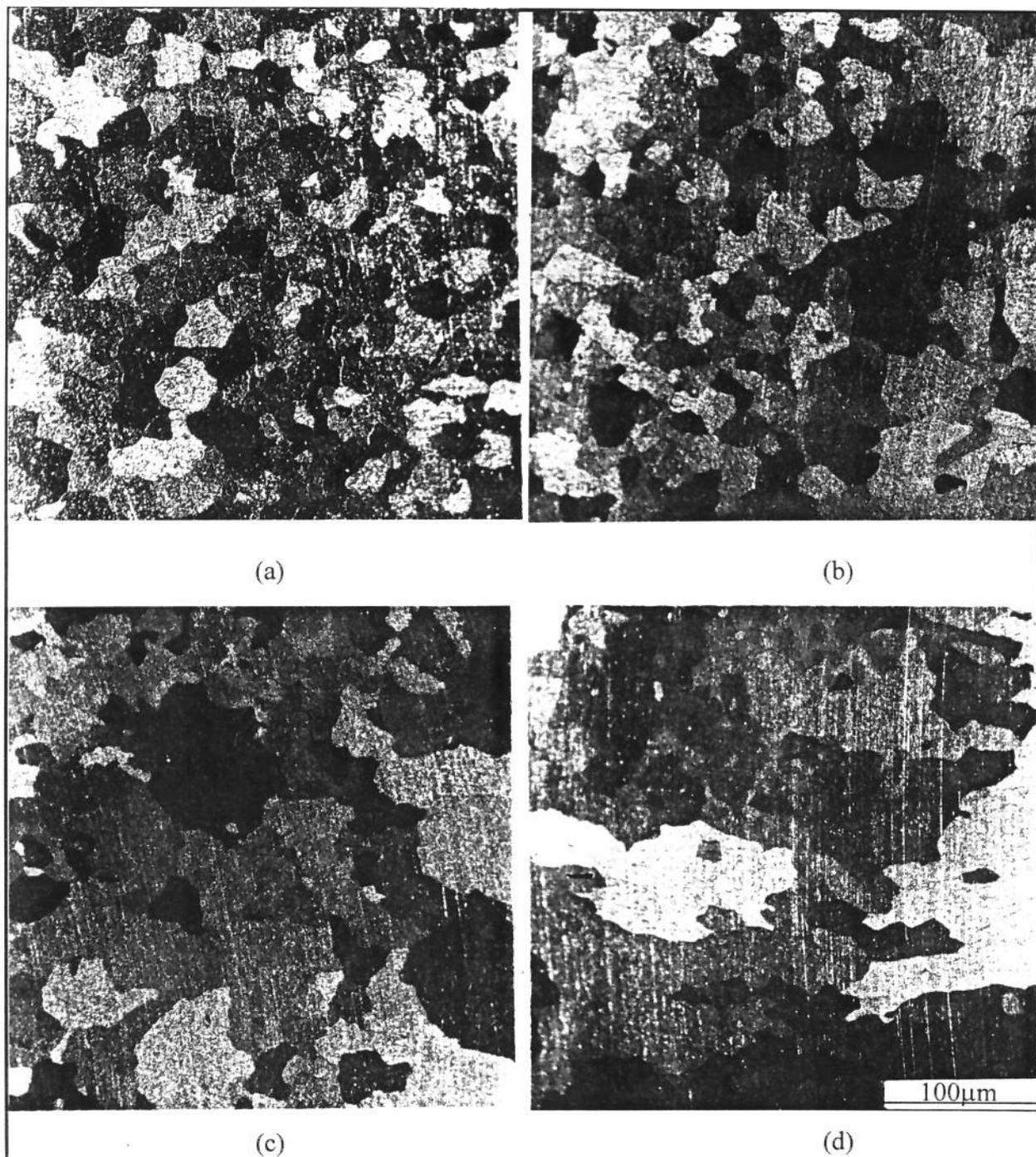


FIGURA 3.12) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado reofundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão: a) 39µm; b) 69µm; c) 95 µm e d) 125µm.

No cálculo dos tamanhos médios dos grãos, observou-se uma variação de 10,1 a 12,8% em torno do valor médio para a estrutura dendrítica e de 18,8 a 28,5% para a reofundida, indicando maior uniformidade de tamanho de grão para a estrutura fundida. O mecanismo de crescimento de

glóbulos, provavelmente por coalescência de contornos, levou à uma maior heterogeneidade na estrutura, para o tempo de tratamento utilizado.

Esta amplitude de distribuição de diâmetros de grãos não pode ser considerada significativa, sendo típica de estruturas reofundidas por tratamento térmico. Na reofundição por processos envolvendo agitação, ainda maior heterogeneidade estrutural é produzida.

As macroestruturas obtidas para as placas solubilizadas por 01H00 a 773K (500°C), e deformadas 40% por laminação e só então tratadas isotérmicamente podem ser vistas nas FIGURAS 3.13 e os resultados para a contagem de grão/glóbulo podem ser vistos na TABELA 3.2.

TABELA 3.2) Tamanho de grão dos reofundidos obtidos a partir de fundidos com diferentes tamanhos de grão deformados 40% por laminação.

Fundido (μm)	Reofundido* (μm)
39 ± 5	16 ± 3
69 ± 7	18 ± 2
95 ± 10	19 ± 2
125 ± 15	25 ± 2

* - Estruturas na FIGURA 3.13.

Em primeiro lugar pode ser notada a grande diferença nos tamanhos de grãos dos reofundidos obtidos por tratamento de fundidos deformados, quando comparados com os grãos dos reofundidos obtidos diretamente de fundidos. Dimensões de grãos da ordem de 15 a 30 μm são agora obtidas, enquanto no primeiro caso o valor mínimo obtido foi da ordem de 76 μm .

As fotomicrografias apresentadas indicam que a evolução das distintas macroestruturas deformadas para reofundidas acarreta uma menor variação do tamanho de grão produzido, indicando que a recristalização executada durante a etapa de laminação a quente transformou as quatro estruturas iniciais em estruturas semelhantes. No entanto, as diferenças nos fundidos promoveram variações ainda sensíveis no tamanho de grão dos reofundidos deles oriundos.

A distribuição de valores de diâmetros em uma determinada amostra reofundida varia de 10,5 a 18,8% indicando novamente certa heterogeneidade estrutural na estruturas reofundidas

obtidas. Quanto à morfologia, os grãos refundidos são equiaxiais e bastante homogêneos, diferenciando-se significativamente dos grãos originais fundidos e da macroestrutura do material refundido obtido por tratamento sem deformação prévia, os quais em alguns casos ainda apresenta uma certa direcionalidade.

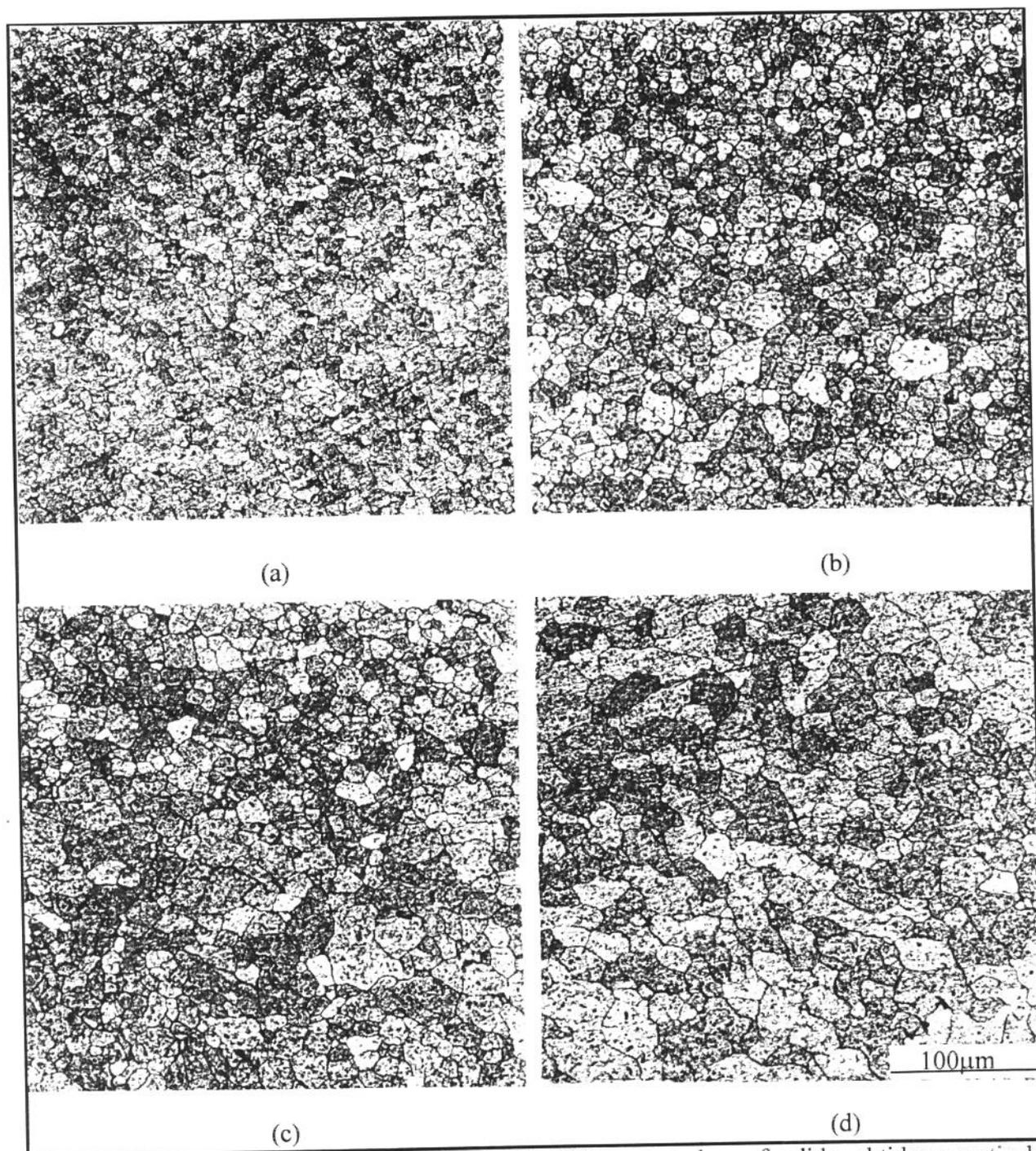


FIGURA 3.13) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão: a) 39µm; b) 69µm; c) 95 µm e d) 125µm após deformação de 40% por laminação.

4.3 - Caracterização microestrutural

As FIGURAS 3.14 e 3.15 apresentam as microestruturas dos fundidos obtidos a partir de tratamentos isotérmicos de material fundido com diferentes tamanhos de grãos. A morfologia das microestruturas obtidas se apresenta bastante irregular, tendendo, no entanto, a globular. Pode ser observada grande quantidade de fase eutética no interior dos glóbulos, como poças, e também de maneira contínua nos seus contornos. Em todos os casos se apresenta cercada por região de elevado teor de cobre, à semelhança da estrutura dendrítica da qual se originou. A segregação de cobre parece maior na amostra oriunda do maior espaçamento interdendrítico, provavelmente devido às maiores distâncias para a difusão.

Nota-se claramente o aumento do tamanho dos glóbulos reofundidos com o aumento do espaçamento interdendrítico das estruturas fundidas que os originaram. A TABELA 3.3 apresenta os dados obtidos com relação ao tamanho interdendrítico original e o tamanho de glóbulos originados no reofundido.

TABELA 3.3) Tamanhos de glóbulos dos reofundidos obtidos a partir de fundidos com diferentes espaçamentos interdendríticos.

Fundido (μm)	Reofundido (μm)
$6,8 \pm 1,3$	$23,7 \pm 6,4$
$7,8 \pm 1,2$	$59,0 \pm 15,5$
$9,2 \pm 1,2$	$92,2 \pm 14,9$
$12,5 \pm 2,3$	$131,6 \pm 21,9$

A variação no tamanho dos glóbulos é bastante sensível, obtendo-se valores de 23,7 a 131,6 μm . Variações de 16,6 a 27,1% em torno do valor médio do tamanho de glóbulos em uma determinada condição são observadas, indicando certa inomogeneidade na microestrutura, como observado na macroestrutura. Da mesma maneira que para a macroestrutura, o crescimento dos

glóbulos não é linear com o aumento do espaçamento dendrítico do qual se originam: estruturas originariamente mais finas crescem mais rapidamente, conforme será discutido posteriormente.

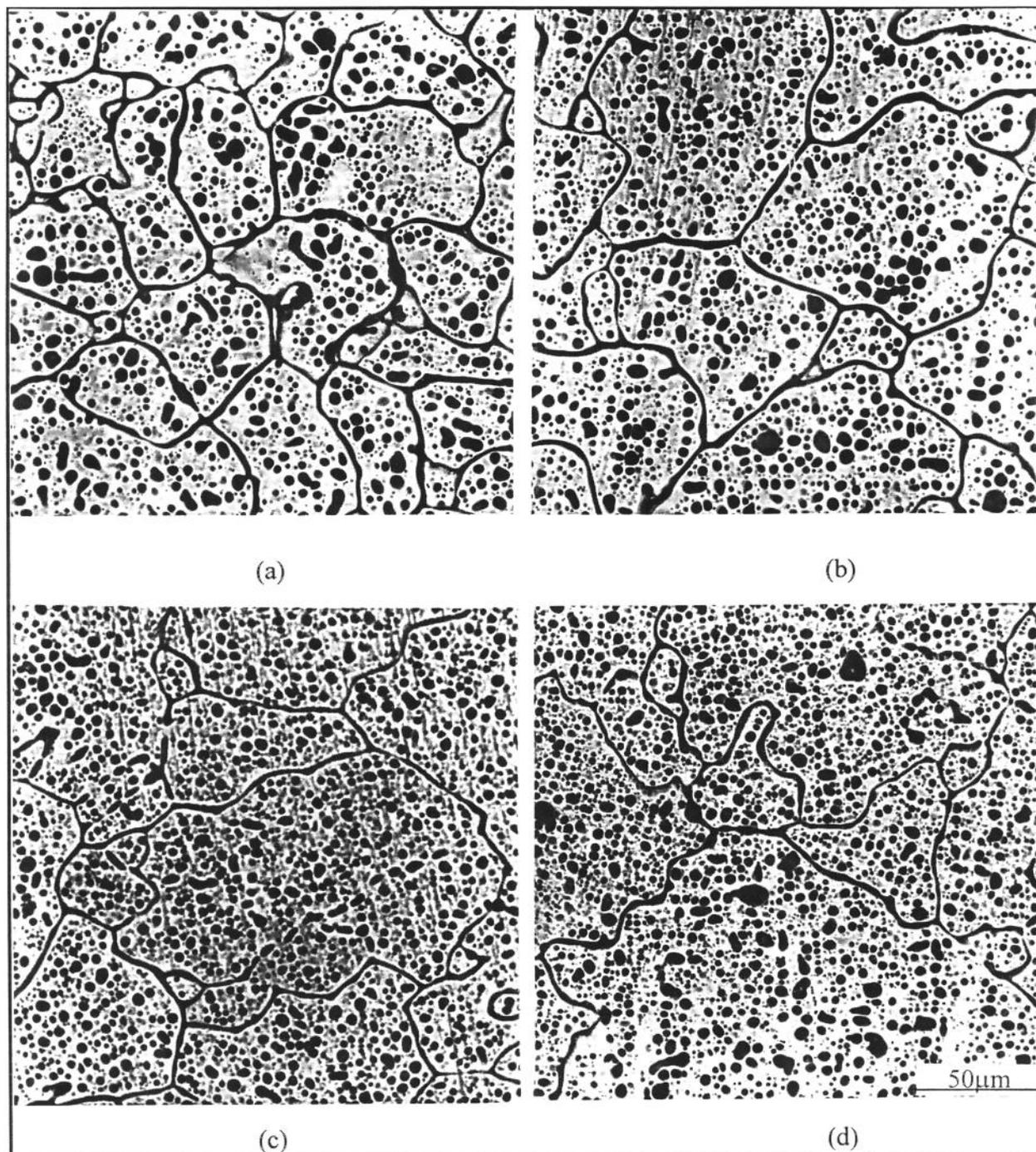


FIGURA 3.14) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão: a) 39μm; b) 69μm; c) 95μm e d) 125μm.

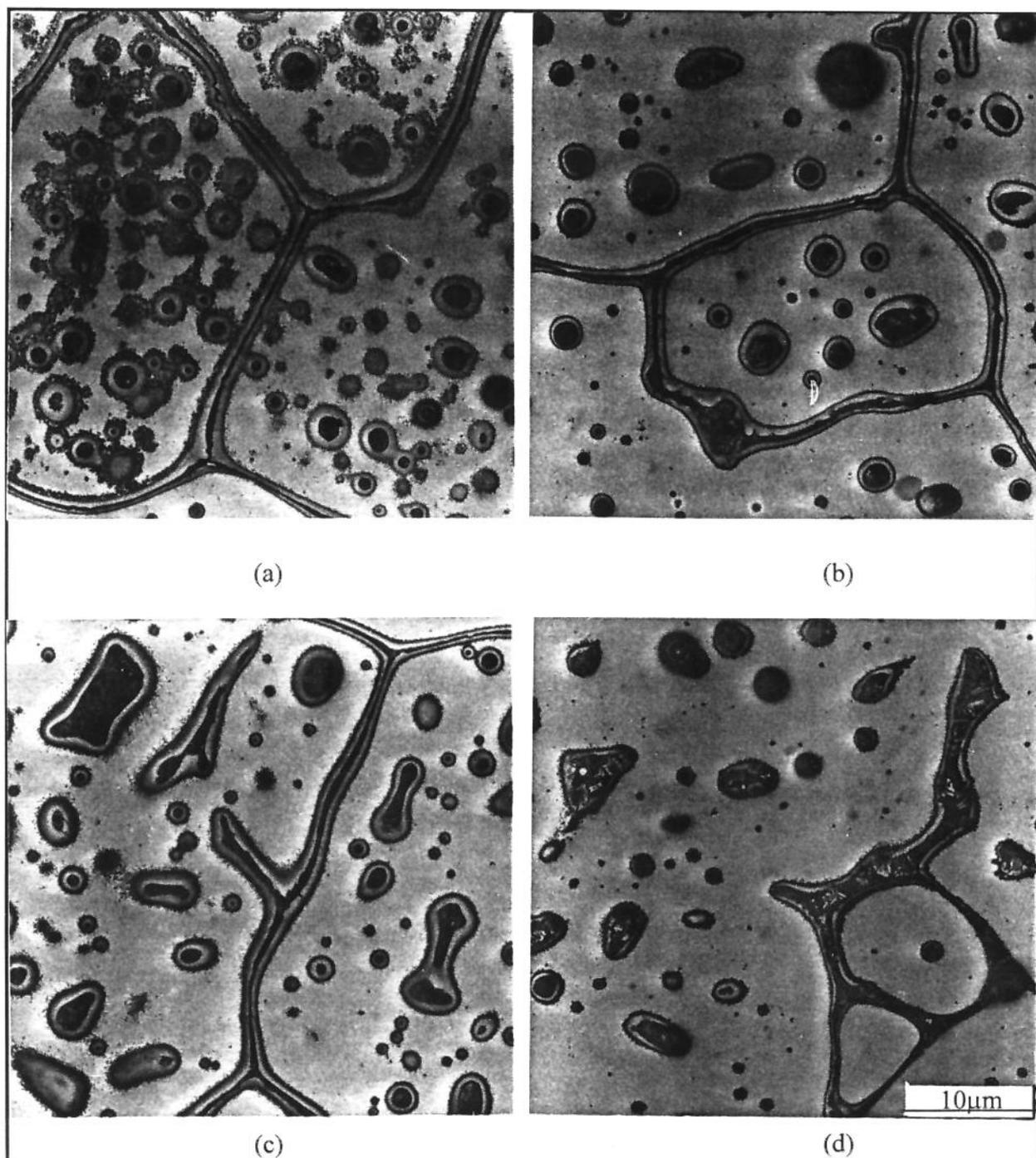


FIGURA 3.15) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão: a) 39 μ m; b) 69 μ m; c) 95 μ m e d) 125 μ m, vistas sob maior aumento.

As FIGURAS 3.16 e 3.17 ilustram as microestruturas originadas a partir das estruturas dendríticas deformadas. Estruturas globulares de pequenas dimensões são observadas em todos os casos. Podem ser notadas poças de eutético no interior dos glóbulos, assim como a presença desta

mesma fase de forma contínua nos contornos e uma região rica em cobre ao redor da fase eutética, tanto no interior quanto nos contornos de glóbulos. Tem-se ainda que a morfologia apresentada pelas fotomicrografias mostra uma microestrutura mais equiaxial e homogênea que a apresentada pela estrutura obtida de fundidos isentos de deformação.

A TABELA 3.4 coloca os dados obtidos, com relação ao tamanho interdendrítico original, e os dados referentes aos glóbulos oriundos de tratamento de homoneização a 773K (500°C), seguida de deformação termo-mecânica por laminação com redução de 40% na espessura, e reofundidos por tratamento isotérmico.

TABELA 3.4) Tamanho de glóbulos dos reofundidos obtidos a partir de fundidos com diferentes espaçamentos interdendríticos, após deformação de 40% por laminação.

Fundido (μm).	Deformado e reofundido (μm).
$6,8 \pm 1,3$	$16,3 \pm 3,2$
$7,8 \pm 1,2$	$18,3 \pm 2,1$
$9,2 \pm 1,2$	$19,4 \pm 2,4$
$12,5 \pm 2,3$	$25,4 \pm 2,3$

Tem-se que a variação de tamanho dos glóbulos é bastante pequena em função das várias condições, como ocorrido para a macroestrutura. Variações de tamanhos de glóbulos de 16,3 a 25,4 μm são obtidos. A homogeneidade da estrutura pode ser avaliada pela dispersão em torno do valor médio de glóbulo: pode variar de 9,1 a 19,6%.

Uma interessante observação a ser feita é que os tamanhos de grãos deste tipo de estrutura coincidem com os glóbulos da sua microestrutura, o que não ocorre para a estrutura isenta de deformação. A explicação dos mecanismos de formação das estruturas reofundidas apresentada a seguir esclarece estes fatos.

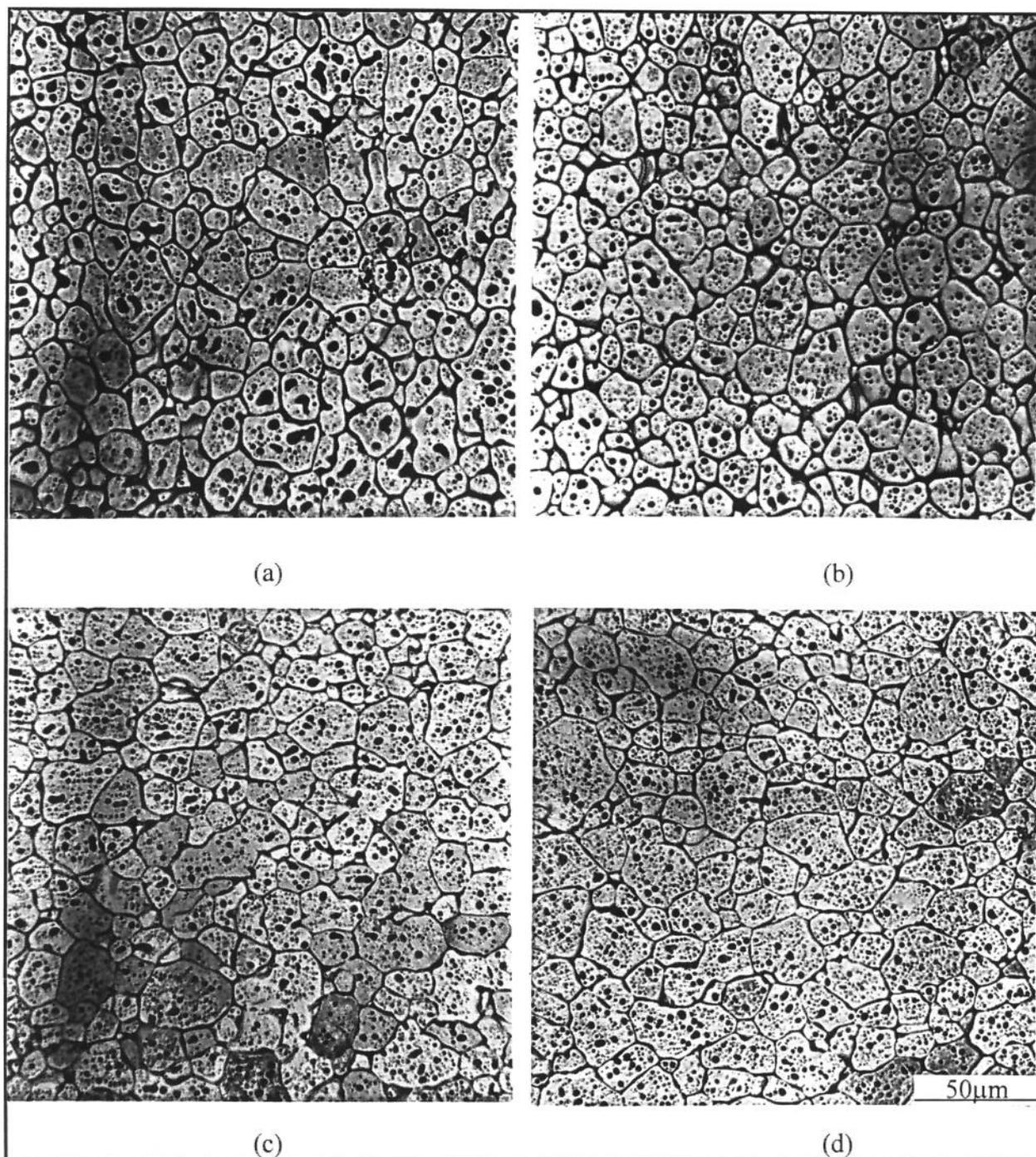


FIGURA 3.16) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes espaçamentos interdendríticos: a) 6,8 μ m; b) 7,8 μ m; c) 9,2 μ m e d) 12,5 μ m, após deformação por laminação de 40%.

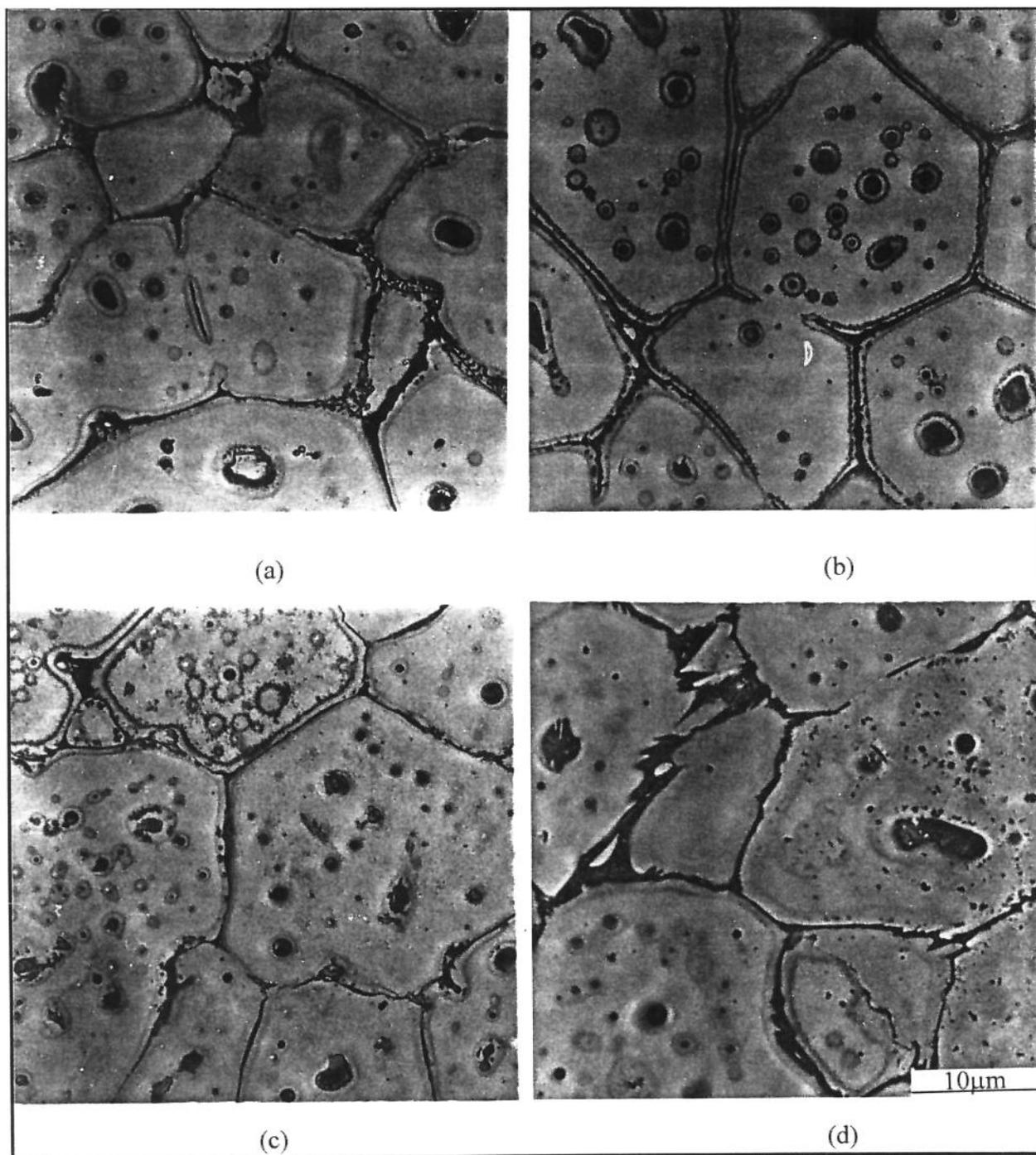


FIGURA 3.17) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes espaçamentos interdendríticos: a) 6,8 μ m; b) 7,8 μ m; c) 9,2 μ m e d) 12,5 μ m, após deformação por laminação de 40%, vistas sob maior aumento.

4.4 - Caracterização por microscopia eletrônica

Uma análise mais precisa das estruturas reofundidas produzidas a partir de fundidos com e sem deformação pode ser realizada com auxílio do microscópio eletrônico de varredura. A FIGURA 3.18 ilustra as micrografias dos reofundidos obtidos diretamente da estrutura dendrítica, vistas sob imagem de elétrons secundários.

Coloração clara indica regiões ricas em cobre. Pode ser notada a presença de altos teores de cobre nos contornos de glóbulos e em poças no seu interior. As imagens de raios - X das mesmas regiões, apresentadas na FIGURA 3.19, mostram claramente esta localização preferencial do cobre em contornos de glóbulos e pequenas poças no seu interior. Pouco sinal de cobre pode ser detetado no interior da matriz de alumínio.

As FIGURAS 3.20 e 3.21 mostram as mesmas regiões, sob maior aumento, para imagem de elétrons secundários e imagem de raios - X respectivamente. Este maior aumento é utilizado para uma melhor caracterização da morfologia do eutético e da distribuição do cobre na matriz.

As imagens confirmam a localização do cobre na fase eutética, quase que exclusivamente. Tem-se que o teor de cobre na fase primária da liga Al-4,5wt%Cu reofundida nestas condições é inferior ao observado para a condição dendrítica. A FIGURA 3.22 ilustra o perfil de cobre para tres linhas separadas de microanálise, na estrutura reofundida.

O teor médio de cobre existente na matriz das estruturas reofundidas obtidas a partir do tratamento isotérmico à temperatura superior à *solidus*, excluindo as contagens com teores superiores à 5,7wt%Cu, pode ser visto na TABELA 3.5.

TABELA 3.5) Teor médio de cobre na fase primária da estrutura reofundida.

Tamanho médio de glóbulo (μm).	Teor médio de cobre (wt%Cu)
76 ± 9	$0,54 \pm 0,05$
101 ± 19	$0,68 \pm 0,05$
118 ± 24	$0,77 \pm 0,05$
165 ± 47	$0,85 \pm 0,05$

Tem-se que enquanto o perfil de cobre da estrutura dendrítica mantém uma média de 1,65 a 2,30wt%Cu na matriz de alumínio, para a estrutura reofundida a média varia de 0,54wt%Cu a 0,85wt%Cu, ou seja, para qualquer uma das condições, o teor de cobre no alumínio α é inferior no reofundido. O maior valor de teor médio foi obtido para o reofundido produzido a partir de estrutura dendrítica mais refinada, isto é, a que apresenta maiores teores de cobre em solução.

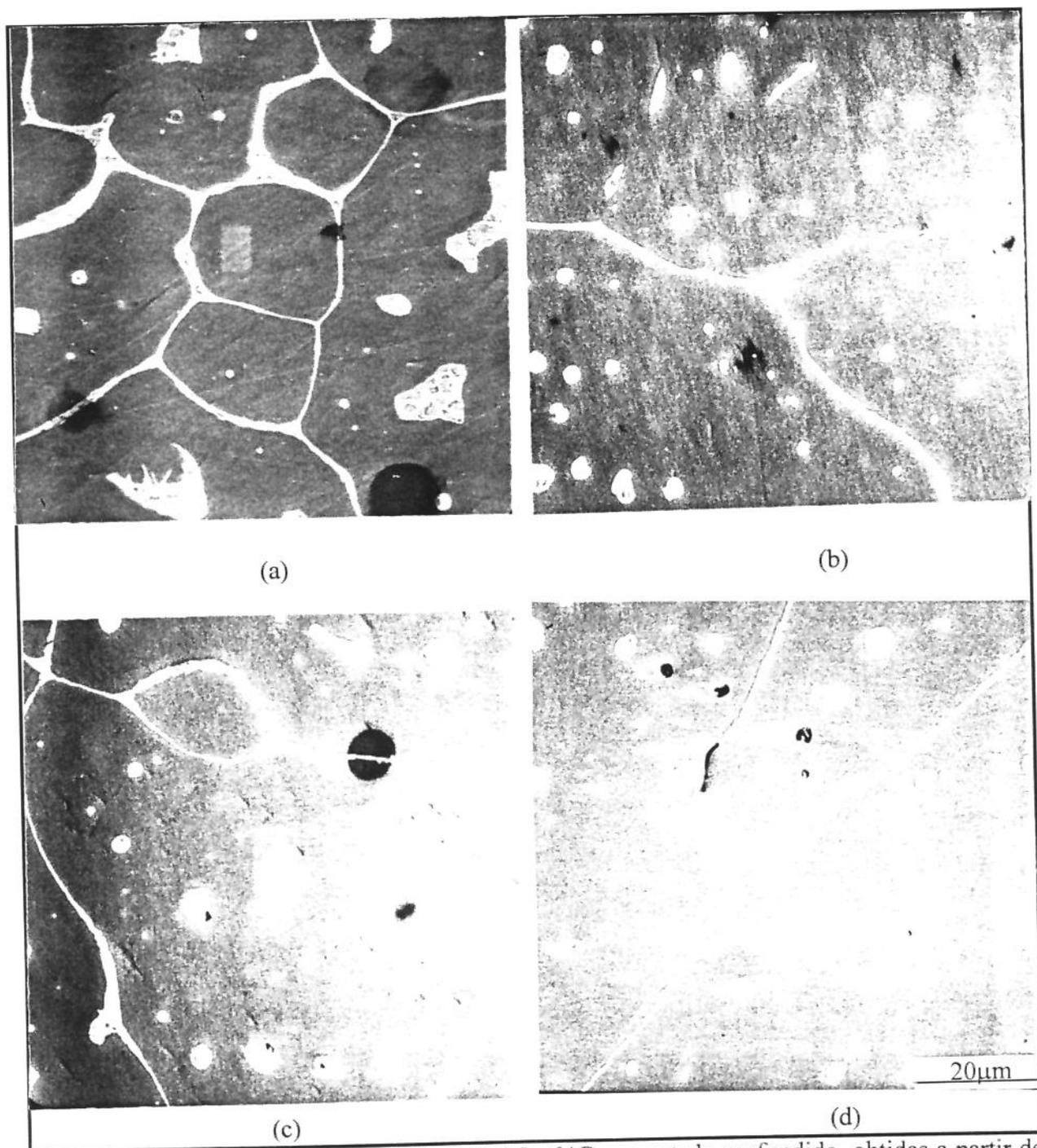


FIGURA 3.18) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado reofundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão: a) 39µm; b) 69µm; c) 95 µm e d) 125µm vistas sob imagem de elétrons secundários.

O processo de re fundição promoveu, portanto, aumento do teor de cobre nos contornos de glóbulos, originando contornos espessos preenchidos com a fase eutética. Também promoveu a oclusão de líquido com elevado teor de cobre no interior do glóbulo. Os valores obtidos para uma determinada condição mostram maior homogeneidade da distribuição desse elemento ao longo da fase primária. A composição dos contornos de glóbulo, obtida por microanálise é bastante próxima do eutético, assim como as poças no interior dos glóbulos.

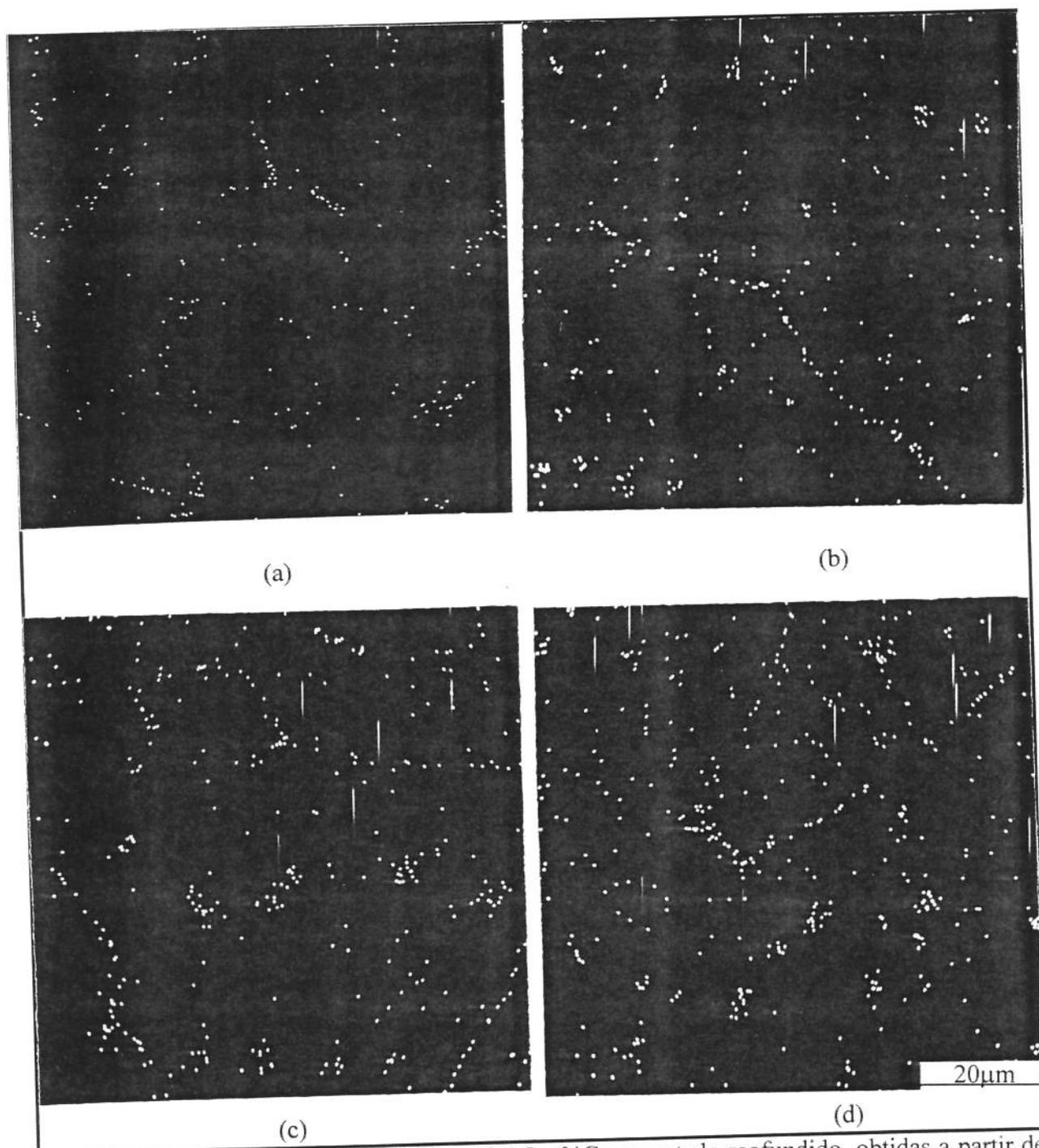


FIGURA 3.19) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado re fundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão: a) 39μm; b) 69μm; c) 95 μm e d) 125μm vistas sob imagem de raios - X, mostrando a mesma região da figura anterior.

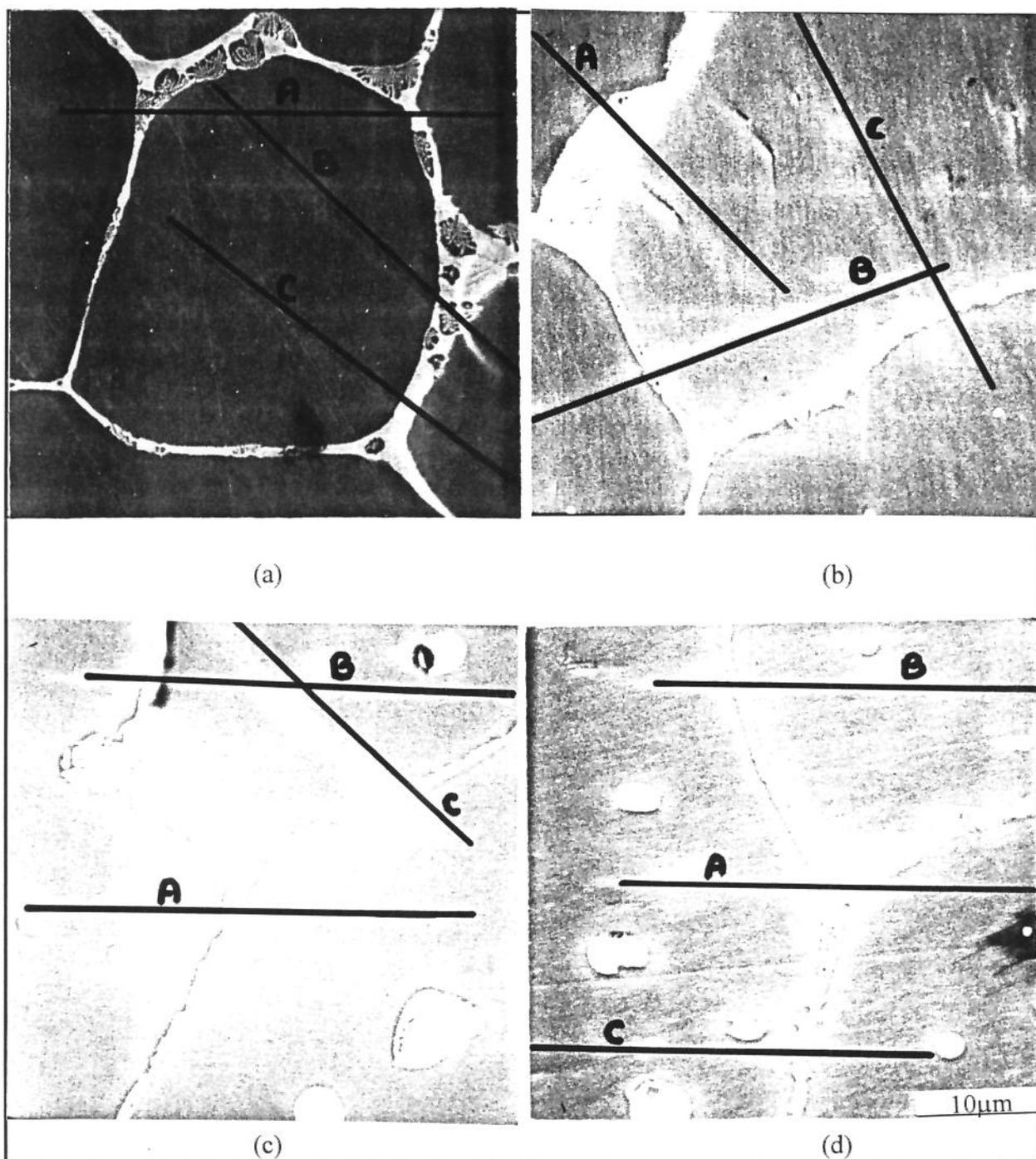


FIGURA 3.20) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão: a) 39μm; b) 69μm; c) 95 μm e d) 125μm vistas sob imagem de elétrons secundários sob maior aumento.

Da TABELA 3.5 tem-se ainda que a matriz de fase primária é bastante pobre em cobre, estando este elemento concentrado na região de contorno de glóbulo. Este fenômeno se deve ao engrossamento dos contornos de grão/glóbulo que concentram as regiões ricas em CuAl_2 . A fusão

da superfície de braços dendríticos, região esta rica em cobre, é portanto responsável pelo empobrecimento médio da matriz.

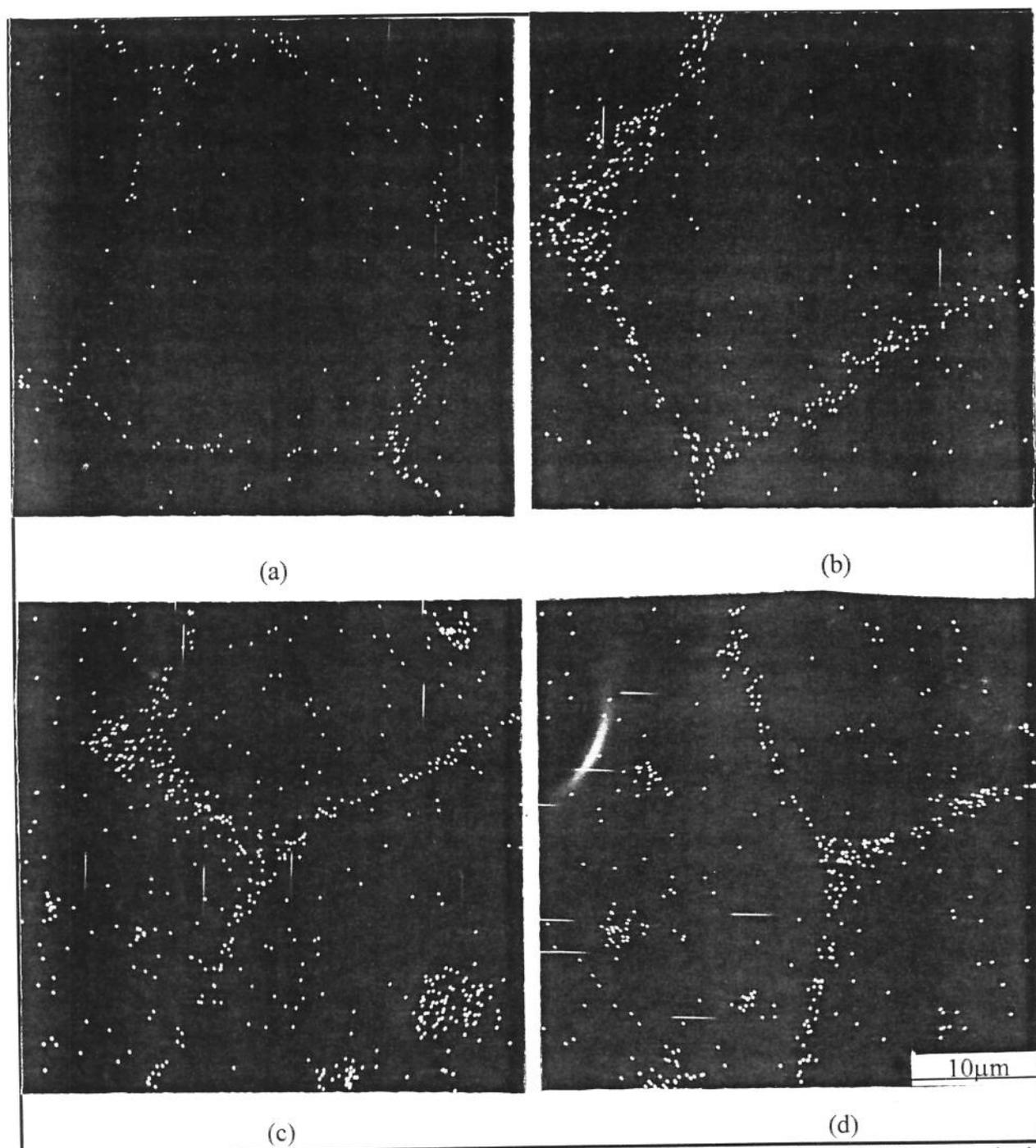
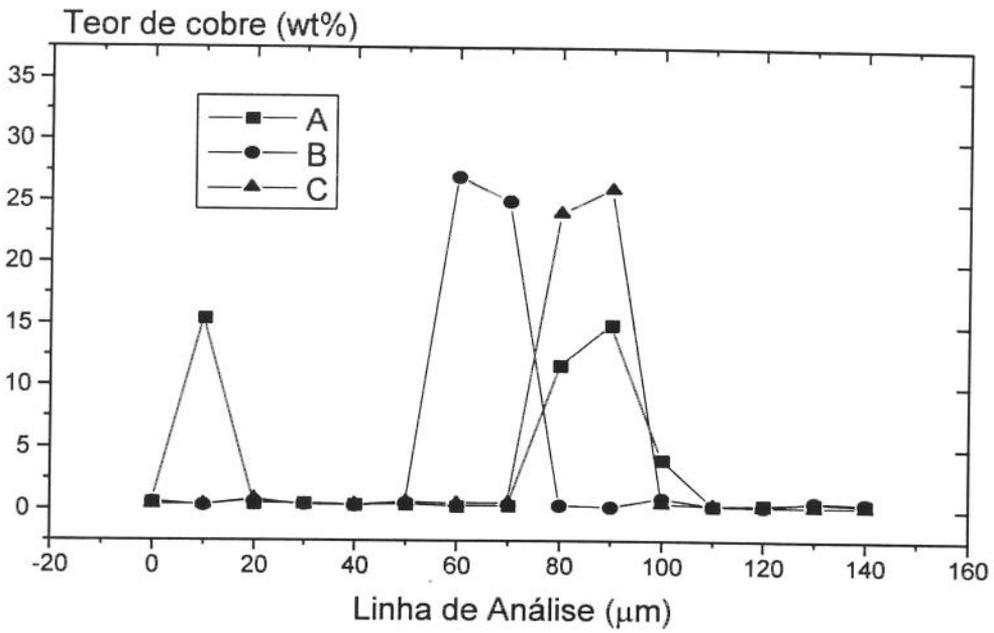
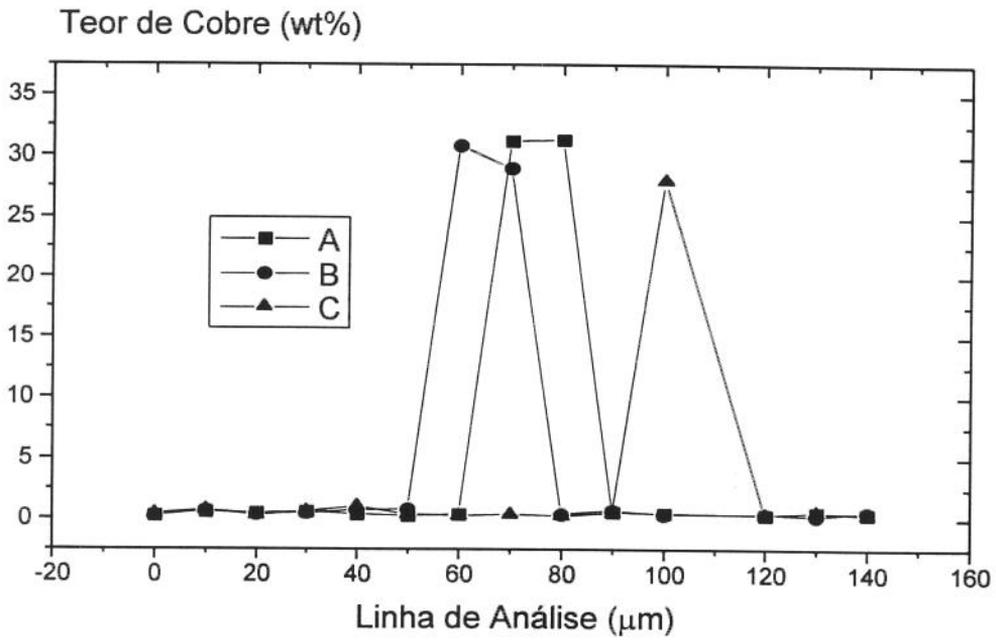


FIGURA 3.21 Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado reofundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão: a) 39 μm; b) 69 μm; c) 95 μm e d) 125 μm vistas sob imagem de raios -X mostrando a mesma região da figura anterior, sob o mesmo aumento.

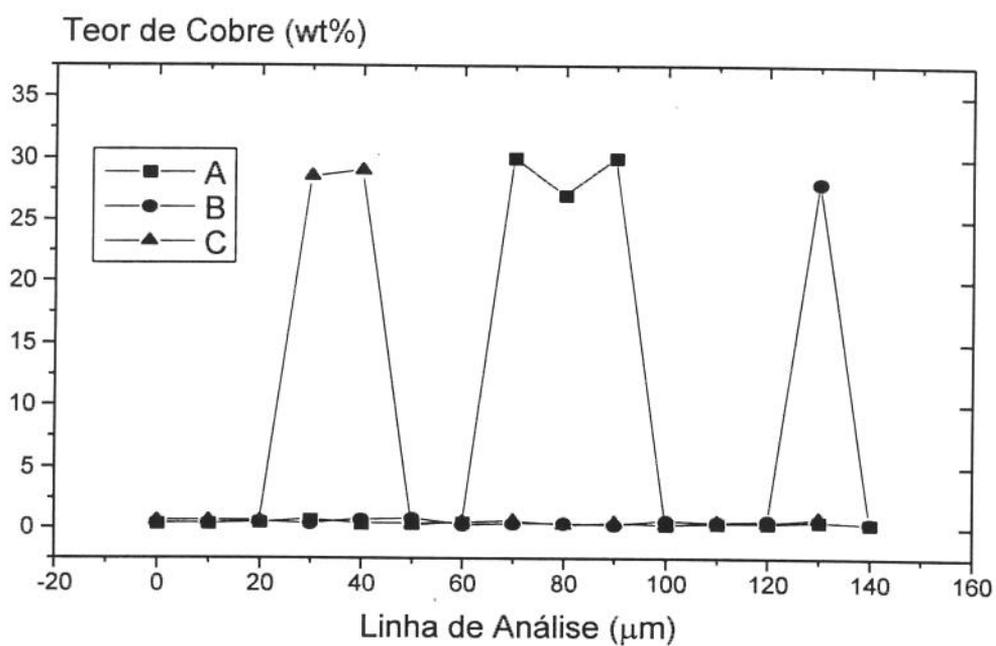


(a)

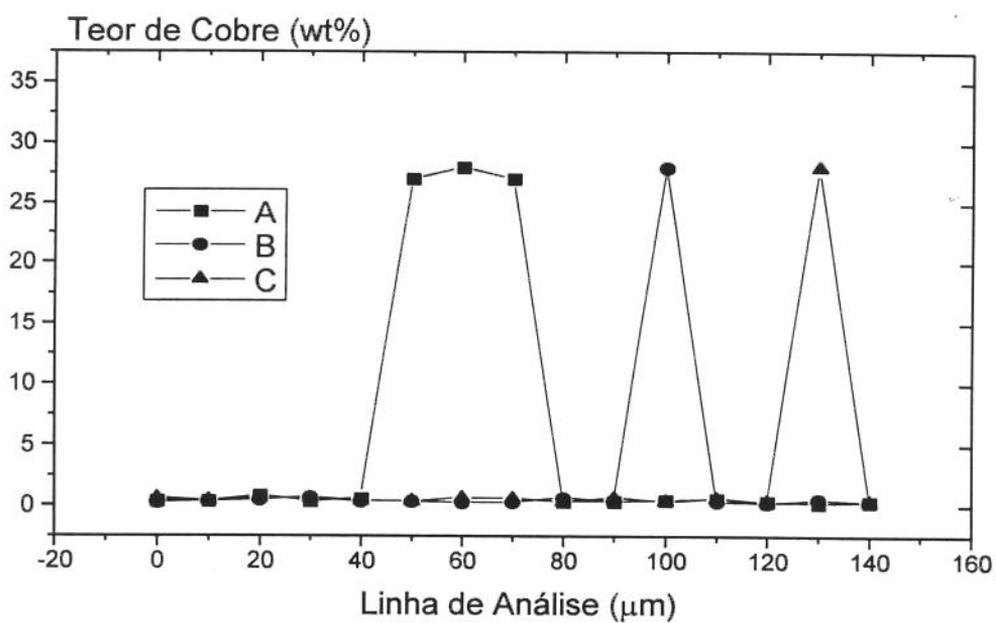


(b)

FIGURA 3.22) Levantamento do perfil de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, conforme a FIGURA 3.20.



(c)



(d)

FIGURA 3.22) Levantamento do perfil de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, conforme a FIGURA 3.20.

Para o caso das estruturas refundidas a partir de fundidos submetidos à deformação, os resultados são apresentados a partir da FIGURA 3.23. Pode ser observada a forte presença de cobre em contorno de glóbulos e em inúmeras pequenas poças no seu interior.

A FIGURA 3.24 apresenta a imagem de raios - X das mesmas regiões. Significativa quantidade de cobre no interior dos glóbulos pode ser observada. A microanálise revela maior teor deste elemento na matriz refundida nestas condições do que obtidos para a condição de refundido sem deformação prévia. Para se verificar melhor esta estrutura, pode-se observar as mesmas regiões sob maior aumento na FIGURA 3.25. Uma grande quantidade de pequenas poças ricas em cobre pode ser observada em toda a matriz. A FIGURA 3.26 ilustra a imagem de raios - X para as mesmas regiões da FIGURA 3.25.

Podem ser observados os contornos ricos em cobre e sua distribuição por toda a matriz, não sendo possível identificar com clareza se sua localização coincide com poças ou se há maior teor de cobre em solução. A análise química pontual pode esclarecer este fato. Os perfis de distribuição do cobre nas regiões observadas são mostrados nos gráficos da FIGURA 3.26. Pode-se notar claramente os picos de cobre para as áreas de contorno de glóbulo, e nas poças internas, porém a quantidade de cobre na matriz de alumínio encontrada varia de 0,96wt%Cu a 1,02wt%Cu em média, pouco maior, portanto, aos teores de cobre encontrados em solução na matriz, no caso de refundidos obtidos a partir de estruturas fundidas. O tratamento de solubilização para permitir a deformação da estrutura fundida é o principal responsável pela melhor distribuição de cobre.

A TABELA 3.6 apresenta os teores médios de cobre existentes na matriz refundida, descontando-se as áreas que apresentam microprecipitados, ou seja, a média é calculada para todos os pontos que mostraram teores de cobre abaixo de 5,7wt%Cu.

TABELA 3.6) Teores médios de cobre na fase primária das estruturas refundidas obtidas após deformação.

Tamanho médio de glóbulo (μm).	Teor médio de cobre (wt%Cu)
$16,3 \pm 3,2$	$1,02 \pm 0,05$
$18,3 \pm 2,1$	$0,98 \pm 0,05$
$19,4 \pm 2,4$	$0,98 \pm 0,05$
$25,4 \pm 2,3$	$0,96 \pm 0,05$

Deve-se levar em conta ainda que a estrutura neste caso é mais refinada, permitindo uma mais rápida homogeneização do teor de cobre durante o tratamento de globularização. Os valores de teores de cobre dissolvidos na matriz de alumínio são também bastante homogêneos, em todos os casos.

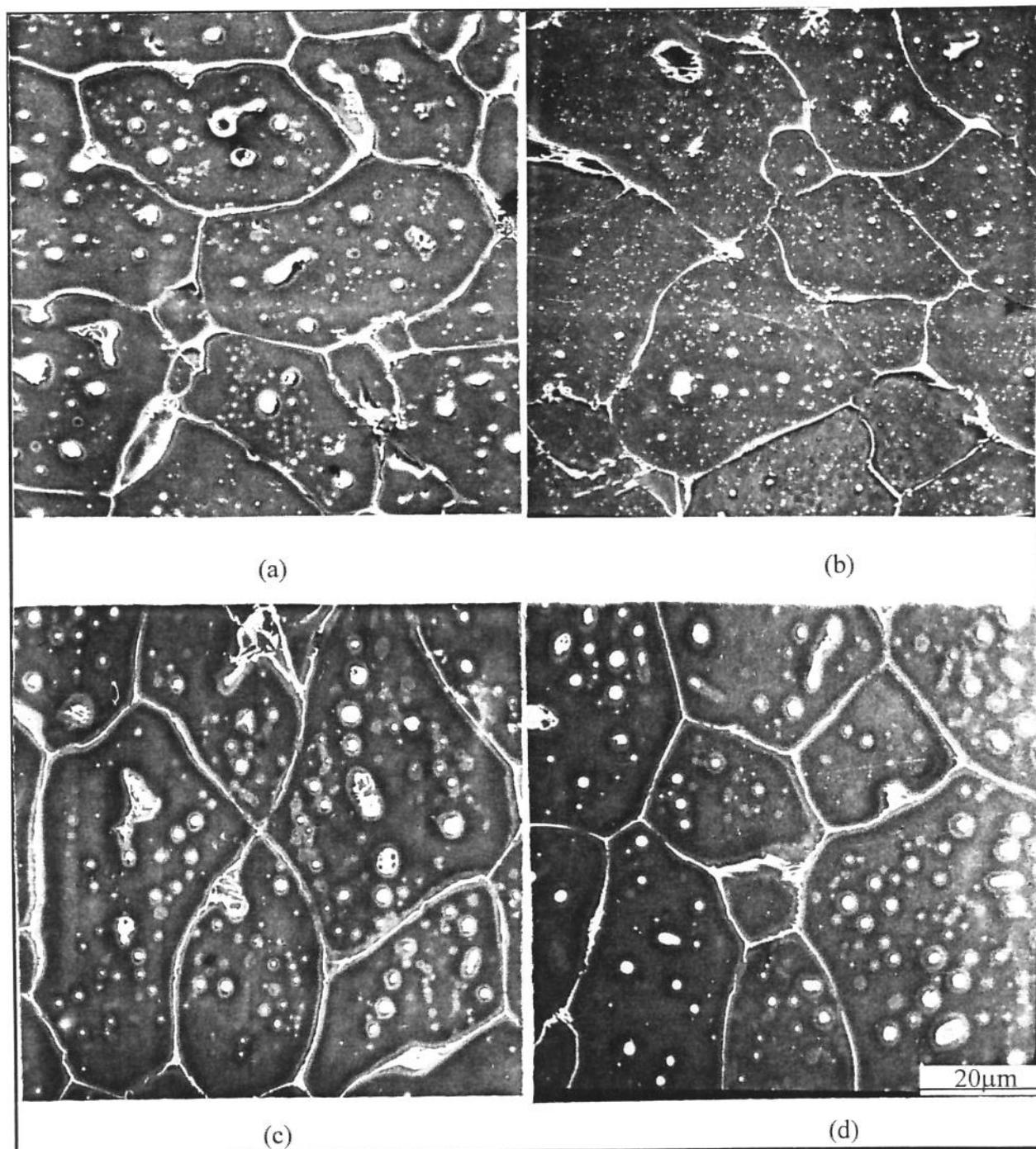


FIGURA 3.23) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão após deformação de 40%: a) 39µm; b) 69µm; c) 95µm e d) 125µm vistas sob imagem de elétrons secundários.

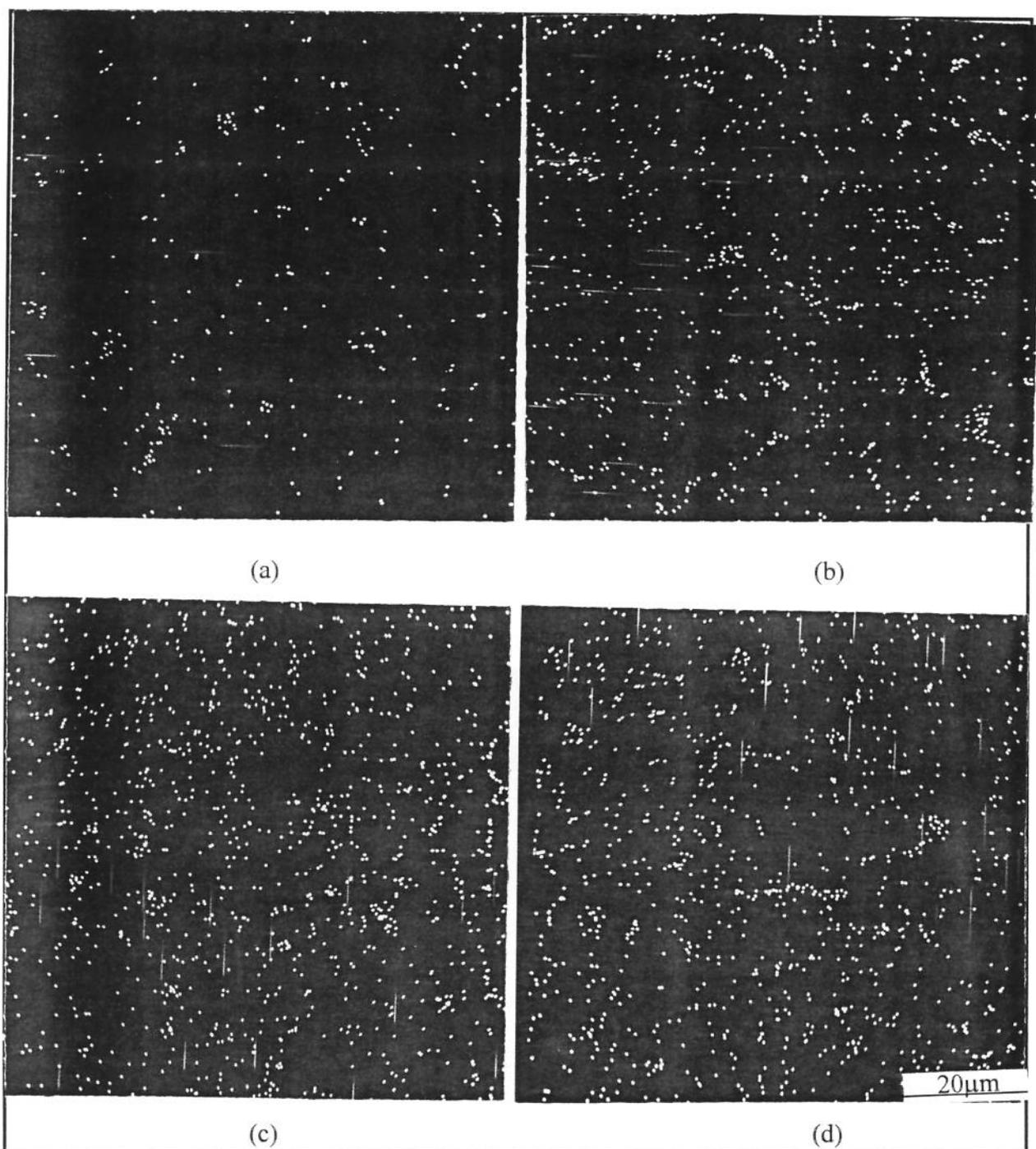


FIGURA 3.24) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão após deformação de 40%: a) 39µm; b) 69µm; c) 95µm e d) 125µm vistas sob imagem de raios - X, para a mesma região da figura anterior.

Da TABELA 3.6 nota-se que os teores de cobre existentes na matriz refundida, obtidas após o tratamento de solubilização para a deformação por laminação, são mais baixos que os teores

médios encontrados para a estrutura fundida. A explicação para tal fato é o engrossamento dos contornos, ou seja, uma maior quantidade de fase eutética presente nos contornos devido à fusão parcial da estrutura dendrítica, (deformada ou não).

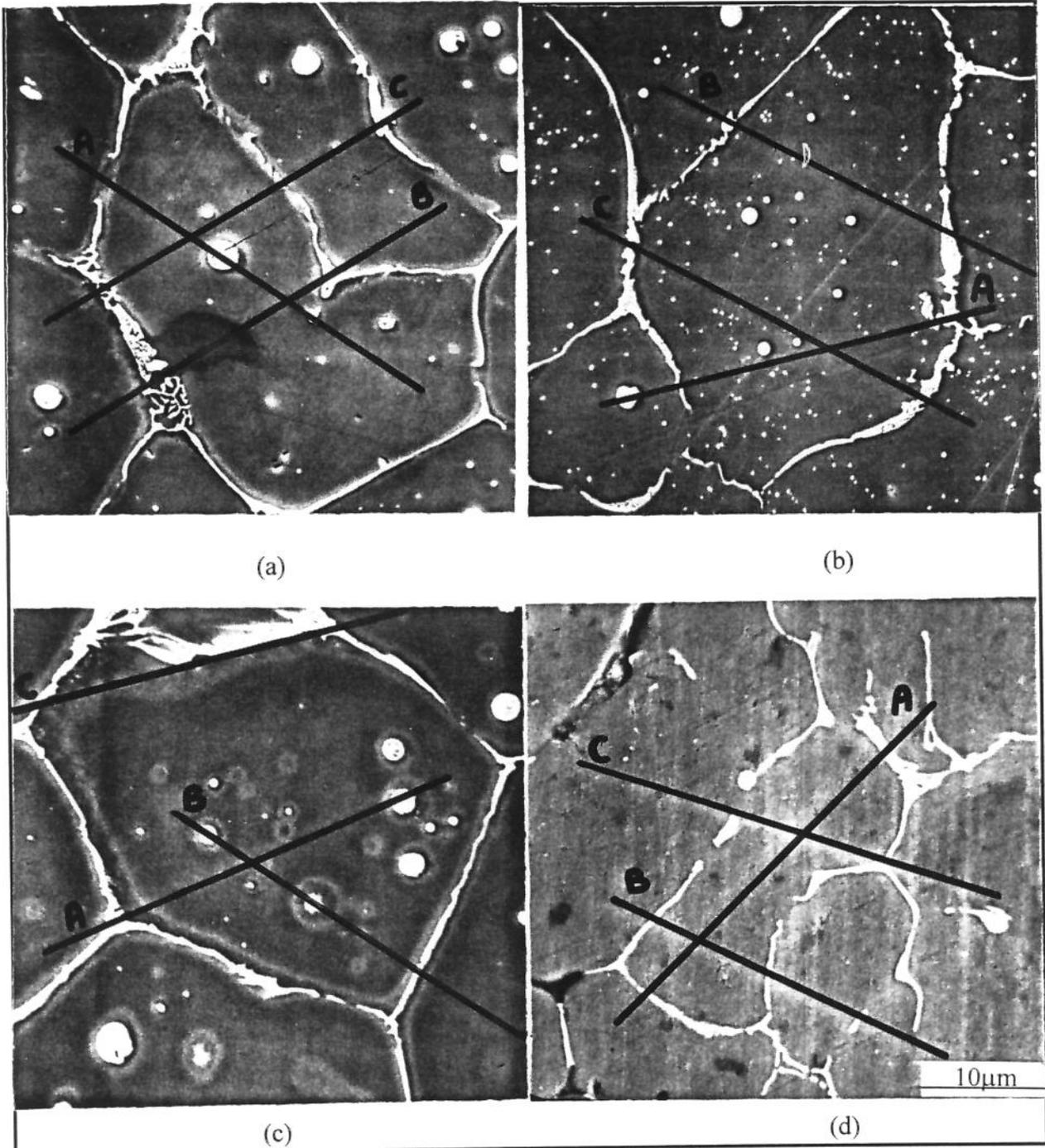


FIGURA 3.25) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão após deformação de 40%: a) 39µm; b) 69µm; c) 95µm e d) 125µm vistas sob imagem de elétrons secundários, para a mesma região da FIGURA 3.23 sob maior aumento.

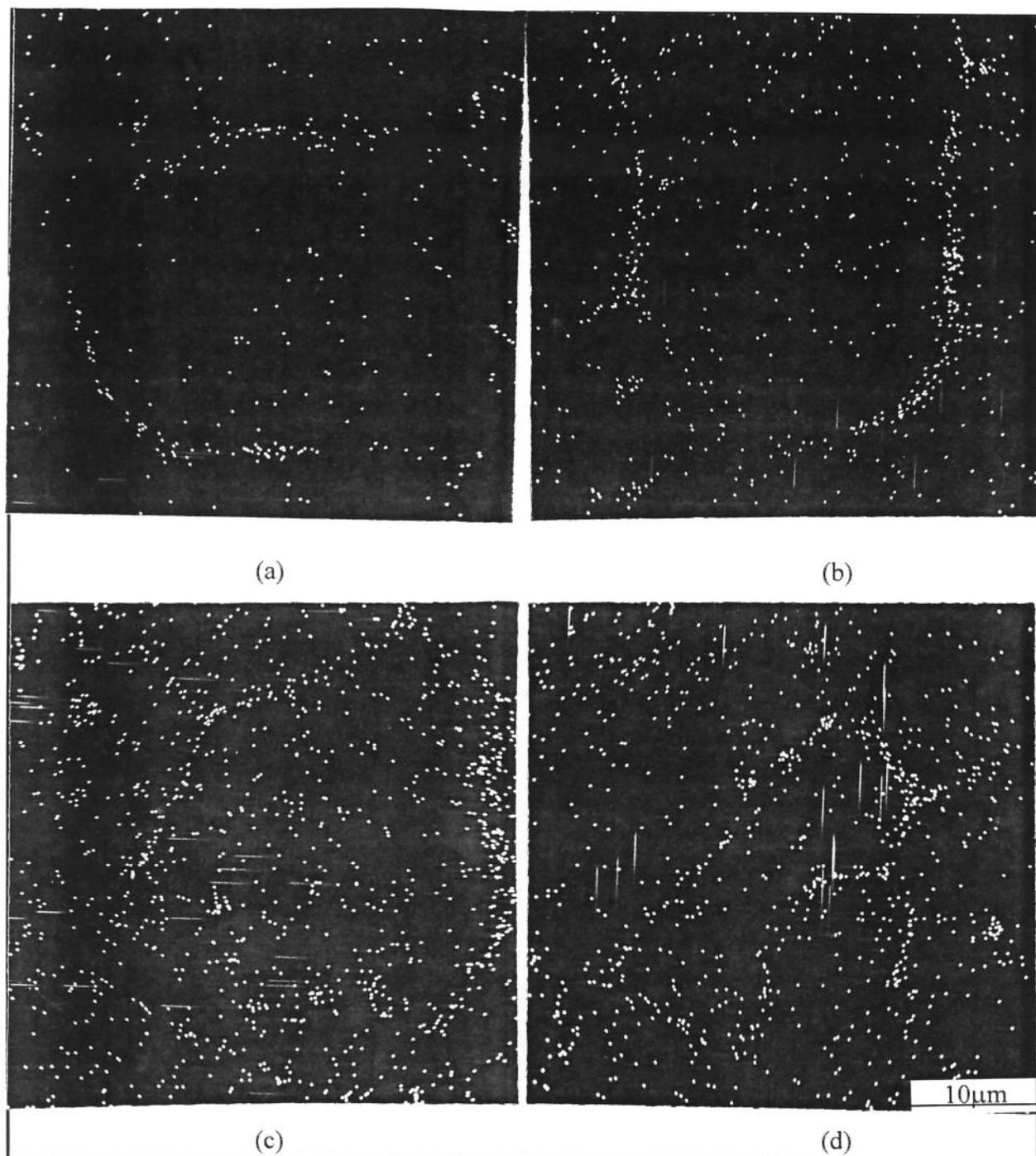


FIGURA 3.26) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado reofundido, obtidas a partir de estruturas fundidas com diferentes tamanhos de grão após deformação de 40%: a) 39µm; b) 69µm; c) 95µm e d) 125µm vistas sob imagem de raios - X, para a mesma região da FIGURA 3.25.

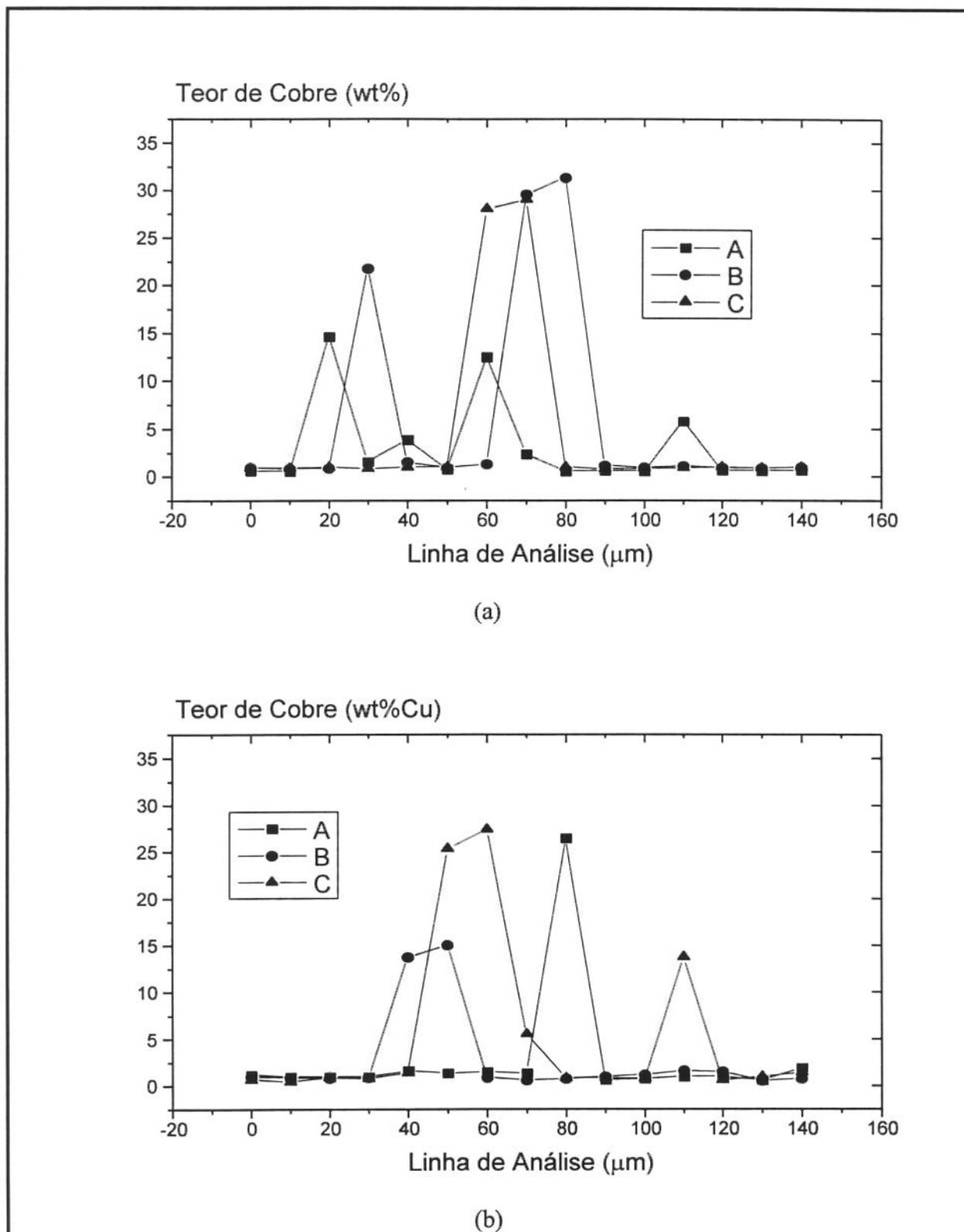
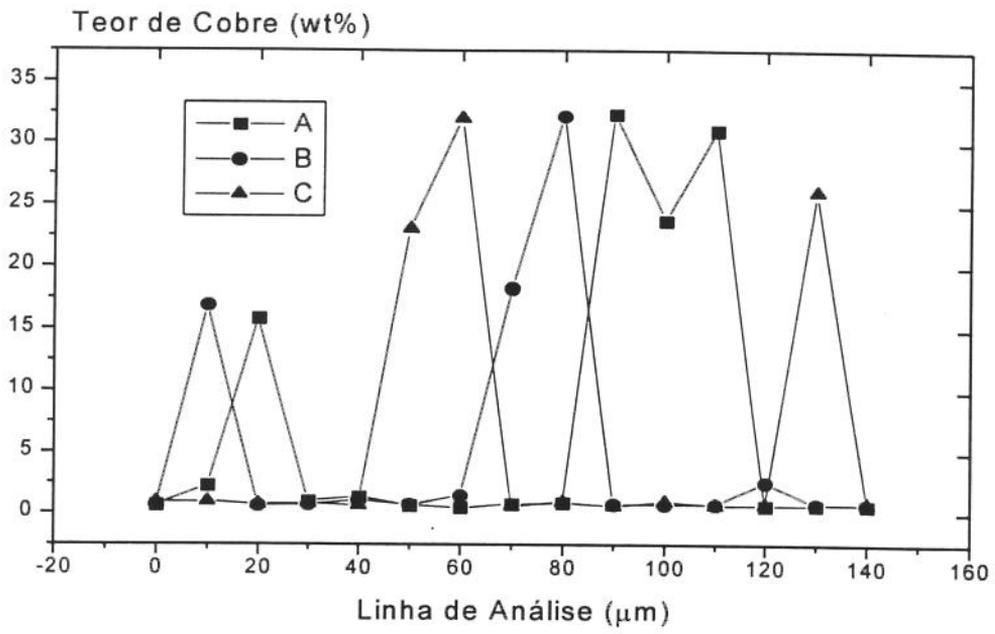
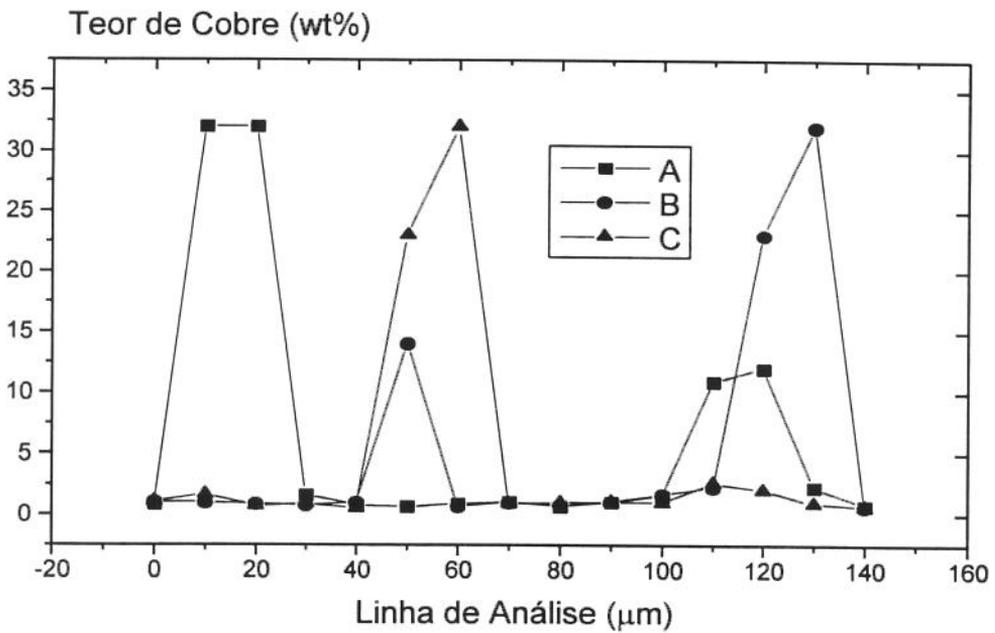


FIGURA 3.27) Levantamento do perfil de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu no estado reofundido, conforme a FIGURA 3.25.



(c)



(d)

FIGURA 3.27) Levantamento do perfil de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido conforme a FIGURA 3.25.

4.5 - Mecanismos envolvidos na formação das estruturas reofundidas

Os resultados obtidos na caracterização macro e microestrutural das estruturas reofundidas produzidas, permitem analisar os mecanismos envolvidos na formação de estruturas globularizadas. Para uma melhor visualização dos resultados obtidos, a TABELA 3.7 apresenta o tamanho de grão e o espaçamento interdendrítico para as estruturas fundidas, assim como o tamanho de grão e tamanho de glóbulo para a reofundida a partir do tratamento de fundidos com e sem deformação por laminação.

TABELA 3.7) Tamanho de grão e espaçamento interdendrítico da estrutura fundida e tamanho de grão e glóbulo para a estrutura reofundida.

Fundido		Reofundido		Deformado e reofundido	
Grão (μm)	Espaçamento (μm)	Grão (μm)	Glóbulo (μm)	Grão (μm)	Glóbulo (μm)
39 ± 5	$6,8 \pm 1,3$	76 ± 9	$23,7 \pm 6,4$	$16,3 \pm 3,2$	$16,3 \pm 3,2$
69 ± 7	$7,8 \pm 1,2$	101 ± 19	$59,0 \pm 15,5$	$18,3 \pm 2,1$	$18,3 \pm 2,1$
95 ± 10	$9,2 \pm 1,2$	118 ± 24	$92,2 \pm 14,9$	$19,4 \pm 2,4$	$19,4 \pm 2,4$
125 ± 15	$12,5 \pm 2,3$	165 ± 47	$131,6 \pm 21,9$	$25,4 \pm 2,3$	$25,4 \pm 2,3$

Desta maneira é possível se ter uma visão geral de todas as microestruturas. Qualquer tendência de formação e/ou transformação de uma microestrutura em outra pode ser analisada; para tanto pode-se construir gráficos como o mostrado pela FIGURA 3.28. Esta figura apresenta a relação entre tamanho de grão da estrutura bruta de fusão e o tamanho de grão reofundido originado. Quanto maior o tamanho de grão original, maior o tamanho de grão da estrutura reofundida a partir de fundidos com ou sem deformação prévia. Porém este aumento não é linear,

ou seja, o aumento do tamanho de grão da estrutura globular não é diretamente proporcional ao tamanho de grão do fundido.

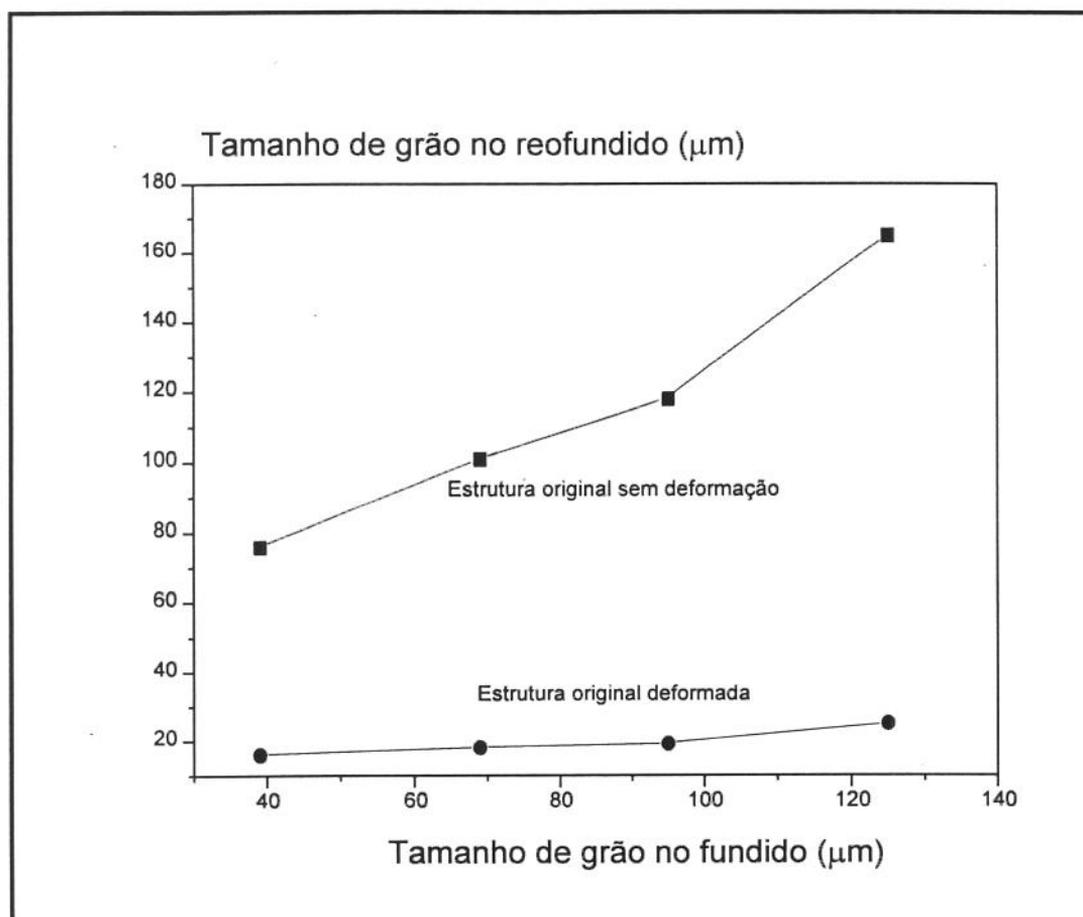


FIGURA 3.28) Tamanho de grão do reofundido em função do tamanho de grão do fundido que o originou. Observação: os valores do eixo x não são válidos para o gráfico correspondente à situação “estrutura original deformada”; uma vez que são valores relativos à estrutura fundida sem deformação.

Tem-se ainda que as estruturas reofundidas obtidas após deformação apresentam tamanhos de grãos semelhantes, indicando que as estruturas que as originaram apresentam, também, tamanhos de grãos semelhantes.

A explicação para tal fato reside na possibilidade de recristalização dinâmica durante o processamento por laminação à quente, o que reduziu o tamanho de grão deformado à uma estreita faixa de variação. As estruturas originais mais grosseiras possuem mais espaço para absorver os processos de deformação do grão do que as estruturas mais refinadas, pois possuem maior caminho livre médio para a movimentação das discordâncias. Estruturas mais refinadas, por possuírem um

menor caminho para a movimentação destas discordâncias, tendem a absorver uma maior quantidade de energia no processo. A maior quantidade de energia existente para a recristalização destas estruturas mais refinadas faz com que a recristalização ocorra mais rapidamente e o crescimento dos grãos recristalizados seja mais acelerado do que nas estrutura mais grosseiras. Estes eventos levam à uma uniformização do tamanho de grão destas estruturas e dos reofundidos delas produzidos.

Para o caso de estruturas reofundidas a partir de fundidos não submetidos à deformação, no entanto, os resultados mostram valores distintos de tamanhos de grãos e glóbulos. Tem-se ainda que o aumento do tamanho original acarreta sensível aumento no tamanho de grão do reofundido produzido.

A TABELA 3.8 apresenta os aumentos percentuais para o tamanho de grão e para o tamanho de glóbulo para as estruturas reofundidas isentas de deformação, em função da estrutura fundida original.

TABELA 3.8) Aumento percentual do tamanho de grão/grão e espaçamento interdendrítico / glóbulo para as estruturas fundidas e reofundidas obtidas isentas de deformação por laminação.

Grão/Grão ($\mu\text{m}/\mu\text{m}$)	Espaçamento/Glóbulo ($\mu\text{m}/\mu\text{m}$)
94,87%	248,53%
46,38%	656,41%
24,21%	902,17%
32,00%	952,80%

Da TABELA 3.8 tem-se que o quanto maior o tamanho de grão original, menor o aumento percentual a que este grão está sujeito durante o tratamento isotérmico para a obtenção da estrutura reofundida; ou seja, quanto maior o tamanho de grão menor seu crescimento.

Com relação à microestrutura, a TABELA 3.7 mostra que o aumento do espaçamento interdendrítico no fundido acarreta aumento no tamanho de glóbulos no reofundido. A relação não é linear, no entanto, como mostra a FIGURA 3.29.

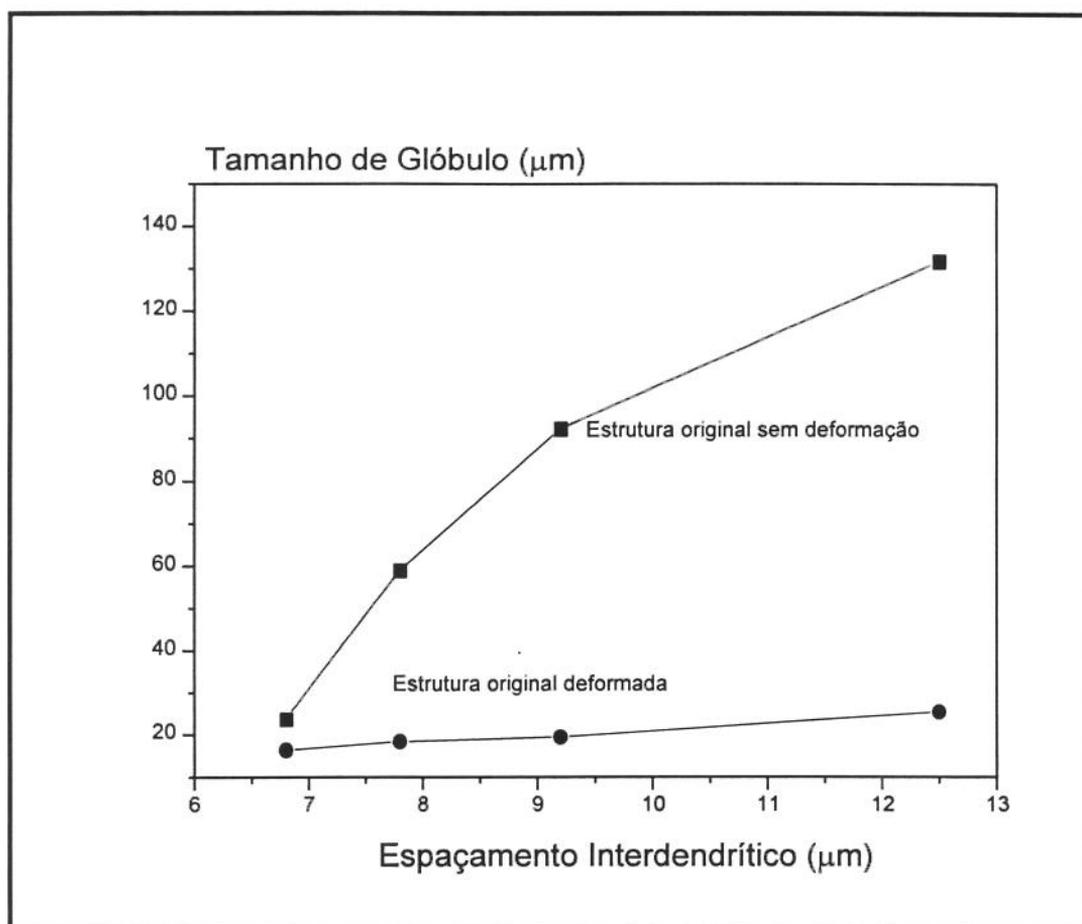


FIGURA 3.29) Tamanho de glóbulo do refundido em função do espaçamento interdendrítico do fundido que o originou. Observação: os valores do eixo x não são válidos para o gráfico correspondente à situação “estrutura original deformada”; uma vez que são valores relativos à estrutura fundida sem deformação.

Esta figura apresenta a variação do tamanho de glóbulo do refundido em função do espaçamento interdendrítico que o produziu.

Para as estruturas refundidas obtidas a partir de fundidos deformados nota-se a semelhança nos valores de tamanhos de glóbulos obtidos. Novamente a explicação para tal fato é a recristalização (total ou parcial) do material durante o processamento por laminação, ou seja, os menores espaçamentos causam mais rápida recristalização e crescimento de grãos recristalizados, igualando os tamanhos de glóbulos da estrutura formada. Tem-se portanto que o tratamento de laminação ocasiona tamanhos de grãos convergentes a um determinado valor (próximo a $20\mu\text{m}$), e o tamanho de glóbulo gerado será dependente deste novo valor.

É interessante notar ainda que os grãos (macroestrutura) e os glóbulos (microestrutura) de refundidos obtidos de estrutura deformada apresentam as mesmas dimensões.

Para as estruturas refundidas obtidas a partir de fundidos sem deformação, observa-se na FIGURA 3.29 substancial aumento do tamanho de glóbulo refundido com o aumento de espaçamento interdendrítico do fundido. Os dados da TABELA 3.8 mostram que quanto maior o espaçamento interdendrítico, maior o crescimento percentual do tamanho de glóbulo. Desta tabela tem-se que o aumento verificado entre o espaçamento interdendrítico para glóbulo é muito superior ao aumento do tamanho de grão para grão refundido. Tem-se portanto que a origem do glóbulo é mais dependente do espaçamento interdendrítico do que dependente do tamanho do grão original.

Deduz-se que um mesmo grão refundido pode encerrar mais de um glóbulo. A estrutura dendrítica dentro do grão fundido dá origem portanto a um ou mais de um glóbulo refundido.

Estes resultados permitem discutir os mecanismos envolvidos na formação das estruturas refundidas. No caso de refundidos obtidos a partir de fundidos isentos de deformação, a estrutura dendrítica original passa por fenômenos de coalescência que levam ao seu engrossamento e eliminação de sua morfologia típica. A FIGURA 3.30 apresenta esquematicamente a evolução da estrutura dendrítica para a globular.

Com o aquecimento do material à temperatura superior à *solidus*, há fusão da fase secundária presente nos contornos dendríticos e de grãos. A fase primária remanescente, envolta por líquido, tende naturalmente a globularizar, por fenômenos de coalescência apresentados anteriormente. Os fenômenos de engrossamento são consequência de difusão de massa, incentivada à elevada temperatura de tratamento e na presença de líquido (onde a solubilidade de solutos é mais elevada)

Segundo o mecanismo proposto, a partir de um grão circunscrevendo por exemplo, tres dendritas, tem-se a evolução para tres glóbulos distintos, sendo que o líquido de composição eutética existente no espaçamento interdendrítico pode ficar aprisionado dentro do glóbulo, gerando poças de eutético, (principalmente se os fenômenos do tipo descrito por Genda⁴³ estiverem presentes). A evolução da morfologia dendrítica para a morfologia globular, segundo o modelo proposto na FIGURA 3.30 gera a alteração prevista pela FIGURA 3.31. Nesta figura estão esquematizados em (a) a estrutura vista sob o ponto de vista apenas de contornos de grãos refundido e para (b) a distribuição e morfologia dos glóbulos no interior dos grãos.

Pode ainda ser comentado que no tratamento isotérmico acima da temperatura *solidus*, ocorre a fusão, não apenas do contorno eutético, mas também da região próxima às bordas dos braços interdendríticos, regiões estas ricas em cobre.

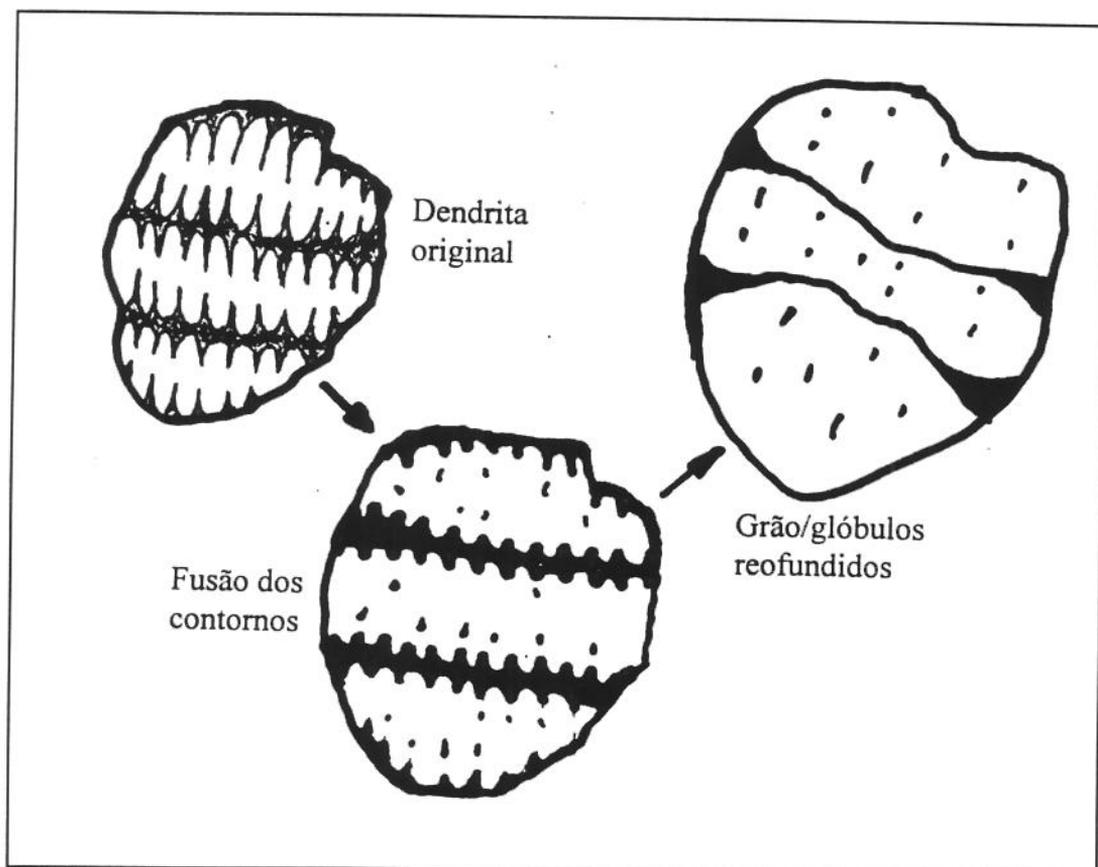


FIGURA 3.30) Esquema geral da provável evolução da microestrutura dendrítica, isenta de deformação, para uma microestrutura globular.

Esta fusão empobrece a matriz, reduzindo agora o teor médio de cobre presente, pois há uma tendência ao cobre permanecer no líquido ao invés da fase sólida. (A solubilidade do cobre no líquido é bastante superior à solubilidade no sólido). Com a fusão destes contornos a fase primária, pobre em cobre, sofre os fenômenos de coalescimento e crescimento, gerando a estrutura reofundida. Com a solidificação da pasta reofundida, a fase primária permanece pobre em cobre, originando variações muito pequenas, quase imperceptíveis, no teor de cobre do centro e contorno do glóbulo; o líquido de contornos e o aprisionado no interior do sólido já globularizado originam os espessos contornos e poças de eutético observados na estrutura final.

No caso da produção de reofundidos a partir de estruturas dendríticas deformadas, o mecanismo de globularização envolvido produz glóbulos bastante equiaxiais e refinados. Neste caso, tem-se uma estrutura inicial com pequeno tamanho de grão e espaçamento interdendrítico, deformada pela laminação, e portanto com alta energia interna. Durante o aquecimento à temperatura superior à *solidus* ocorre a recristalização (completa), crescimento do grão, e ainda a

fusão das regiões de contorno. O líquido formado pode penetrar em contornos recristalizados, liberando-os para crescimento livre no líquido.

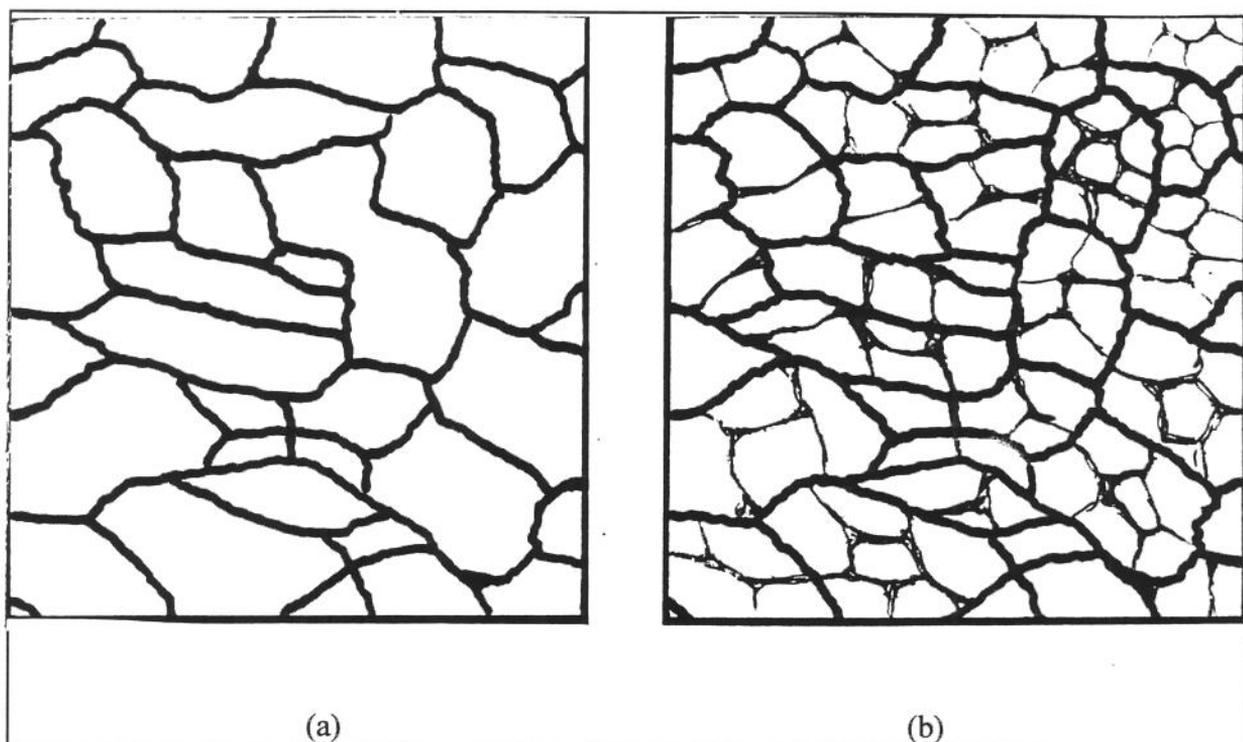


FIGURA 3.31) Esquema geral simplificado para demonstrar a morfologia globular em função da morfologia de grãos para a estrutura reofundida: a) morfologia do grão; b) morfologia dos grãos e dos glóbulos.

Portanto, neste caso, cada grão recristalizado do fundido original constitui um grão da estrutura reofundida. Este grão é também a unidade microestrutural do reofundido, ou seja, o glóbulo, conforme observado na medida de dimensões de grãos e glóbulos de reofundidos, que são coincidentes. A FIGURA 3.32 ilustra o mecanismo de formação de estruturas reofundidas a partir de estruturas dendríticas deformadas.

Estruturas reofundidas assim formadas apresentam reduzido tamanho de grão e elevada homogeneidade do teor de cobre em seu interior, resultado do processo de recristalização, aliado a reduzido tempo para o crescimento do grão recristalizado. Também neste caso provável fusão superficial da fase α ocorreu, contribuindo para o aumento da quantidade de fase eutética presente em contornos de grão do reofundido, quando comparado ao fundido; e ainda contribuindo para a

redução do teor médio de cobre em solução na fase α primária, ainda quando comparado ao fundido.

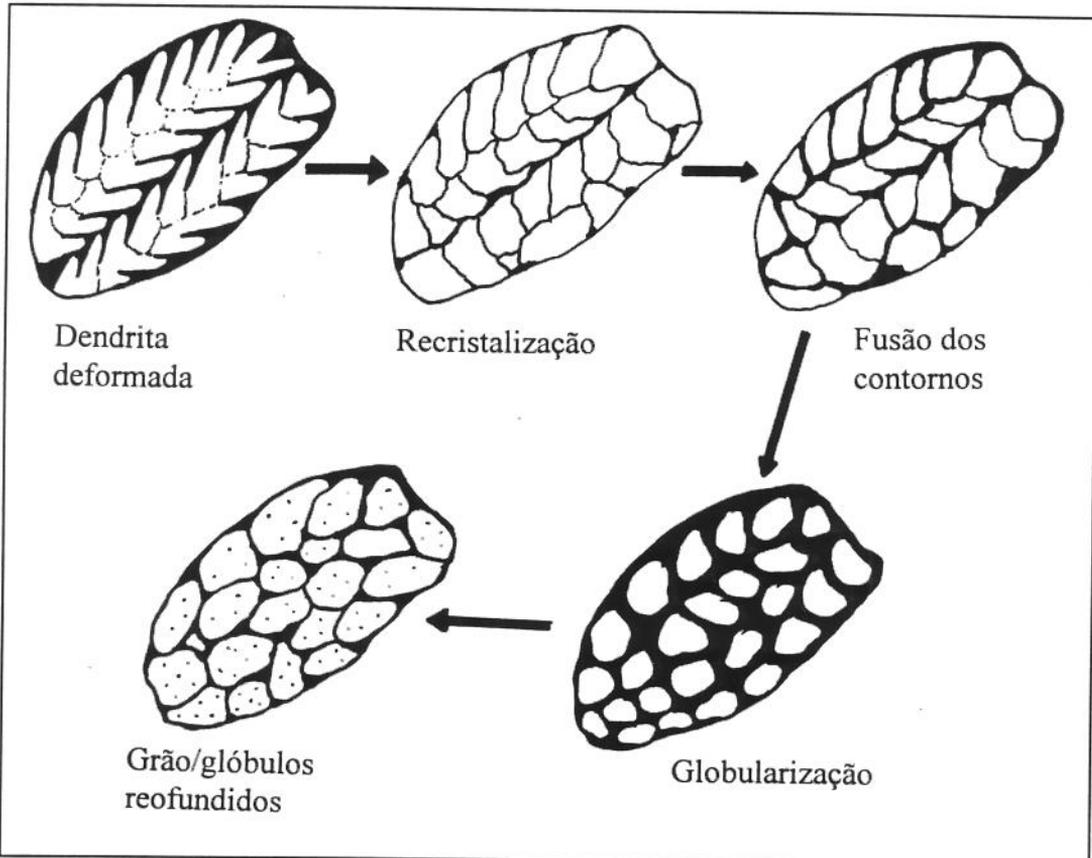


FIGURA 3.32) Esquema geral da provável evolução da microestrutura dendrítica deformada para uma microestrutura globular.

A solubilização prévia imposta ao fundido, para permitir sua laminação, promoveu aumento do teor de cobre na sua fase primária e conseqüentemente, na do reofundido dele obtido, gerando os mais elevados teores médios deste elemento nos glóbulos, quando comparados com os da estrutura sem deformação. A estrutura reofundida a partir de fundidos deformados ainda apresenta poças de eutético no interior dos glóbulos da fase primária, devido à precipitação de cobre (CuAl_2) durante a solidificação da pasta.

5 - Conclusões

Os resultados obtidos mostraram que é possível a produção de estruturas reofundidas com tamanhos de grãos e glóbulos controlados, pela utilização de matéria prima com diferentes tamanhos de grão e utilização de procedimentos adequados. Estes procedimentos adequados significaram o tratamento isotérmico à uma temperatura superior à *solidus*, para a promoção de fusão parcial de estruturas dendríticas no estado fundido ou deformado por laminação.

Foram obtidas estruturas reofundidas com 8 diferentes tamanhos de grãos, numa faixa variando de 16 a 165 μm e dimensões de glóbulos numa faixa 16 a 132 μm . Estas gamas de tamanhos de grãos e glóbulos são suficientes e adequadas para a continuidade do trabalho, ou seja, a caracterização mecânica de materiais reofundidos.

Os reofundidos produzidos a partir de estruturas dendríticas isentas de deformação, apresentaram tamanhos de grãos variando de 76 a 165 μm , sendo de tamanhos superiores aos grãos que as originaram, com cerca de 39 a 125 μm . O maior grão das estruturas fundidas originou o maior grão no reofundido.

Reofundidos produzidos a partir de fundidos submetidos à deformação prévia apresentaram tamanhos de grãos variando pouco, com cerca de 16 a 25 μm , para as várias estruturas iniciais; indicando homogeneização das estruturas iniciais por efeito da deformação mecânica imposta.

Quanto às microestruturas, reofundidos produzidos a partir de fundidos apresentaram glóbulos de dimensões inferiores aos grãos (variando de 24 a 131 μm). As dimensões dos glóbulos no reofundido aumentaram com o aumento do espaçamento interdendrítico na estrutura fundida que o gerou.

Reofundidos produzidos a partir de fundidos submetidos à deformação, apresentaram glóbulos de mesmas dimensões que os grãos (variando de 16 a 25 μ). As dimensões dos glóbulos foram semelhantes em todos os reofundidos obtidos nestas condições, também indicando homogeneização de estruturas fundidas por efeito da deformação prévia.

Estruturas reofundidas apresentaram maior homogeneidade de distribuição e um menor teor de cobre na fase primária do que os encontrados nas estruturas dendríticas. Reofundidos obtidos a partir de fundidos deformados apresentaram maior homogeneidade de distribuição e

maior teor de cobre em solução na fase primária quando comparados com reofundidos produzidos a partir de fundidos não submetidos à deformação.

Os resultados obtidos podem ser explicados pelos mecanismos propostos para a formação das estruturas reofundidas. No caso da utilização de fundidos como matéria prima, há fusão parcial de contornos de braços dendríticos e de grãos, incorporação de cobre ao líquido formado (reduzindo, portanto, o teor de cobre em solução na fase primária) e globularização do sólido envolto por líquido, por fenômenos naturais de coalescência. Cada grão fundido originou um grão e vários glóbulos no reofundido.

No caso da utilização de estruturas deformadas como matéria prima, há recristalização, fusão e separação de grãos recristalizados por penetração de líquido em em seus contornos. No processo há homogeneização de distribuição de cobre na fase primária; cada grão recristalizado se constitui em um grão ou glóbulo no reofundido.

Referências bibliográficas

- 1) Flemings, M.C., Riek, R.G. e Young, K.P.; **"Rheocasting"** , Materials Science and Engineering, 25, 1976, pp. 103-107.
- 2) Spencer, D.B., Mehrabian, R. e Flemings, M.C.; **"Rheological Behavior of Sn-15%Pb in the Crystallization Range"**, Metallurgical Transactions, Vol.3, July 1972, pp.1925-1932.
- 3) Vogel,A., Doherty, R.D. e Cantor, B.; **"Stir Casting Microstructure and Slow Crack Growth"** , Solidification of Metals, The Metals Society, 1979, pp. 518-525.
- 4) Kievits, F.J. e Prabhakar, K.V.;" **Rheocasting (Stir- Casting) of Aluminium Alloys"**, Proceedings of Quality Control of Engineering Alloys and the Role of Metals Science International Symposium, DELFT, 1977, Holanda.
- 5) Kattamis,T.Z.; **"Casting of Semi-Solid Metals"**, Proceedings of Quality Control Engineering Alloys and the Role of Metals Science-International Symposium, DELFT, 1977, Holanda.
- 6) Robert, M.H. e Martins, A.C. - **"Desenvolvimento de Processo para Obtenção de Compósito Metal-Cerâmica via Matriz Reofundida"**, X CBCIMAT, Aguas de Lindóia, SP, Dezembro de 1992.
- 7) Miwa, K.; Takashi, I. e Ohashi, T. - **"Fabrication of SiC Whisker Reinforced Aluminum Alloy Matrix Composites by Comopocasting Process"**, Proceedings of The Second International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, MIT, Cambridge, junho de 1992, pp. 398-405.
- 8) Apaydin, N.; **" Effect of Stirring on the Bulk Solidification of Hypoeutetic and Eutetic Al-Si Alloys "**, Journal of Materials Science Letters, Vol.1, 1982, pp. 39-43.
- 9) Prasad, P.R., Ray, S., Gaindhar, J.L. e Kapoor, M.L. -**"Microestructure of Rheocast Al-4,5wt%Cu Alloy"**, Z. Metallkde, Bd. 78, H.5, (1987), pp. 376-380.
- 10) Miwa, K. et Allii - **"Apparent Viscosity and Structure in Al-Si Alloys Partially Solidified Under Stirring"**, J. Japan Inst. of Metals, V. 45, n. 8, 1981, pp. 853-859.
- 11) Van Dam, J.C., Mischgofsky, F.H. - **"Rheology and stir-Casting of (Organic) Alloys"**, Rheologica Acta, V. 21, 1982, pp. 445-448.
- 12) Secondé, J. F.e Suéry, M - **"Effect of Solidification Conditions on Deformation Behavior of Semi-Solid Sn-Pb Alloys"**, J. Materials Science, V. 19, 1984, pp. 3995-4006.

- 13) Marsh, P. - **"The Die is Cast in the metal Making Battle"**, New Scientist, 14 de janeiro de 1982, pp.72-74.
- 14) RHEOTEC - Techno Japan, Vol. 4, Abril de 1991.
- 15) Young, K.P. et Allii - **"Semi-Solid Metal Casting and Forging"**, Metals handbook, 9a. ed., V. 15, 1988, pp. 327-338.
- 16) Jeffrey, P.W. e Holcomb, S. - **"Extrusion of Particulate Reinforced Aluminum Matrix Composites"**, Conference Proceedings of Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites, Montreal, Canada, setembro de 1990, pp. 181-186.
- 17) Cáu, E.R. e Robert, M.H. - **"Obtention of Rheocast Structures of M-2 and 308-L Stainless Steel by S.I.M.A."**, Proceedings of the Second International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloy and Composites, Massachusetts Institute of Technology, 1992, pp. 1-10.
- 18) Kapranos, P., Kirkwood, D.H. e Sellars, C.M. - **"Semi-Solid Forging of Hight Temperature Alloys"**, Proceedings of the Second International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloy and Composites, Massachusetts Institute of Technology, 1992, pp. 119 - 129.
- 19) Kiuchi, M. e Sugiyama, S. **"A New Process to Manufacture Semi Solid Metals"**, Proceedings of The Second International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, MIT, Cambridge, junho de 1992, pp. 47-56.
- 20) Pasternak, L.; Carnahan, R.; Decker, R. e Kilbert, R. **"Semi-Solid Production Processing of Mg Alloys by Thixomolding"**, Proceedings of the 2nd Int. Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, M.I.T., U.S.A., junho de 1992, pp. 159 - 169.
- 21) Kapranos, P.; Kirkwood, D.H. e Sellars, C.M. - **"Properties of Thixoformed Tool steels"**, Proceedings of Semi-Solid Alloys and Composites, Tokio, Japão, junho de 1994, pp. 117-126.
- 22) Sannes, S. et Allii - **"Yield Point Behaviour of semi-Solid Mg Alloys"**, Proceedings of Semi-Solid Alloys and Composites, Tokio, Japão, junho de 1994, pp. 271-280.
- 23) Moschini, R. **"Manufacture of Automotive Components by Semi-Solid Forming Process"**, Proceedings of the 2nd Int. Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, M.I.T., U.S.A., junho de 1992, pp. 149-158.
- 24) Young, K.P. e Fitze, R. - **"Semi-Solid Metal Cast Aluminum Automotive Components"**, Proceedings of Semi-Solid Alloys and Composites, Tokio, Japão, junho de 1994, pp. 155-177.
- 25) Moschini, R. - **"Fuel Rails by Pressure die Casting"**, Speciale Fonderia, Janeiro de 1995, pp. 55-58.

- 26) Lee, H.I. et Alíi - **"Structure and Segregation of Stir--Cast Aluminum Alloy"**, Conference in Solidification Technology in the Foundry and Casthouse Warwick, Inglaterra, setembro de 1980, pp. 119-125.
- 27) Robert, M.H. - **"Partial Melting as an Efficient Method to produce Rheocast Alloy Slurries"**, Transactions of the Japan Foundrymen's Society, V. 12, 1993, pp.45-51.
- 28) Joly, P.A. e Mehrabian, R.; **"The Rheology of Partially Solid Alloy "**, Journal of Materials Science, Vol.11, 1976, pp.1393-1418.
- 29) Moore, F. - **"Rheological Properties of thixotropic Fluids"**, Transactions of Britain Ceramics society, V. 58, 1959, pp. 470-476.
- 30) Kumar, P. et Alíi - **"Predicting the Constitutive flow Behavior of semi-Solid Metal alloy Slurries"**, Proceedings of Semi-Solid Alloys and Composites, Tokio, Japão, junho de 1994, pp. 37-46.
- 31) Gunasekera, J.S. - **"Development of Constitutive model for Mushy Semi-solid Materials"**, Proceedings of the 2nd Int. Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, M.I.T., U.S.A., junho de 1992, pp. 211-222.
- 32) Lozano, A.C. e Robert, M.H. - **"Reofundição: Estudo de Variáveis de Processamento"**, Anais das Jornadas Metalúrgicas 1990 - Sociedad Argentina de Metales, Córdoba, maio de 1990, pp. 95-98.
- 33) Prasad,P.R., Ray,S., Gaindhar, J.L. e Kapoor, M.L.; **"Microstructure and Mechanical Properties of Rheocast Al- 10%wtCu Alloys "**, Z.Metallkde, Bd.73 (1982), pp. 420-425.
- 34) Assar, A., El Mahallawy, N. e Taha, M.A.; **" Influence of Processing Variables on Structure and Porosity in Stir - Casting Al-Cu Alloys "**, Metals Technology, Vol. 9, May 1982, pp. 165-170.
- 35) Mehrabian, R. e Flemings, M.C. **"Casting of Semi-Solid Aluminum Alloys"**, Proceedings of the 6th. Inst. Conference on Light Metal, Ledoen, Viena, 1975, pp. 214-217.
- 36) Winter, J. Dantzig, J. e Tyler, D. - **"U. K. Patent Application Number GB 2042 386A"**, 1980.
- 37) Murakami, H., Yoshikawa, Y., Takebayashi, T., Moriya, T., Hirai, M. e Namba, A. - **"Semi-Solid Metal Making of high Melting Point Alloys by Eletromagnetic Stirring"**, Proceedings of The Second International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, MIT, Cambridge, junho de 1992, pp. 67 - 76.

- 38) Reeves, J. J. e Kattamis, T. Z.; **"A Model for Isothermal Dendritic Coarsening"**, Scripta Metallurgica, V. 5, 1971, pp. 223-229.
- 39) Robert, M.H. e Kirkwood, D.H.; **" Alloy Slurry Formation by Partial Melting "**, Proceedings of Solidification Processing Conference, Sheffield, U.K., 1987, pp. 373-376.
- 40) Chen, C.Y., Sekhar, J.A., Backman, D.G. e Mehrabian, R.; **" Thixoforging of Aluminium Alloys "**, Metall. Trans. B. vol. 9B, Junho de 1978, pp. 279 - 286.
- 41) Young, K.P. - **United States Patent**, n. 4.565.241, de 1986.
- 42) Cáu, E.R. e Robert, M.H. - **"Obtenção de Estruturas Reofundidas em Aço Ferramenta M-2"**, Tese de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, 1991.
- 43) Damasco, A. - **"Obtenção de Pastas Reofundidas de Ligas de Alumínio Hipoeutéticas"**, Tese de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, 1989.
- 44) Robert, M.H. Van Raij, C.R. e Pinheiro, L.A. - **"Viabilização da Reofundição de Ligas Eutéticas de Injeção"**, Aceito para apresentação no X CBCIMAT, Aguas de Lindóia, SP, Dezembro de 1992.
- 45) Suery, M. e Flemings, M.C.; **" Effect of Strain Rate on Deformation Behavior of Semi-Solid Dendritic Alloys "**, Metallurgical Transactions, Vol.13A, october 1982, pp. 1809-1819.
- 46) Brooks, R.G., Moore, C., Leathan, A.G. e Coombs, J.S. - **"The Osprey Process"**, Powder Metallurgy, The Metals Society, n.2, 1977, pp. 100-102.
- 47) Collot, J. - **"GIRCAST a new Stir-Casting Process Applied to Cu-Sn (UE11) and Zn-Al (ZA27) Alloys. Castability and Mechanical Properties"**, International Symposium on Zinc-Aluminum Casting Alloys, 25th. Annual Conference of Metallurgist, Canada, Agosto de 1986, pp. 17-20.
- 48) Collot, J., Shen, J.Y., Levaillant, C., Bisson, C. e Yasemides, G.P. - **"Semi-Solid Processing of Magnesium Alloys"**, Proceedings of The Second International Conference on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, MIT, Cambridge, junho de 1992, pp. 11 - 21.
- 49) Apaydin, N., Prabhakar, K.V. e Doherty, R.D. - **"Segregation in Aluminum Alloy Solidified Under Stirring"**, Materials Science and Engineering, V. 46, 1980, pp. 145-151.
- 50) Tiller, W.A. e O'Hara, S. - **"On the Mechanisms of Crystal Multiplication During Solidification in the Presence of Fluid Motion"**, Proceedings of the Solidification of Metals Conference, ISI P110, Brighton, Inglaterra, dezembro de 1967, pp. 27-36.

- 51) Jackson, K.A.; Hunt, J.D.; Uhlmann, D.R. e Seward, T.P. - **“On the Origin of the Equiaxed Zone in Castings”**, Transactions of Metallurgical Society of AIME, V. 236, Fevereiro de 1966, pp. 149-157.
- 52) 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, V. 239, 1967, pp. 1504-1511.
- 53) Kahlweit, M. - **“On the Ageing of Dendrites”**, Scripta Metallurgica, V. 2, 1968, pp. 251-254.
- 54) Kirkwood, M.C. e Young, K.P. - **“Nature and Properties of Semi-Solid Materials”**, Ed. J.A. Sekhar e J.A. Dantzig, TMS, 1992, pp.245-266.
- 55) Genda, G.; Yuyon C. e Geing, A. - **“Mechanism of Coarsening of Dendrite During Solidification”**, Proceedings of Solidification Processing Conference, Sheffield, Inglaterra, setembro de 1987, pp. 416-419.
- 56) Wan, G.E. e Sahn, P.R. - **“Particle Growth by Coalescence and Ostwald Ripening in Rheocasting of Pb-Sn”**, Acta Metallurgica et Materialia, v. 38, n.11, 1990, pp. 2367-2372.
- 57) Lifshitz, I.M. e Slyozov, V.V. - **“The Kinetics of Precipitation from Supersaturated Solid solutions”**, Journal of Physics and Chemistry of Solids, V. 19, n. 1/2, 1961, pp. 35-50.
- 58) Robert, M.H. - **“Proposição de um Novo Processo para a Obtenção de Pastas Metálicas Reofundidas”**, Tese de Livre-Docência apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, 1989.
- 59) Flemings, M.C. - **“Materials Science and Engineering Series: Solidification Processing”**, ed. McGraw - Hill, 1974, pp. 143 - 147

Capítulo IV

Solubilização e tratamentos de precipitação controlada para a liga Al-4,5wt%Cu

Índice

1 - Introdução.....	148
2 - Fundamentos gerais.....	148
2.1 - Endurecimento por precipitação.....	149
2.2 - Endurecimento das ligas Al-Cu reofundidas.....	158
3 - Procedimento experimental.....	161
3.1 - Solubilização e envelhecimento.....	161
3.2 - Caracterização macro e microestrutural.....	162
4 - Resultados e discussões.....	163
4.1 - Caracterização macroestrutural.....	164
4.2 - Caracterização microestrutural.....	166
4.3 - Caracterização por microscopia eletrônica.....	172
4.4 - Efeito comparativo de T6 nas estruturas fundidas e nas reofundidas.....	186
5 - Conclusões.....	190
Referências bibliográficas.....	191

1 - Introdução

Este capítulo trata da análise comparativa das modificações estruturais promovidas nas estruturas fundidas e reofundidas produzidas, quando submetidas a tratamento de solubilização seguido de precipitação controlada de CuAl_2 segundo procedimento T6. Estas estruturas serão, em capítulo posterior, caracterizadas mecânicamente, sendo suas propriedades comparadas com as estruturas fundidas e reofundidas sem tratamento.

O capítulo apresenta, em primeiro lugar, uma revisão bibliográfica fundamentando o processo de solubilização do cobre e de precipitação do CuAl_2 em ligas alumínio-cobre, descrevendo para várias condições de tempo e temperatura este fenômeno. Pretende ainda, na revisão, apresentar correlações entre morfologia e concentração de microprecipitados CuAl_2 na matriz e as propriedades mecânicas da liga Al-4,5wt%Cu. Em seguida são apresentados procedimentos experimentais utilizados e resultados obtidos.

2 - Fundamentos gerais

As ligas Al-4,5wt%Cu em geral não são utilizadas em seu estado bruto de fusão, e sim no estado tratado termicamente. O tratamento térmico básico para estas ligas permite uma melhor distribuição do CuAl_2 na matriz de alumínio aumentando a tensão de ruptura e o limite elástico, bem como aumentando sua dureza, possibilitando um melhor aproveitamento mecânico para o material.

Um material metálico qualquer, quando submetido à tensões diversas começa a se deformar pelo deslizamento de planos, com a conseqüente movimentação das linhas de discordâncias. Estas movimentações são barradas pelos microprecipitados de CuAl_2 , no caso das ligas alumínio - cobre. Porém na estrutura bruta de fusão, o CuAl_2 se encontra nas regiões compreendidas entre os braços interdendríticos e os contornos de grão, conferindo uma grande anisotropia nas propriedades mecânicas. Para melhorar as características mecânicas é necessário melhor distribuir a fase CuAl_2 , como microprecipitados na matriz fazendo com que haja uma

maior isotropia. A este processo dá-se o nome de envelhecimento por precipitação ou endurecimento por precipitação.

2.1 - Endurecimento por precipitação

As ligas tratáveis termicamente contêm elementos em solução sólida, que quando excedem o limite de solubilidade para aquela fase precipitam nos locais mais favoráveis da rede cristalina. A FIGURA 4.1 mostra o diagrama alumínio-cobre, indicando as faixas de temperaturas onde ocorre a solubilização e a zona de precipitação controlada.

A faixa superior indica a faixa de solubilização do cobre na matriz de alumínio. Para temperaturas superiores a 773K (500°C), a composição de 4,5wt%Cu é totalmente solubilizada, formando uma única solução sólida com estrutura cúbica de face centrada. Está presente, portanto uma única fase: a fase α . À esta faixa de temperatura o cobre estará totalmente dissolvido na matriz de alumínio. Quando do resfriamento rápido a partir desta faixa de temperatura, não existe tempo para a difusão do cobre na matriz de alumínio, para a conseqüente formação de CuAl_2 . Tem-se portanto à temperatura ambiente uma solução sólida super-saturada de cobre na matriz de alumínio α .

Para a liga Al-4,5wt%Cu a solubilização é realizada geralmente à temperatura de 773K (500°C) por um tempo de cerca de 1H30. Se a temperatura for reduzida para menos de 763K (490°C), inicia-se o processo de precipitação do CuAl_2 nos contornos de grão ou espaçamentos interdendríticos (para a estrutura fundida). O resfriamento rápido, em água, permite a manutenção desta solução sólida à temperatura ambiente, pois a força motriz para a precipitação aumenta com o teor de cobre na liga e com a diminuição da temperatura, porém também é dependente da mobilidade do cobre na estrutura de alumínio, e quanto menor a temperatura menor a mobilidade do cobre, fazendo com que este fique retido em solução, não havendo a possibilidade de haver coalescimento dos átomos de soluto ou precipitação de particulados incoerentes. A precipitação controlada deste cobre formando uma fase finamente distribuída na matriz de alumínio irá incrementar o comportamento mecânico. Tem-se que as características mecânicas dependem menos da quantidade de segunda fase presente do que de sua estrutura e distribuição¹.

Para teores superiores a 5,65wt%Cu, mesmo com o resfriamento drástico não é possível ter todo o cobre em solução sólida, originando uma estrutura de grãos da fase α super-saturados, envoltos em eutético ($\alpha + \text{CuAl}_2$). Mesmo à temperaturas elevadas não será possível dissolver ou solubilizar totalmente o CuAl_2 .

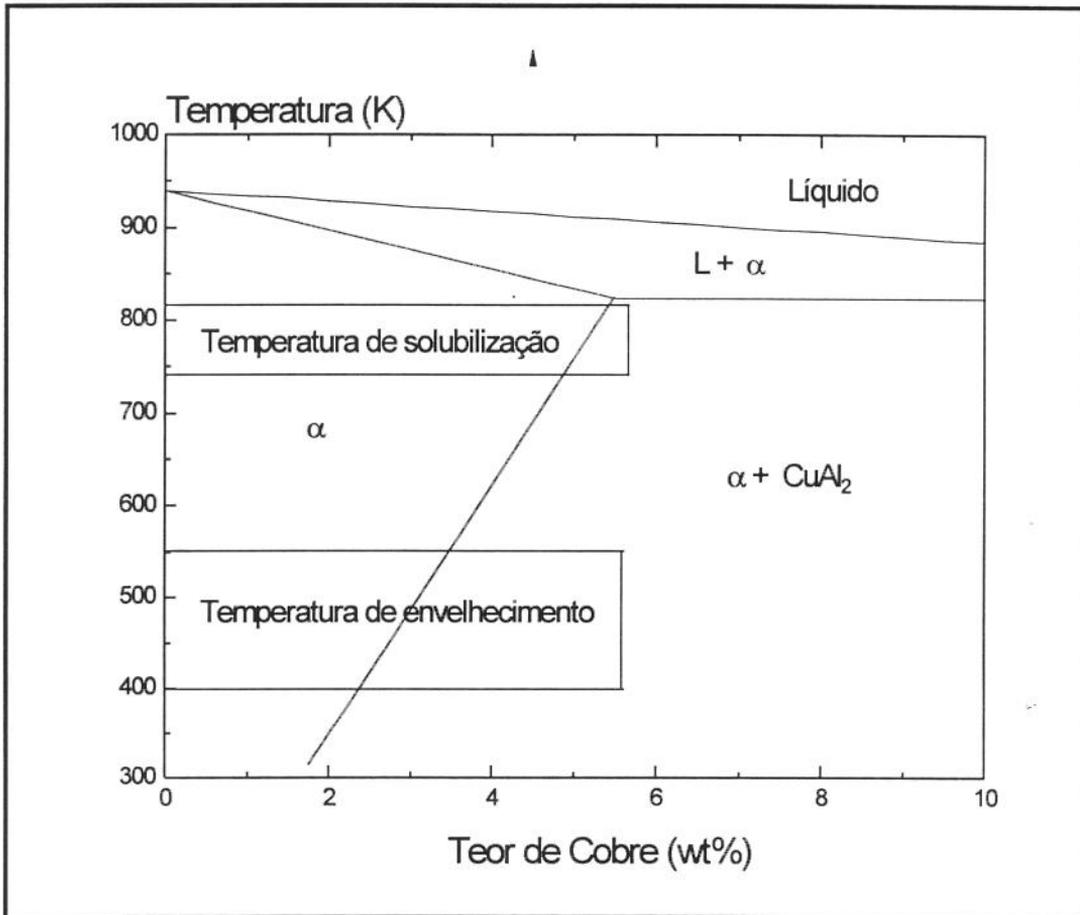


FIGURA 4.1) Diagrama Al-Cu ilustrando as faixas de temperaturas referentes à solubilização e precipitação controlada. Extraído de Hunsicker¹.

A presença de qualquer outro elemento de liga altera as linhas correspondentes às temperaturas *solidus* e *solvus* alterando a faixa de solubilização, ou seja, alterando os limites de solubilidade de um elemento em outro. O grau adicional de liberdade resultante da introdução de outros elementos de liga produz uma composição de fases e temperaturas de transição que podem não ser representados no diagrama binário.

Muitas ligas apresentam mudanças de propriedades mesmo à temperatura ambiente, após a operação de solubilização. Este fenômeno é conhecido como envelhecimento natural, podendo

iniciar imediatamente após a operação de resfriamento rápido, ou após um período de incubação. As taxas de envelhecimento variam amplamente de uma liga para outra, podendo passar de alguns dias a muitos anos. A precipitação pode ser acelerada por tratamento térmico à baixa temperatura. Esta operação é conhecida como envelhecimento artificial. Em algumas ligas, para se conseguir uma melhor distribuição dos microprecipitados oriundos do envelhecimento ainda é possível executar operações de conformação a frio. O trabalho a frio proporciona uma melhor distribuição do soluto na matriz super-saturada, aumentando ainda os pontos de maior concentração de energia, isto é, de pontos onde pode ocorrer a precipitação dentro da estrutura¹.

Os tratamentos térmicos geralmente efetuados em ligas de alumínio recebem as seguintes designações da Aluminum Association¹:

AA NXXX - F : Como fabricado.

AA NXXX - O : Estrutura recozida.

AA NXXX - W : Solubilizada e resfriada rapidamente. Para as ligas que não sofrem envelhecimento natural.

AA NXXX - T : Endurecida por envelhecimento.

Onde AA significa a origem da designação (no caso Aluminum Association), N o número referente ao tipo de liga; XXX a liga em questão e o último dígito a condição de tratamento em que se encontra o material.

Para o caso da liga endurecida ou melhor, envelhecida, existem dez tratamentos distintos¹:

T1 - Resfriada a partir de temperatura elevada e envelhecida naturalmente.

T2 - Resfriada a partir de temperatura elevada, conformada a frio e envelhecida naturalmente.

T3 - Solubilizada, resfriada rapidamente, conformada a frio e envelhecida naturalmente.

T4 - Solubilizada, resfriada rapidamente e envelhecida naturalmente.

T5 - Resfriada a partir de temperatura elevada e envelhecida artificialmente.

T6 - Solubilizada, resfriada rapidamente e envelhecida artificialmente.

T7 - Solubilizada, resfriada rapidamente e estabilizada.

T8 - Solubilizada, resfriada rapidamente, conformada a frio e envelhecida artificialmente.

T9 - Solubilizada, resfriada rapidamente, envelhecida artificialmente e conformada a frio.

T10 - Resfriada a partir de temperatura elevada, conformada a frio e envelhecida artificialmente.

O tratamento de solubilização implica na total dissolução do eutético. A liga apenas resfriada, através de diversos processos de conformação industrial, tais como laminação ou extrusão à elevadas temperaturas, implica na parcial solubilização do material¹.

O aumento da resistência mecânica, em termos de aumento da tensão de ruptura ou da tensão de escoamento para os materiais que exibem envelhecimento natural pode se estabilizar depois de algum tempo. O envelhecimento artificial é caracterizado por um comportamento no qual a resistência mecânica e a dureza aumentam até um certo nível e subsequentemente decaem, ocorrendo o fenômeno de sobre-envelhecimento.

O mecanismo pelo qual ocorre o endurecimento do material se baseia na nucleação e precipitação submicroscópica de particulados finos de CuAl_2 (na forma de partículas incoerentes na matriz de alumínio). O melhor comportamento mecânico é obtido enquanto o fenômeno de precipitação ocorre submicroscopicamente. A partir do momento que estas partículas podem ser detectadas microscopicamente, ocorre a queda do comportamento mecânico. Primeiramente ocorre uma segregação de átomos de cobre, a partir da estrutura solubilizada, de tal maneira a formar agregados na forma de plaquetas com 4 a 10\AA ($4,0 \cdot 10^{-8}\text{m}$ a 10^{-7}m) de espessura e aproximadamente 100\AA (10^{-6}m) de diâmetro. Estas plaquetas são denominadas de zonas de Guinier-Preston², ou zona GP. Estes agrupamentos produzem uma deformação localizada, de maneira que a dureza da zona GP, inicialmente GP(1) é maior que a da solução sólida. Este precipitado só é detectado por raios - X.

Com o prosseguimento do envelhecimento a dureza aumenta, favorecida pela ordenação de grandes grupos de átomos de cobre nos planos $\{100\}$ da matriz. Esta nova estrutura é conhecida como GP(2) ou θ'' , com cerca de 8\AA ($8,0 \cdot 10^{-8}\text{m}$) e 150\AA ($1,5 \cdot 10^{-6}\text{m}$) de diâmetro, seguida de placas definidas do precipitado de CuAl_2 , ou θ' , os quais são coerentes com a matriz, formando-se nos seus planos $\{100\}$. Os precipitados coerentes produzem um aumento do campo de deformação na matriz e, conseqüentemente um aumento da dureza. Com a continuação do envelhecimento a fase de equilíbrio CuAl_2 , ou θ , é formada a partir da transição da fase θ' . Essas partículas não são mais coerentes com a matriz, e conseqüentemente a dureza é menor do que no estágio em que a fase coerente θ' estava presente.

A FIGURA 4.2 ilustra, esquematicamente, o comportamento mecânico em termos de tensão de escoamento em função do tempo de envelhecimento. Tem-se então a passagem:



O grau de endurecimento resultante da presença destes microprecipitados depende ainda da sua distribuição na matriz. Tratamentos de deformação a frio anteriores à etapa de precipitação favorecem o surgimento de microprecipitados de maneira mais dispersa na matriz elevando a sua resistência mecânica.

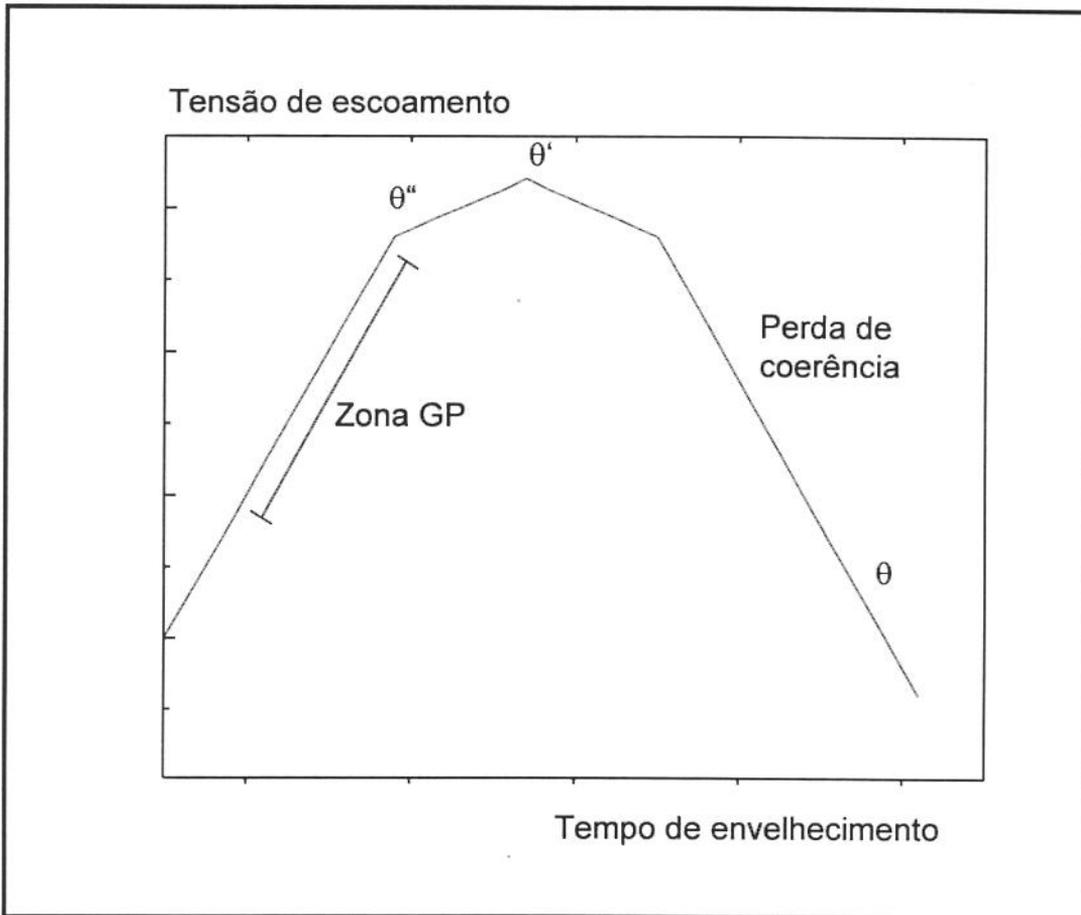


FIGURA 4.2) Variação esquemática da tensão de escoamento com o tempo de envelhecimento. Adaptado de Dieter²

Kuwano et alii³ estudaram os efeitos do recozimento após trabalho a frio, sobre a fase α em ligas alumínio - cobre, para determinar se a morfologia da fase ou a sua concentração são afetadas pelo trabalho a frio. Demonstraram que a distribuição homogênea do eutético à temperatura ambiente é mais efetiva em impedir os processos de deformação que a sua quantidade na matriz. Uma menor quantidade de eutético, mais bem distribuída na matriz resultou na necessidade de uma maior energia de ativação para a movimentação das

discordâncias. Com esta informação demonstra-se que a distribuição da segunda fase é de fundamental importância para o completo entendimento do comportamento mecânico.

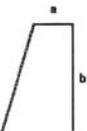
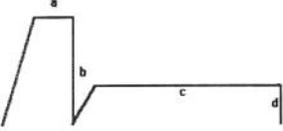
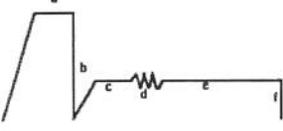
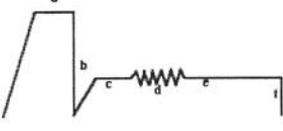
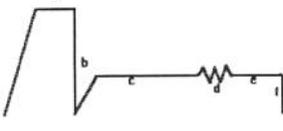
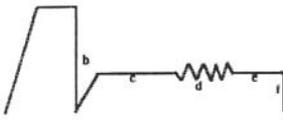
Fujita e Lu^{4,5} em artigos mais recentes (1992) descrevem os mecanismos de formação das zonas GP(1) e GP(2), e conseqüentemente da fases θ e θ' em uma liga Al-1,6at%Cu. Este é um dos estudos mais completos da formação destas fases. Os autores descreveram através de modelos atômicos todos os passos da difusão do cobre na matriz de alumínio e da transformação da solução super-saturada em fases precipitadas. A transformação da zona GP(1) e GP(2) em fase θ (CuAl_2) se dá através da migração dos átomos de cobre para a família de planos $\{100\}$ da fase α , fazendo com que o cobre forme um plano intermediário de átomos entre estes planos. Tem-se portanto uma estrutura formada por planos de α intercalados com planos de cobre (β). À esta estrutura mista dá-se o nome de fase θ .

Singh e Goel⁶ descreveram o processo de endurecimento por precipitação destas ligas, mais precisamente da liga AA 2014 (Al-4,44wt%Cu-0,85wt%Si-0,77wt%Mn-0,45wt%Mg), com maiores detalhes colocando as várias possibilidades de envelhecimento em função da solubilização feita e do tempo e temperatura usados no tratamento de precipitação controlada, além de deformação por laminação durante a precipitação, ou seja, demonstraram o efeito na estrutura do endurecimento por precipitação, intercalando com tratamentos termo-mecânicos de deformação. Os tratamentos propiciaram, para as diversas estruturas obtidas, uma gama ampla de propriedades mecânicas melhorando sua aplicabilidade através da obtenção de particulados bastante finos de CuAl_2 , finamente distribuídos nas subestruturas de discordâncias, que aumentam a resistência mecânica diminuindo a ductilidade do material¹. Demonstraram que é possível introduzir no material uma subestrutura de discordâncias que mantém as propriedades mesmo a altas temperaturas. Esta subestrutura garante a manutenção do endurecimento a elevadas temperaturas e é responsável pelo controle do mecanismo de coalescimento das partículas precipitadas. Estes autores determinaram que a solubilização a 773K (500°C) por 1h30, seguida de precipitação controlada a 433K (160°C), com a utilização ou não de deformação a frio por laminação, com redução de 20% na espessura, seguida de contínua precipitação a 433K (160°C) por período de até 7horas, causa uma melhor distribuição do CuAl_2 na matriz de alumínio. A deformação termo-mecânica possibilita a melhor distribuição de microprecipitados a surgirem na matriz⁶.

Por tratamentos termo-mecânicos de envelhecimento (TMA), entende-se os ciclos de solubilização impostos à liga, seu resfriamento brusco em água e ciclos variados de envelhecimento a baixa temperatura, intercalados com deformação termo-mecânica. Através

destes procedimentos é possível desenvolver as subestruturas de discordâncias. A TABELA 4.1 ilustra quais TMAs à qual o material estudado por Singh e Goel⁶ foi submetido, e as correspondentes propriedades mecânicas do produto final podem ser vistas na FIGURA 4.3.

TABELA 4.1 - Detalhe dos tratamentos termo-mecânicos executados por Singh e Goel⁶.

Tratamento	Representação Esquemática	Detalhes do Tratamento
Solubilização		a - Solubilização a 773K (500°) por 1h30. b - Resfriamento brusco em água.
Envelhecida (O)		a - Solubilização a 773K (500°) por 1h30. b - Resfriamento brusco em água. c - Envelhecimento por diversos tempos à 433K (160°C) seguido de resfriamento em água.
TMA 1a ()		a - Solubilização a 773K (500°) por 1h30. b - Resfriamento brusco em água. c - 25% de pré-envelhecimento à 433K (160°C), para dureza acima de 73HVN. d - Laminação com redução de 10% a 433K (160°C). e - Envelhecimento final a 433K (160°C). f - Resfriamento em água.
TMA 1b (■)		a - Solubilização a 773K (500°) por 1h30. b - Resfriamento brusco em água. c - 25% de pré-envelhecimento à 433K (160°C), para dureza acima de 73HVN. d - Laminação com redução de 20% a 433K (160°C). e - Envelhecimento final a 433K (160°C). f - Resfriamento em água.
TMA 2a (Δ)		a - Solubilização a 773K (500°) por 1h30. b - Resfriamento brusco em água. c - 50% de pré-envelhecimento à 433K (160°C), para dureza acima de 73HVN. d - Laminação com redução de 10% a 433K (160°C). e - Envelhecimento final a 433K (160°C). f - Resfriamento em água.
TMA 2b (▲)		a - Solubilização a 773K (500°) por 1h30. b - Resfriamento brusco em água. c - 50% de pré-envelhecimento à 433K (160°C), para dureza acima de 73HVN. d - Laminação com redução de 20% a 160°C). e - Envelhecimento final a 433K (160°C). f - Resfriamento em água.

Diferentes ciclos resultam em diferentes resultados de comportamento mecânico, porém todos os ciclos melhoram, em menor ou maior grau, as características mecânicas desta liga à alta temperatura. Segundo os autores existem tres hipóteses para este comportamento (a) introdução de algum tipo particular de discordância, (b) otimização da distribuição e tamanho dos particulados (microprecipitados) e (c) produção de uma distribuição homogênea de discordâncias e de particulados precipitados.

Da FIGURA 4.3 tem-se que as propriedades melhoram para tempos de envelhecimento de até cerca de 7H00 a 433K (160°C). Após este intervalo de tempo a resistência mecânica em termos de tensão de ruptura e tensão de escoamento começa a cair devido à coalescência dos microprecipitados de CuAl_2 .

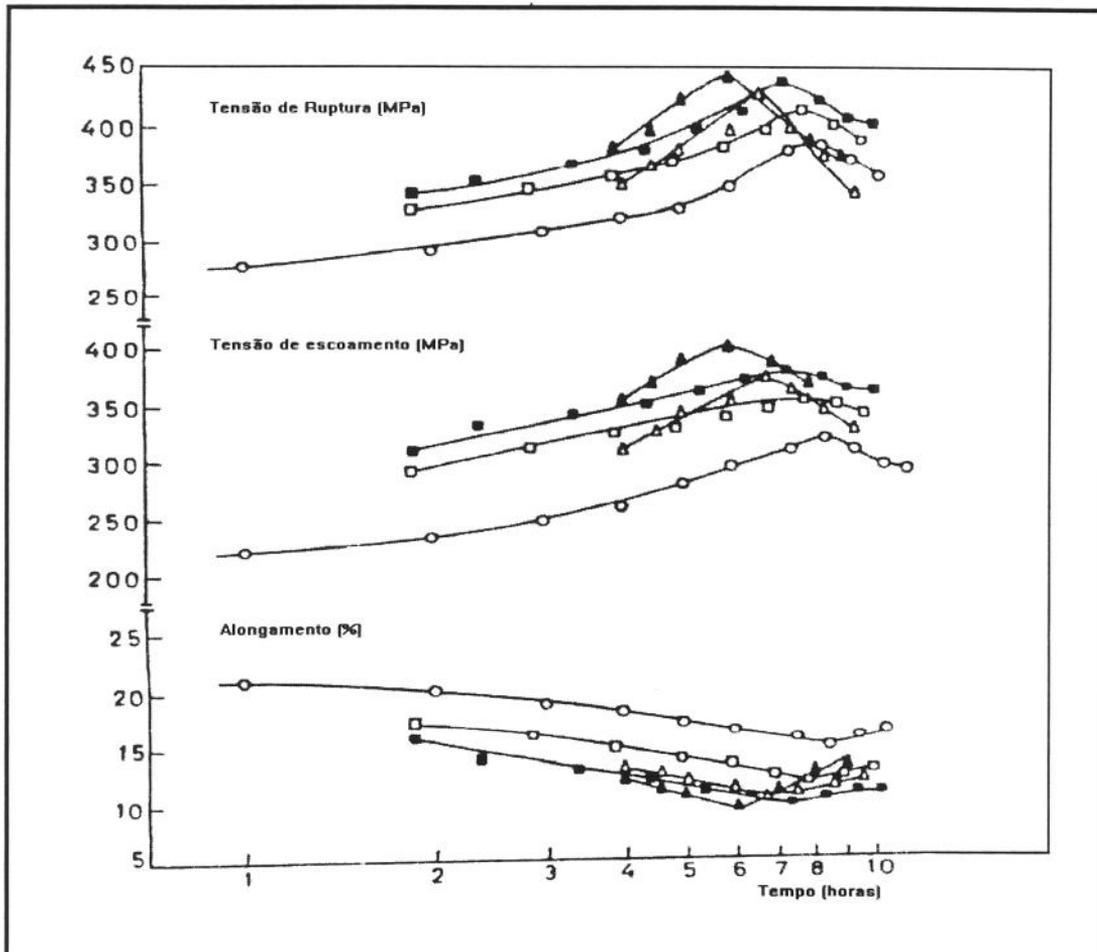


FIGURA 4.3) Efeito do tratamento termo-mecânico de envelhecimento da liga AA 2014 nas propriedades de tensão de ruptura, tensão de escoamento e alongamento, para as condições previstas na TABELA 4.1. Extraído de Singh e Goel⁶.

Singh e Goel⁶ ainda estudaram o efeito da temperatura de ensaio nos materiais tratados, para analisar a estabilidade dos microprecipitados. Suas conclusões indicam maior estabilidade nos materiais submetidos ao maior grau de deformação a frio, dada a melhor distribuição dos microprecipitados de CuAl_2 obtidos nesta condição.

Richert⁷ discutiu as condições que favorecem a ocorrência de deformações localizadas em torno de partículas que sofreram coalescimento, (como as partículas θ nas ligas alumínio-cobre), para materiais que apresentam estrutura cúbica de face centrada, como o alumínio, isto é, materiais que apresentam alta energia de falha de empilhamento. A autora demonstra que existe uma influência negativa dos precipitados nos fenômenos de deformação. A presença destes precipitados origina um campo de tensões que possibilita o acúmulo de discordâncias, que por sua vez origina uma microtrinca no material. Esta microtrinca, com a contínua deformação devido às tensões que o material está sendo submetido se propaga, levando o material à ruptura.

Verlinden et alii⁸ realizaram testes de torção a quente em uma liga AA 2024 para determinar as características de sua conformabilidade plástica. O material foi previamente solubilizado à temperatura de 733 (460°C) e 813K (540°C) por tempo que variou entre 8 a 24H00, com resfriamento em água, para manter o cobre em solução sólida. Os testes foram realizados a cerca de 613K (340°C), 643K (370°C) e 673K (400°C). Os resultados obtidos indicam que quanto maior a temperatura de ensaio, maior a conformabilidade pela maior dissolução dos precipitados. Os autores ainda observaram que a conformabilidade é reduzida com o coalescimento de precipitados.

Os tratamentos de solubilização e precipitação controlada visam, portanto, uma melhoria no comportamento mecânico, porém o fenômeno de solubilização assim como a precipitação dependem de condições intrínsecas à microestrutura, tais como índice de difusão do soluto na matriz do solvente, temperatura e cinética de dissolução, bem como defeitos da rede que podem melhorar ou atrapalhar o mecanismo de solubilização.

Um problema relevante, oriundo do tratamento de solubilização é o conseqüente crescimento de grão. Kashyap e Tangri⁹ estudaram a cinética de crescimento de grãos da liga alumínio - cobre eutética, para temperaturas que variaram entre 700 e 800K (427 e 527°C) para tempos de até 1.000H00 de tratamento. A lei de crescimento de grão gerada é dada por:

$$d = K * t^n \quad (02)$$

Onde d é o tamanho de grão médio, para um tempo t de recozimento, sendo K e n constantes obtidas experimentalmente, dependentes da estrutura do material e da proporção de fases. Os autores chegaram a valores da ordem de 0,1 para n , e para K tem-se:

$$K = K' * \exp (-Q/RT) \quad (03)$$

Sendo K' também constante e dependente do material e Q a energia de ativação para a liga (em torno de 158Kj/mol para a fase α , 148Kj/mol para a fase θ e 142Kj/mol para a fase α secundária, rica em cobre).

Assim como a estrutura dendrítica ou conformada e recristalizada pode ser endurecida, a estrutura reofundida também poderá apresentar os mesmos fenômenos. Em seguida serão apresentados estudos a respeito de tratamentos de solubilização e envelhecimento em reofundidos, disponíveis na literatura.

2.2 - Endurecimento de ligas Al-Cu reofundidas

Existem poucos trabalhos que relacionam a estrutura reofundida com tratamentos de envelhecimento por precipitação, sendo que a totalidade destes trabalhos se refere à estruturas reofundidas obtidas a partir de agitação mecânica durante o estágio de solidificação. Ainda não foram produzidos trabalhos que mencionem os mecanismos de formação das zonas GP, GP(1), GP(2) e θ , assim como não se conhecem os efeitos da solubilização e precipitação em estruturas reofundidas por tratamento isotérmico, escopo deste trabalho.

Agarwala e Ray¹⁰ demonstraram em trabalho de 1987 que o processo de endurecimento por precipitação em uma liga alumínio - cobre, reofundida por agitação mecânica, é semelhante ao processo concebido para outras estruturas (tanto fundidas como laminadas). Seus resultados mostraram que a dureza obtida para uma peça produzida por métodos convencionais é superior à reofundida. Os autores relacionaram as características microestruturais da liga Al-3,76wt%Cu à dureza obtida para vários tratamentos de envelhecimento a 413K (140°C), 473K (200°C) e 523K (250°) em função do tempo. Obtiveram cerca de 71HV para a amostra reofundida tratada a 413K

(140°C) contra 125HV para a liga convencional tratada por 800 horas. Os autores porém, compararam estruturas fundidas solubilizadas e envelhecidas com estruturas refundidas somente envelhecidas. Partiram do princípio que o tratamento de refundição à temperatura elevada já é acompanhado de uma solubilização total. No entanto, o processo de obtenção da estrutura refundida, como já demonstrado, não implica em sua total solubilização.

A FIGURA 4.4 ilustra o efeito do tempo no nível de dureza para as condições citadas, obtido pelos autores. Tem-se uma grande variação nos dados, produzida pela estrutura pouco homogênea conseguida pelo processo de refundição por agitação.

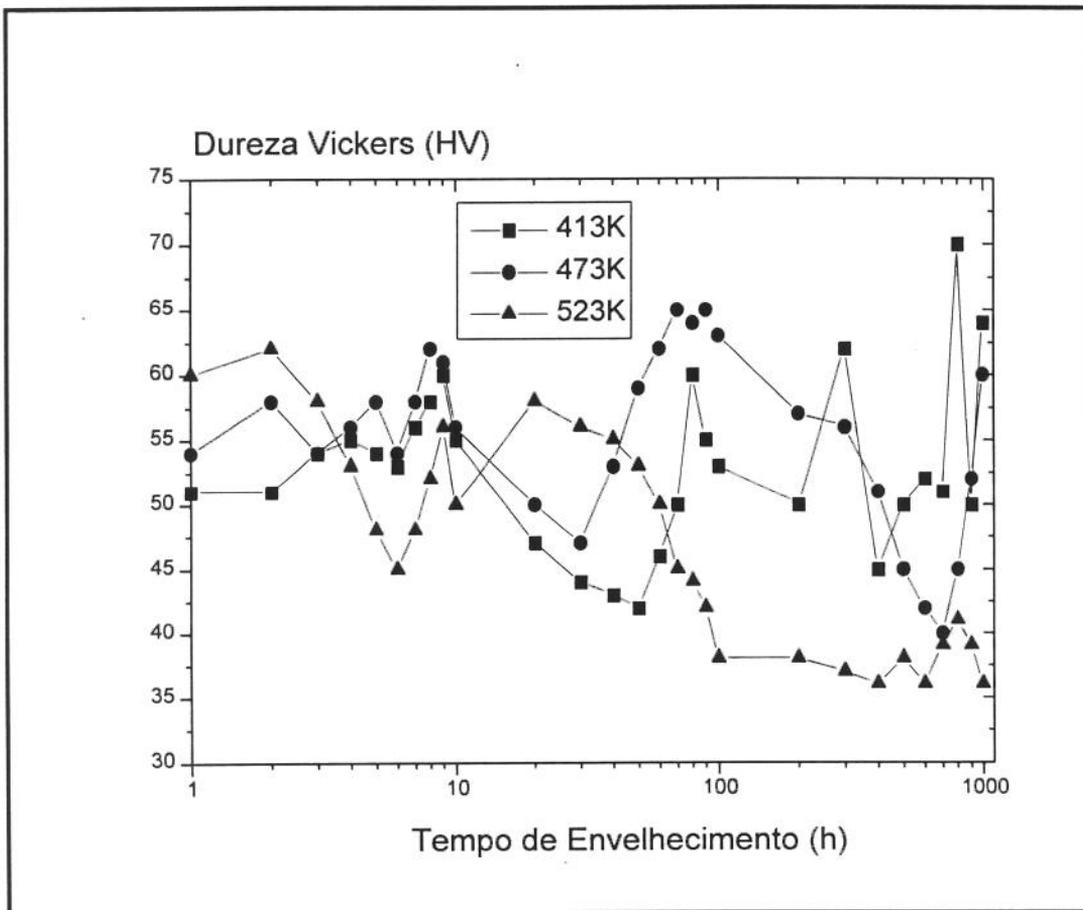


FIGURA 4.4) Evolução da dureza em função do tempo de envelhecimento para a liga Al-3,76wt%Cu refundida. Adaptado de Agarwala¹⁰.

Em trabalhos posteriores^{11,12} Agarwala e Ray estudaram o efeito da homogeneização prévia da estrutura refundida, à temperatura de 763K (490°C), por tempos de 1, 1,5 2, 3 e 4H00, seguido de resfriamento em água, para executar os mesmos procedimentos de

envelhecimento por precipitação. A FIGURA 4.5 apresenta os resultados então obtidos por este novo procedimento, colocando a dureza máxima alcançada em função do tempo de homogeneização, para as quatro temperaturas de envelhecimento utilizadas.

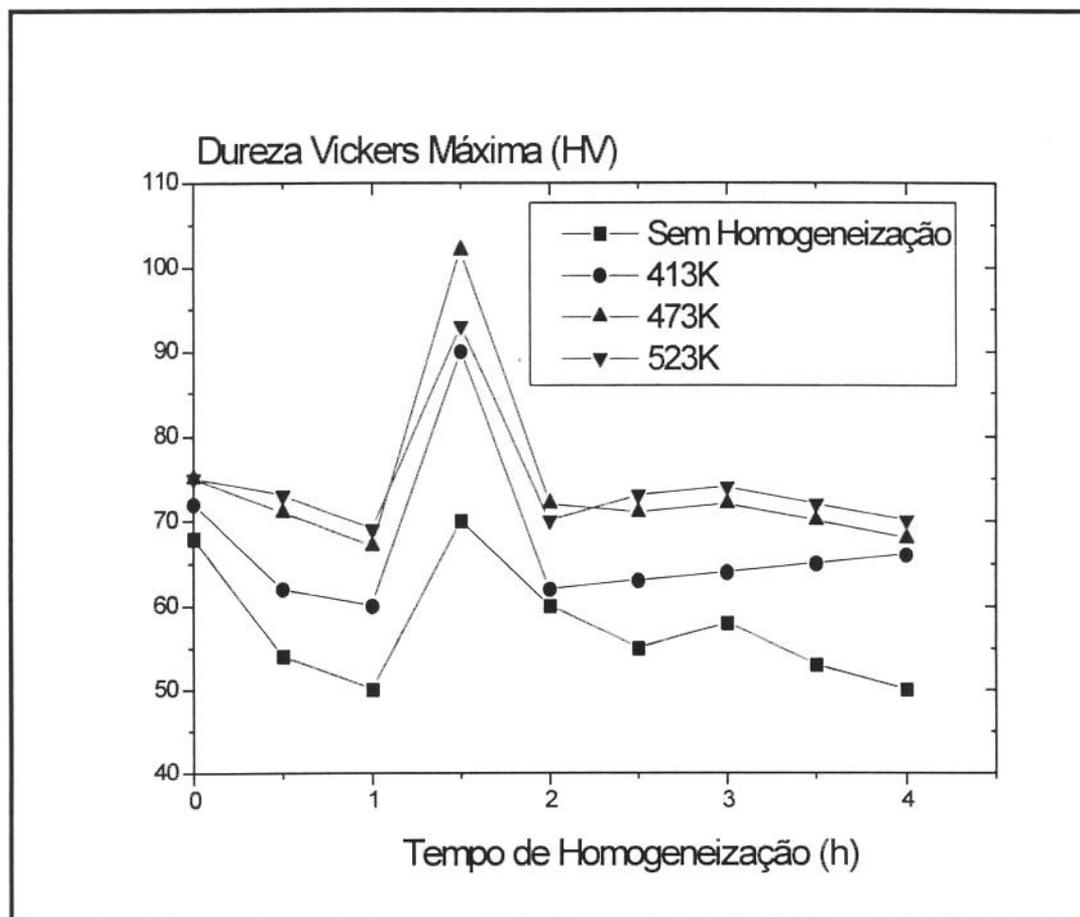


FIGURA 4.5) Evolução da dureza em função do tempo de homogeneização para uma liga Al-4,45wt%Cu reofundida. Adaptado de Agarwala¹².

Tem-se que os melhores resultados para o aumento da dureza do material em questão se encontram para tempo de homogeneização de 1H30, à temperatura de 763K (490°C), seguido de envelhecimento à temperatura de 473K (200°C) por cerca de 7H00. Ressalta-se que houve uma mudança da composição química da liga que passou de 3,76 para 4,5wt%Cu devido à problemas para o processamento da pasta, enfretados pelos autores.

Em outro trabalho Agarwala¹² estudou as alterações morfológicas oriundas do tratamento de solubilização e precipitação, e para a estrutura reofundida, caracterizou a microestrutura da liga Al-3,76wt%Cu em tres regiões distintas: partículas primárias da fase α (glóbulo reofundido,

com teores reduzidos de cobre no centro e teor superior na borda do glóbulo); partículas secundárias de fase α de morfologia dendrítica, com alto teor de cobre nos espaços entre glóbulos, e região de partículas de eutético $\alpha + \theta$ solidificado no resfriamento da pasta. Os autores descrevem a estrutura do particulado CuAl_2 , presente na fase primária do reofundido envelhecido, como idêntico ao encontrado na estrutura dendrítica envelhecida, sendo também originado nos planos da família $\{100\}$ do alumínio.

Prasad^{13,14} no mesmo ano ainda correlacionou o efeito da distribuição de CuAl_2 com as propriedades de tração da estrutura reofundida, demonstrando que a distribuição do CuAl_2 é mais importante no tocante às características mecânicas do reofundido do que o tamanho das partículas primárias da fase α .

Tomando os dados de Prasad¹⁴, ainda é possível verificar que regiões refundidas durante o processamento posterior da pasta (por tixoforjamento ou tixoextrusão), apresentaram maior dureza, resultante das altas taxas de resfriamento impostas nestes processos. O processamento também reduziu o nível de porosidade, fazendo com o material se comportasse mais homoganeamente nos testes de tração, conseguindo-se uma maior isotropia de propriedades.

3 - Procedimento experimental

3.1 - Solubilização e envelhecimento

A liga Al-4,5wt%Cu, cuja produção foi descrita Capítulo I, foi preparada originando placas com estrutura dendrítica (Capítulo II) e estrutura reofundida (Capítulo III), já caracterizadas nestes capítulos. O material assim produzido foi submetido a tratamento de solubilização a temperatura de 773K (500°C) por 1H30, seguido de resfriamento em água à temperatura ambiente, e tratamento térmico de precipitação controlada, a 443K (170°C), por tempo de 7H00 em forno tipo mufla.

As amostras foram colocadas individualmente no forno mufla, tendo à elas conectado termopar Cromel - Alumel, e o tempo de solubilização de 1H30 foi contado a partir do momento

em que a placa atingiu a temperatura estabelecida, chamada de “temperatura de encharque”. Não houve qualquer cuidado quanto à proteção atmosférica durante os tratamentos, uma vez que a placa ainda seria usinada para a produção de corpos de prova. As placas foram resfriadas em água à temperatura de 298K (25°C) e colocadas novamente na mufla para o envelhecimento à temperatura de 443K (170°C). Após o envelhecimento foram resfriadas em água à temperatura ambiente.

A mufla utilizada foi um equipamento EDG FA-V, cuja variação máxima de temperatura para o processo foi de: para a solubilização $773 \pm 4\text{K}$ ($500 \pm 4^\circ\text{C}$), e para o tratamento de precipitação $443 \pm 3\text{K}$ ($170 \pm 3^\circ\text{C}$).

Não foi realizado nenhum tratamento termo-mecânico de deformação entre os passos citados, ficando a liga com a microestrutura advinda dos processos a que foi anteriormente submetida.

3.1 - Caracterização macro e microestrutural

As placas tratadas foram cortadas e usinadas para se obter corpos de prova para o ensaio de tração, como será descrito no Capítulo V. As placas ainda forneceram material para a obtenção de dados referentes à microestrutura.

Primeiramente um lote de amostras foi cortado, lixado até lixa 600Mesh, e polido até $6\mu\text{m}$ para caracterização macrográfica. As amostras foram atacadas com solução de 10g de hidróxido de sódio diluído em 90ml de água destilada, sendo lavadas em solução de 100ml de ácido clorídrico diluído em 100ml de água destilada. Após este procedimento foram lavadas com água corrente e álcool etílico P.A. e secas.

A macrografia foi realizada para se determinar o tamanho médio e morfologia dos grãos do material após tratamento. A obtenção de dados relativos ao tamanho de grão foram feitas no microscópio ótico Neophot 55, com um dispositivo para verificação em baixo aumento, (cerca de 10 vezes), e a contagem de grão foi realizada pelo método dos interceptos já descrito no Capítulo II, através de 25 contagens por amostra, totalizando 200 contagens.

A micrografia foi realizada após a preparação das amostras através do lixamento destas até 1000mesh, seguido de polimento eletrolítico com o eletrólito I1 (800ml de álcool etílico P.A.,

140ml de água destilada e 60ml de ácido perclórico P.A.), sob corrente de 1A e voltagem de 8,5V, por tempo de 15 segundos. Este procedimento permite uma visualização das fases e suas proporções, que foram caracterizadas sob luz de halogênio à baixos aumentos (de 100 a 200 vezes). As contagens de tamanho de glóbulos e espaçamentos interdendríticos foram executadas através do método dos interceptos já descrito, a partir de 25 contagens por amostra, totalizando 200 contagens.

A metalografia por microscopia eletrônica de varredura permitiu fazer uma análise qualitativa e quantitativa do perfil de cobre na estrutura de todos estes materiais analisados. Foi levantado o perfil de cobre na matriz fundida e reofundida, após os tratamentos de solubilização e precipitação da fase θ . As amostras foram cortadas e fotografadas sob imagens de elétrons secundários e imagens de raios - X, através de imagem gerada pela emissão correspondente à banda K - α do cobre. As amostras foram fotografadas com cerca de 200 e 500 vezes de aumento.

Procedeu-se também a análise do perfil de segregação de cobre para as amostras através da contagem da emissão de raios - X das bandas K - α do cobre, da banda K - α do alumínio, comparando-se com as bandas geradas por amostras de alta pureza. Levantou-se assim o teor de cobre ponto a ponto para as estruturas dendríticas e reofundidas. As contagens foram realizadas sob aumento de 500 vezes, em uma linha reta, tomando-se uma distância de 10 μ m de um ponto a outro. Foram executadas tres linhas de análise por amostra, sendo que cada linha possuía 15 pontos, totalizando 140 μ m de distância.

Tem-se portanto um total 360 pontos analisados por microsonda eletrônica.

4 - Resultados e discussões

As amostras tratadas termicamente foram analisadas para se ter uma comparação macro e microestrutural entre as estruturas fundidas, com quatro tamanhos de grãos e espaçamentos interdendríticos característicos, e as estruturas reofundidas, oriundas de processamento por conformação plástica por laminação, com redução de 40% em um passo, e posteriormente tratadas isotermicamente.

É analisado, portanto, o efeito de tratamento de solubilização e envelhecimento controlado, sobre estruturas reofundidas. Este efeito é comparado ao produzido pelo mesmo tratamento em fundidos.

4.1 - Caracterização macroestrutural

Em primeiro lugar foi analisado o efeito do tratamento T6 no tamanho de grão dos materiais tratados. Os resultados obtidos para as estruturas fundidas são apresentados na TABELA 4.2.

TABELA 4.2) Variação do tamanho de grão das estruturas fundidas, por efeito de tratamento térmico de solubilização e precipitação.

Tamanho de grão 1 (μm)	Tamanho de grão 2 (μm)
39 ± 5	46 ± 7
67 ± 7	78 ± 9
95 ± 10	110 ± 14
125 ± 15	144 ± 15

1 - Estrutura dendrítica sem tratamento térmico de envelhecimento.

2 - Estrutura solubilizada e envelhecida por precipitação.

Da TABELA 4.2 tem-se um aumento do tamanho de grão originado pela solubilização. Este aumento é esperado uma vez que à alta temperatura há uma maior facilidade de atuação de mecanismos de difusão atômica, levando à formação de uma estrutura coalescida. Quanto à morfologia dos grãos, não se observou alteração por efeito do tratamento de solubilização e envelhecimento. Nesta condição o material continuou apresentando grãos predominantemente equiaxiais.

A TABELA 4.3 apresenta os dados referentes ao tamanho de grão das estruturas reofundidas (obtidas após deformação por laminação) e destas mesmas estruturas solubilizadas e envelhecidas.

TABELA 4.3) Variação do tamanho de grão das estruturas reofundidas, por efeito de tratamento térmico de solubilização e precipitação.

Tamanho de grão 1 (μm)	Tamanho de grão 2 (μm)
$16,3 \pm 3,2$	$17,2 \pm 3,1$
$19,4 \pm 2,4$	$20,2 \pm 2,5$
$18,3 \pm 2,1$	$18,9 \pm 2,4$
$25,4 \pm 2,3$	$26,5 \pm 2,4$

1 - Estrutura globular sem tratamento térmico de envelhecimento.

2 - Estrutura globular envelhecida por precipitação.

Tem-se, como para a estrutura anterior, um aumento do tamanho de grão por efeito do tratamento, de cerca de 4% em média para todas as estruturas; menor, portanto do que o observado para as estruturas fundidas, que foi da ordem 15%.

O reduzido crescimento observado pelas estruturas reofundidas pode ser explicado pela presença de contornos espessos, de composição eutética, na microestrutura. Estes contornos atuam como barreira ao crescimentos dos grãos.

Na prática, a restrição ao crescimento de grãos durante tratamentos de solubilização é buscada, uma vez que grãos refinados apresentam melhores propriedades mecânicas. Reofundidos, portanto, apresentam, sob este aspecto, vantagem sobre os fundidos.

Quanto à morfologia dos grãos, também não foi observada qualquer alteração por efeito do tratamento.

4.2 - Caracterização microestrutural

A FIGURA 4.6 apresenta as micrografias das estruturas fundidas após tratamento T6. Pode ser observado que não houve total solubilização da fase eutética: contornos dendríticos ainda são facilmente identificáveis, embora com menor espessura do que os presentes na estrutura sem tratamento.

Pode ser observada ainda, a presença de microprecipitados por toda a matriz, em maior quantidade para a estrutura mais refinada, devido à saturação mais rápida da fase α nestes casos, dada sua menor dimensão.

A FIGURA 4.7 apresenta as mesmas micrografias sob maior aumento. É possível visualizar melhor a distribuição da fase eutética e de microprecipitados CuAl_2 . Pode ser observado ainda um certo grau de microsegregação remanescente na matriz de alumínio (caso c)), não detectável, no entanto, na microanálise a ser apresentada posteriormente.

A comparação desta figura com a FIGURA 2.9 do capítulo II, no entanto, mostra claramente o efeito de solubilização do CuAl_2 de contornos: sensível redução de quantidade de fase eutética de contornos.

As estruturas tratadas foram ainda caracterizadas quantitativamente em relação ao espaçamento interdendrítico. Os resultados são apresentados na TABELA 4.4.

TABELA 4.4) Variação do espaçamento interdendrítico das estruturas fundidas, por efeito de tratamento de solubilização e envelhecimento.

Espaçamento interdendrítico 1 (μm)	Espaçamento interdendrítico 2 (μm)
$6,8 \pm 1,3$	$7,2 \pm 1,3$
$7,8 \pm 1,2$	$8,3 \pm 1,3$
$9,2 \pm 1,2$	$10,4 \pm 1,1$
$12,5 \pm 2,3$	$15,5 \pm 1,7$

1 - Estrutura globular sem tratamento térmico de envelhecimento.

2 - Estrutura globular envelhecida por precipitação.

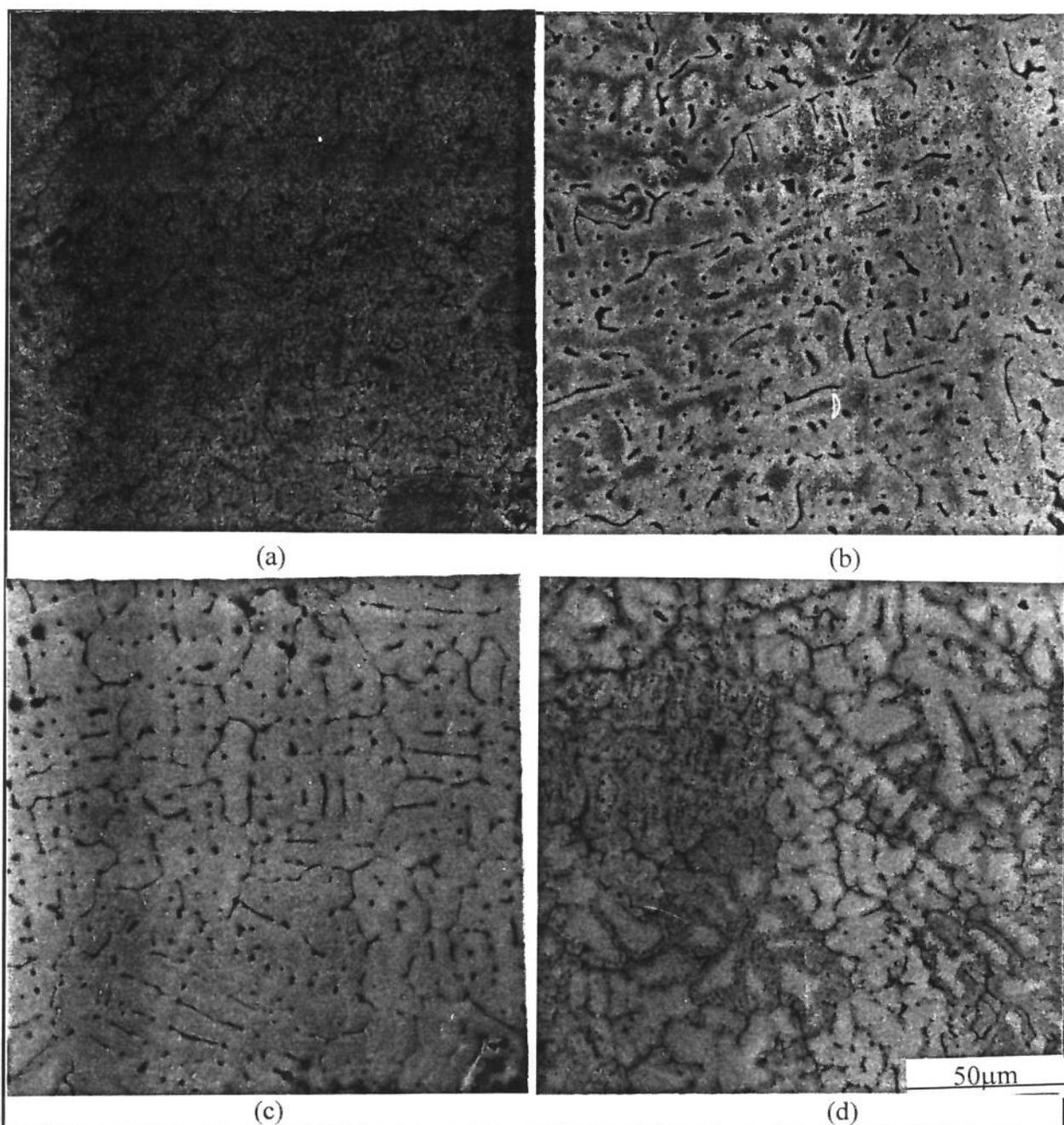


FIGURA 4.6) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 a partir de estruturas fundidas com diferentes espaçamentos interdendríticos: a) 7,2 μ m; b) 8,3 μ m; c) 10,4 μ m e d) 15,5 μ m.

Pode ser observado o aumento no espaçamento interdendrítico, por efeito do tratamento térmico, conforme esperado, uma vez que fenômenos de coalescimento de contornos podem atuar à elevadas temperaturas de tratamento.

O efeito do tratamento de solubilização e precipitação controlada em estruturas reofundidas pode ser observado nas micrografias das FIGURA 4.8 e 4.9.

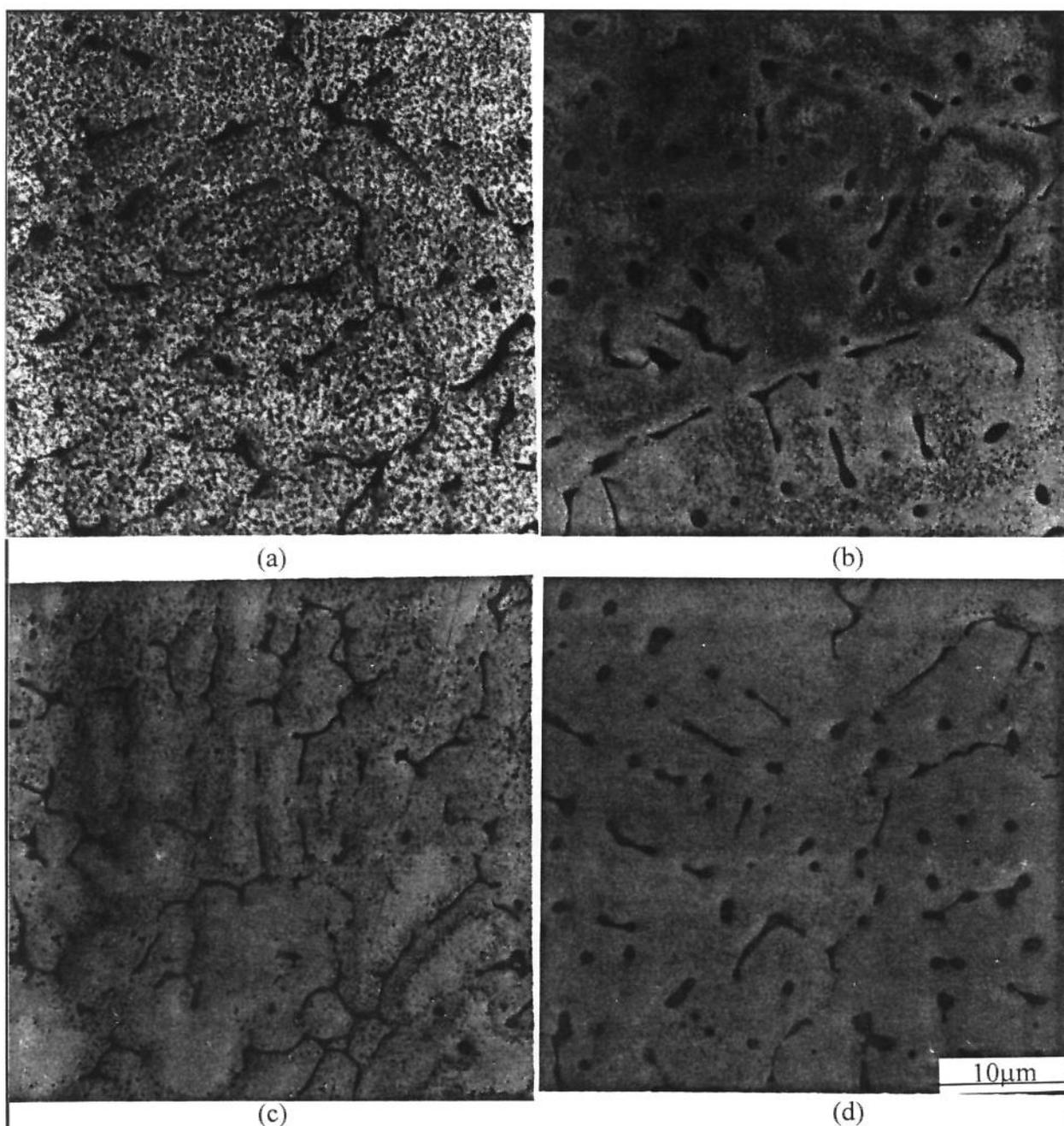


FIGURA 4.7) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 a partir de estruturas fundidas com diferentes espaçamentos interdendríticos: a) 7,2 μ m; b) 8,3 μ m; c) 10,4 μ m e d) 15,5 μ m, vistas sob maior aumento.

Pode ser observada a significativa solubilização da fase CuAl_2 presente em contornos e nas poças no interior dos grãos / glóbulos, quando comparadas estas microestruturas com as apresentadas na FIGURA 2.9 do capítulo II, referentes à condição sem o tratamento térmico.

Observa-se, no entanto, que a solubilização não é completa, os contornos de grão são mantidos, assim como a presença de poças de CuAl_2 em seu interior.

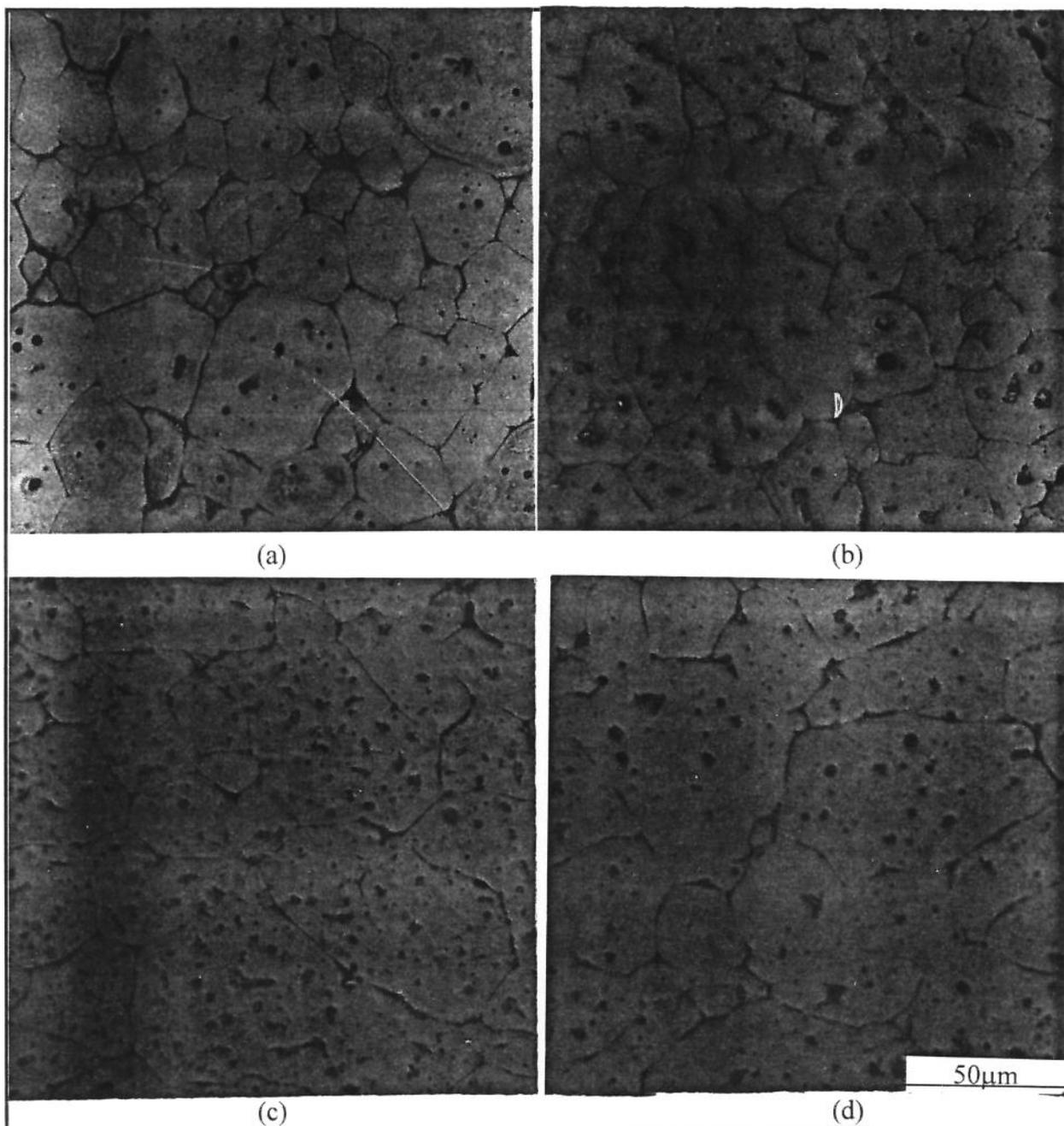


FIGURA 4.8) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, tratadas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00, oriundas de refundidos com diferentes tamanhos de glóbulos: a) 17,2 μ m; b) 20,2 μ m; c) 18,9 μ m e d) 26,5 μ m.

As microestruturas apresentam microprecipitados no interior da fase α , como resultado do envelhecimento, apenas nas condições de menores tamanhos de grãos / glóbulos. Este fato pode ser melhor observado nas micrografias com maior aumento, apresentadas na FIGURA 4.9, e explicadas pelas próprias dimensões dos glóbulos; os mais grosseiros não saturariam em cobre, não apresentado, portanto, microprecipitados visíveis. Além disso, microprecipitados de

dimensões inferiores a $0,01\mu\text{m}$, de fundamental importância para a melhoria de propriedades mecânicas do material, não são detectáveis com os aumentos utilizados.

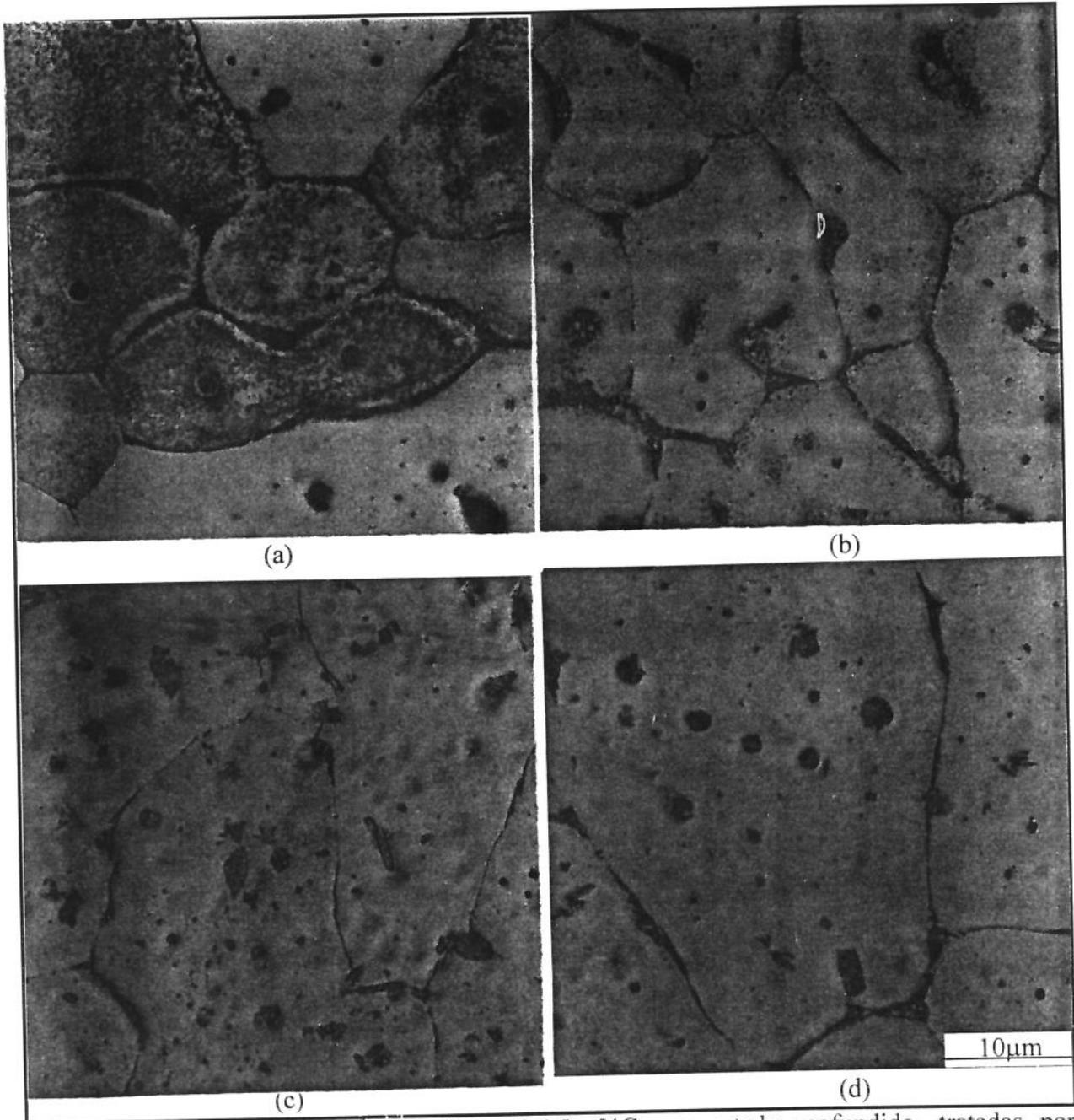


FIGURA 4.9) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu no estado refundido, tratadas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00, oriundas de refundidos com diferentes tamanhos de glóbulos: a) $17,2\mu\text{m}$; b) $20,2\mu\text{m}$; c) $18,9\mu\text{m}$ e d) $26,5\mu\text{m}$, vistas sob maior aumento.

É interessante notar, portanto, que o mesmo tratamento produziu diferentes efeitos nas estruturas fundidas e reofundidas: enquanto o fundido sofreu solubilização e precipitação significativa de CuAl_2 no interior da fase primária, o mesmo não ocorreu com o reofundido, que aparentemente manteve maior quantidade de cobre em solução (o que será posteriormente confirmado por microanálise).

O fato pode ser explicado pela dimensão dos espaçamentos interdendríticos e dos glóbulos envolvidos. As microprecipitações de CuAl_2 ocorrem como decorrência de excesso de cobre na matriz, proveniente de regiões ricas deste elemento, isto é, contornos de braços interdendríticos, contornos de glóbulos e poças de eutético. A estrutura fundida apresenta morfologia com menores distâncias entre uma área e outra contendo este eutético, comparada à estrutura reofundida, resultando em maior facilidade de super-saturação da solução sólida e a consequente precipitação durante o envelhecimento.

O fato é ainda comprovado quando se nota que há mais precipitação nas estruturas dendríticas e globulares mais finas.

Como visto anteriormente, para a estrutura reofundida obtida de fundidos deformados, a macro e microestrutura apresentam a mesma unidade estrutural: os grãos ou glóbulos. No tratamento de solubilização e envelhecimento, como visto, há pequeno aumento no tamanho de grão / glóbulo, da ordem de 4% em média.

Este baixo crescimento do grão / glóbulo é creditado à existência da fase eutética no contorno do glóbulo que impede que haja um maior aumento de seu tamanho, como explicado anteriormente.

O tempo de solubilização não é suficiente para eliminar totalmente esta barreira; se esta barreira fosse eliminada, poderia haver crescimento de glóbulos. Estes dados são condizentes com os dados de Agarwala^{11,12,13}. Em seu trabalho o autor detectou um pico de melhora do comportamento mecânico para tempos da ordem de 1H30 a 2H00 de solubilização, mas uma queda com tempos superiores de solubilização. Dos dados obtidos naquele trabalho deduz-se que a partir deste intervalo de tempo a fase eutética é totalmente solubilizada, destruindo a barreira ao crescimento do grão. Com um grão de maior tamanho, mesmo envelhecido, o material terá comportamento mecânico inferior, traduzido pela menor dureza, observada pelo autor, acarretando também uma menor tensão de escoamento e de tensão de ruptura, aliado à um maior alongamento.

4.3 - Caracterização por microscopia eletrônica

A FIGURA 4.10 apresenta as estruturas dendríticas para as quatro condições de espaçamento interdendrítico, após tratamento de solubilização e envelhecimento, vistas sob imagem de elétrons secundários. Pode-se ver a morfologia dos braços dendríticos caracterizada pela fase α de coloração escura e seu contorno, mais claro, da fase eutética. Esta figura é complementada pela imagem de raios - X mostrada pela FIGURA 4.11.

Através da imagem de elétrons secundários é possível ainda identificar formações dendríticas, embora com contornos mais finos do que os apresentados na estrutura sem tratamento. As imagens de raios - X mostradas pela FIGURA 4.11 ilustram a distribuição do cobre na estrutura. Tem-se que, por estas imagens não é possível identificar claramente as regiões com maior teor de cobre, como a região eutética, vista sob elétrons secundários. Estas micrografias ilustram que a distribuição de cobre na estrutura após o tratamento de solubilização é mais uniforme que para a estrutura bruta de fusão, se comparadas com a FIGURA 2.11 do Capítulo II.

Para se ter uma melhor visão da estrutura, pode-se observar as dendritas com maior aumento sob elétrons secundários e raios - X, apresentadas nas FIGURAS 4.12 e 4.13 respectivamente. Para este aumento é ainda mais difícil a identificação da morfologia dendrítica, porém é facilitada a observação da presença do cobre na estrutura. Pela imagem de elétrons secundários pode-se observar contornos de eutético em quantidade inferior à apresentada pela estrutura bruta de fusão.

A presença de cobre, segundo as imagens de raios - X apresentadas na FIGURA 4.13 não se restringe à contornos de composição eutética, mas é significativa na matriz de alumínio, como resultado do tratamento de solubilização.

Os resultados de microanálises ao longo das linhas indicadas na FIGURA 4.12 quantificam a eficiência da solubilização do CuAl_2 .

A FIGURA 4.14 mostra o perfil de cobre na estrutura do material fundido (com diferentes tamanhos de grãos e espaçamentos interdendríticos) submetido ao tratamento T6. Pode-se notar que o teor de cobre existente na matriz da fase primária é bem superior à quantidade encontrada na matriz dendrítica sem tratamento.

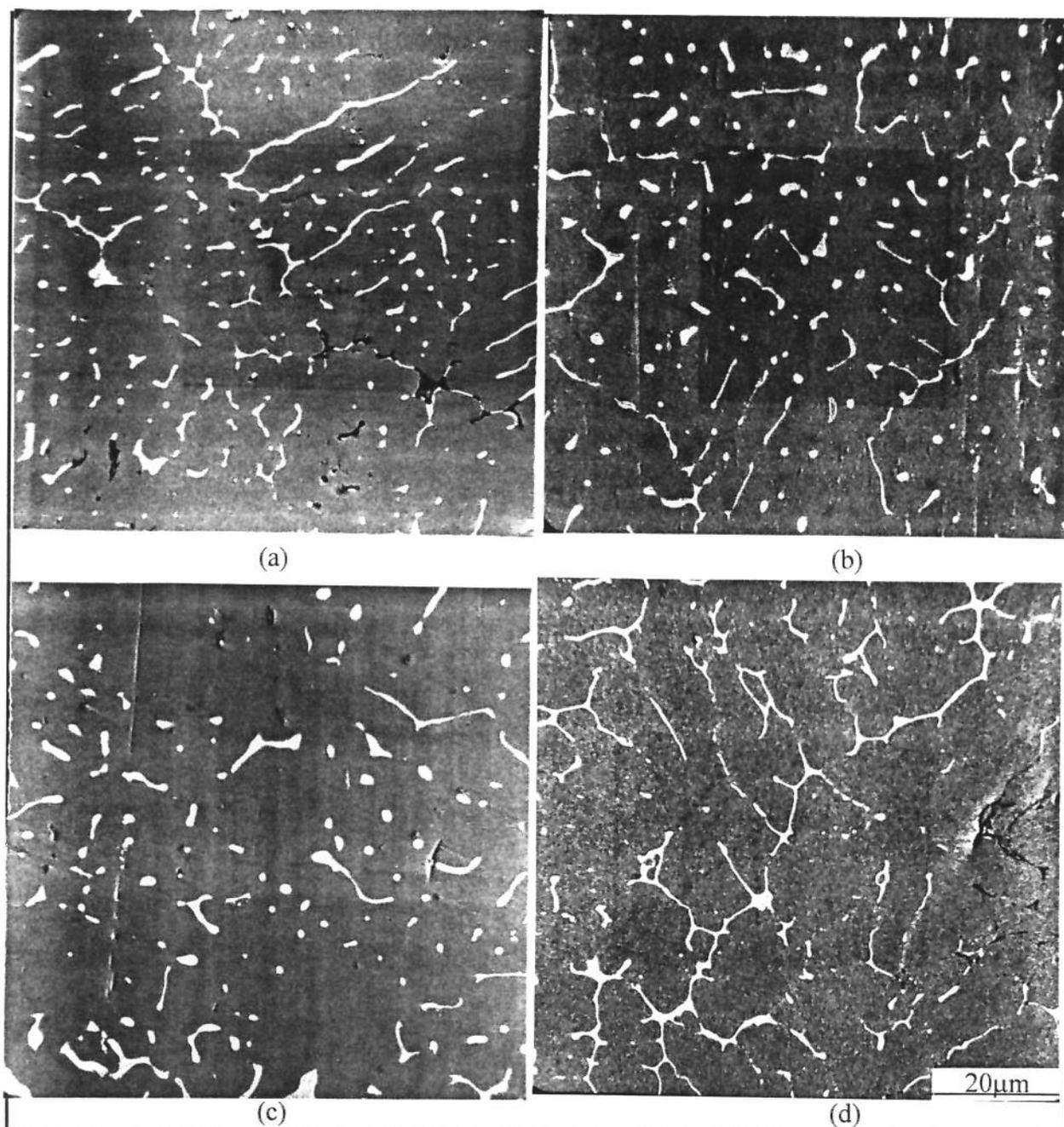


FIGURA 4.10) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 a partir de estruturas fundidas com diferentes espaçamentos interdendríticos: a) 7,2 μ m; b) 8,3 μ m; c) 10,4 μ m e d) 15,5 μ m vistas sob imagem de elétrons secundários.

O teor médio de cobre na matriz para o material solubilizado possui média de 2,75wt%Cu a 3,46wt%Cu contra 1,65wt%Cu a 2,30wt%Cu encontrada para o material isento de tratamento. O maior teor de cobre em solução foi encontrado para a estrutura mais refinada, inicialmente também a mais rica em cobre dissolvido.

Para estruturas refundidas, as FIGURAS 4.15 e 4.16 apresentam o efeito do tratamento de solubilização e envelhecimento, em fotomicrografias obtidas por imagem de elétrons secundários e imagem de raios - X, respectivamente.

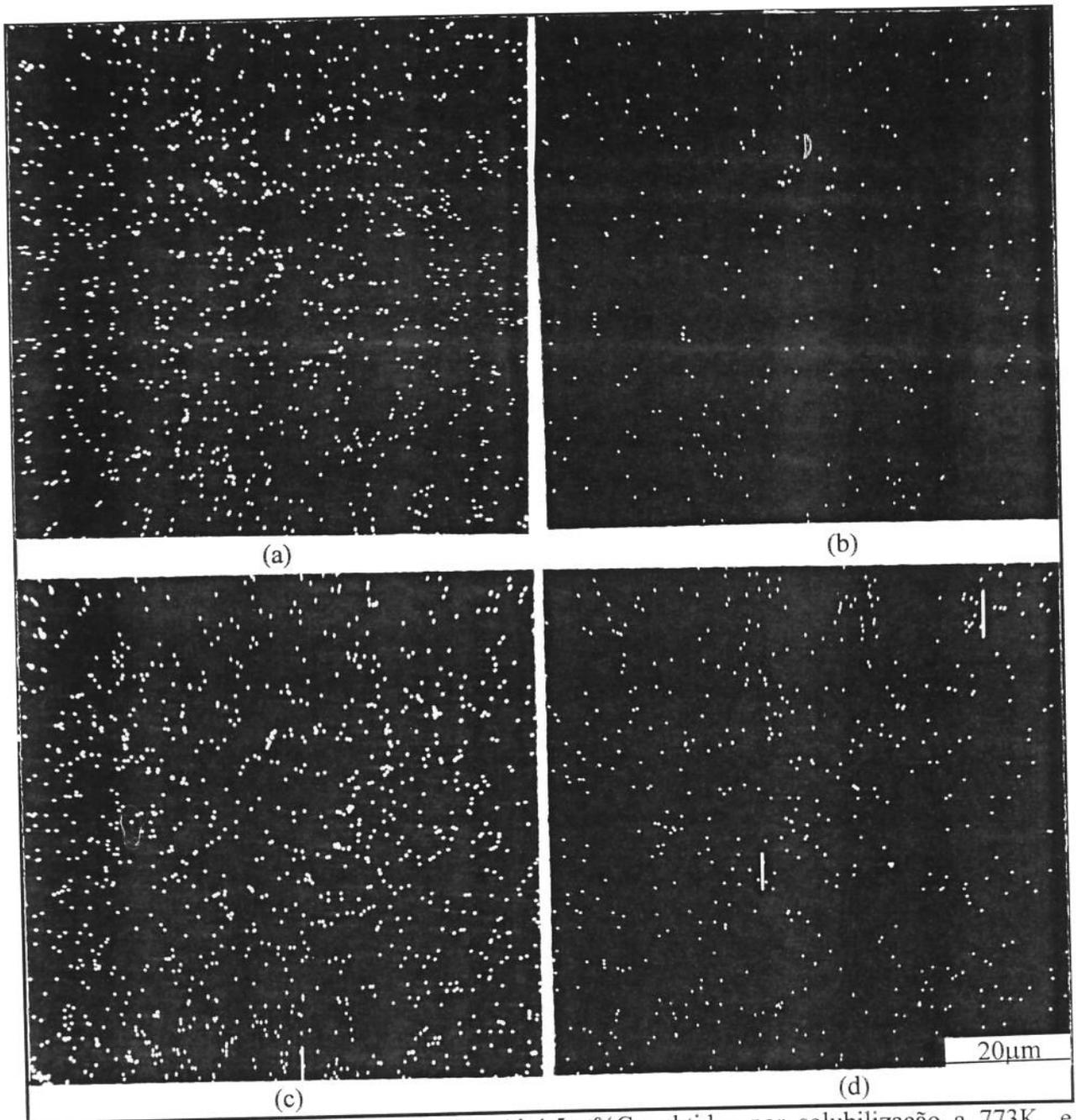


FIGURA 4.11) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 a partir de estruturas fundidas com diferentes espaçamentos interdendríticos: a) 7,2µm; b) 8,3µm; c) 10,4 µm e d) 15,5µm vistas sob imagem de raios - X.

Da FIGURA 4.15 pode-se identificar com clareza a distinção entre as duas fases, porém, para a imagem gerada pela presença do cobre na matriz, (FIGURA 4.16), pode-se observar também a presença de cobre distribuído na matriz, como efeito da solubilização de eutético $\alpha + \text{CuAl}_2$ de contornos e poças.

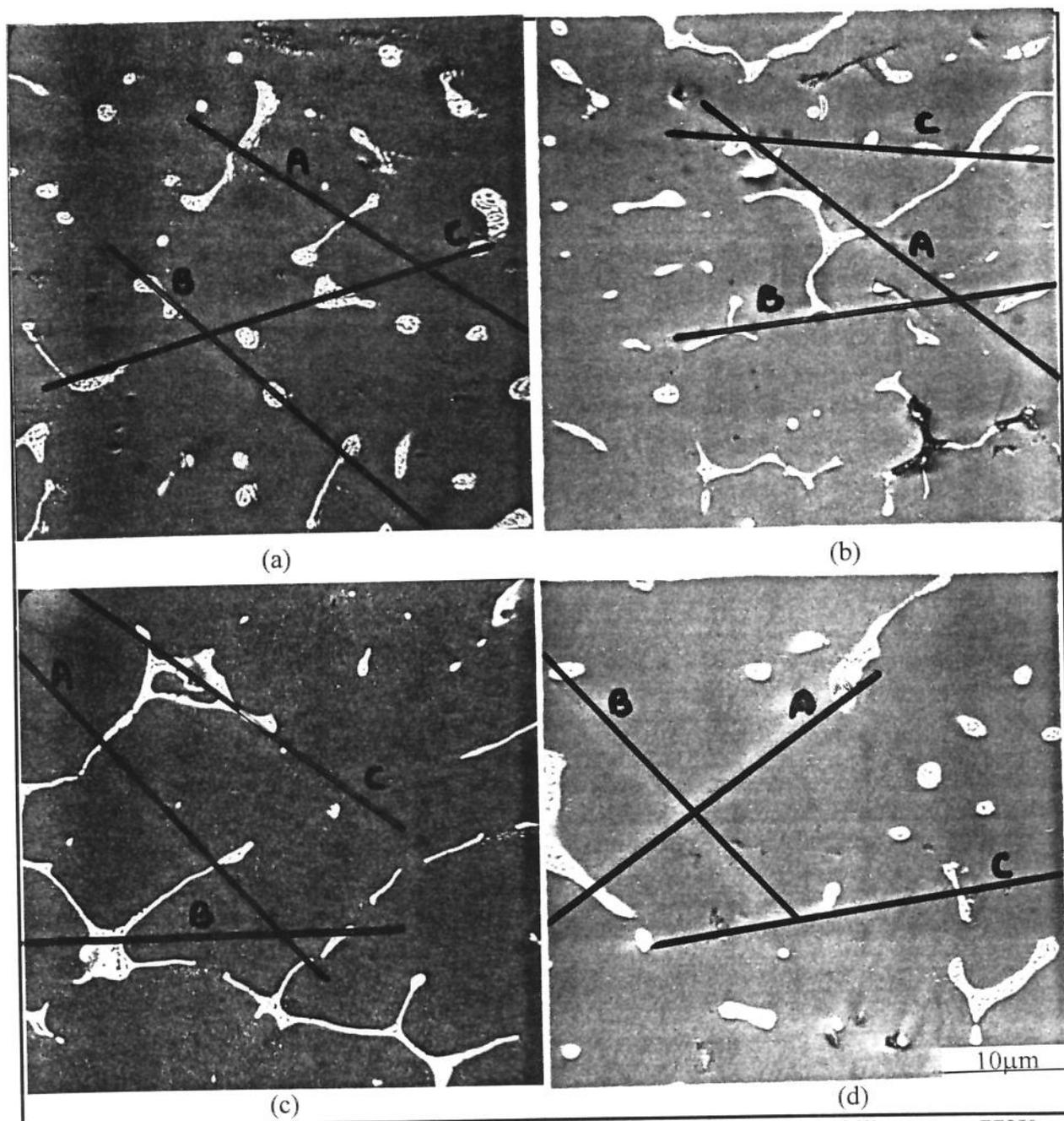


FIGURA 4.12) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 a partir de estruturas fundidas com diferentes espaçamentos interdendríticos: a) 7,2µm; b) 8,3µm; c) 10,4 µm e d) 15,5µm vistas sob imagem de elétrons secundários com maior aumento.

Da imagem originada por elétrons secundários ainda pode-se observar uma menor quantidade de segunda fase eutética, comparada com a liga apenas refundida.

As imagens de elétrons secundários (FIGURA 4.17), imagens de raios - X (FIGURA 4.18), com maior aumento, e as respectivas análises quantitativas, para as linhas de análise indicadas na FIGURA 4.17, permitem melhor análise da situação do cobre na matriz do reofundido tratado por T6.

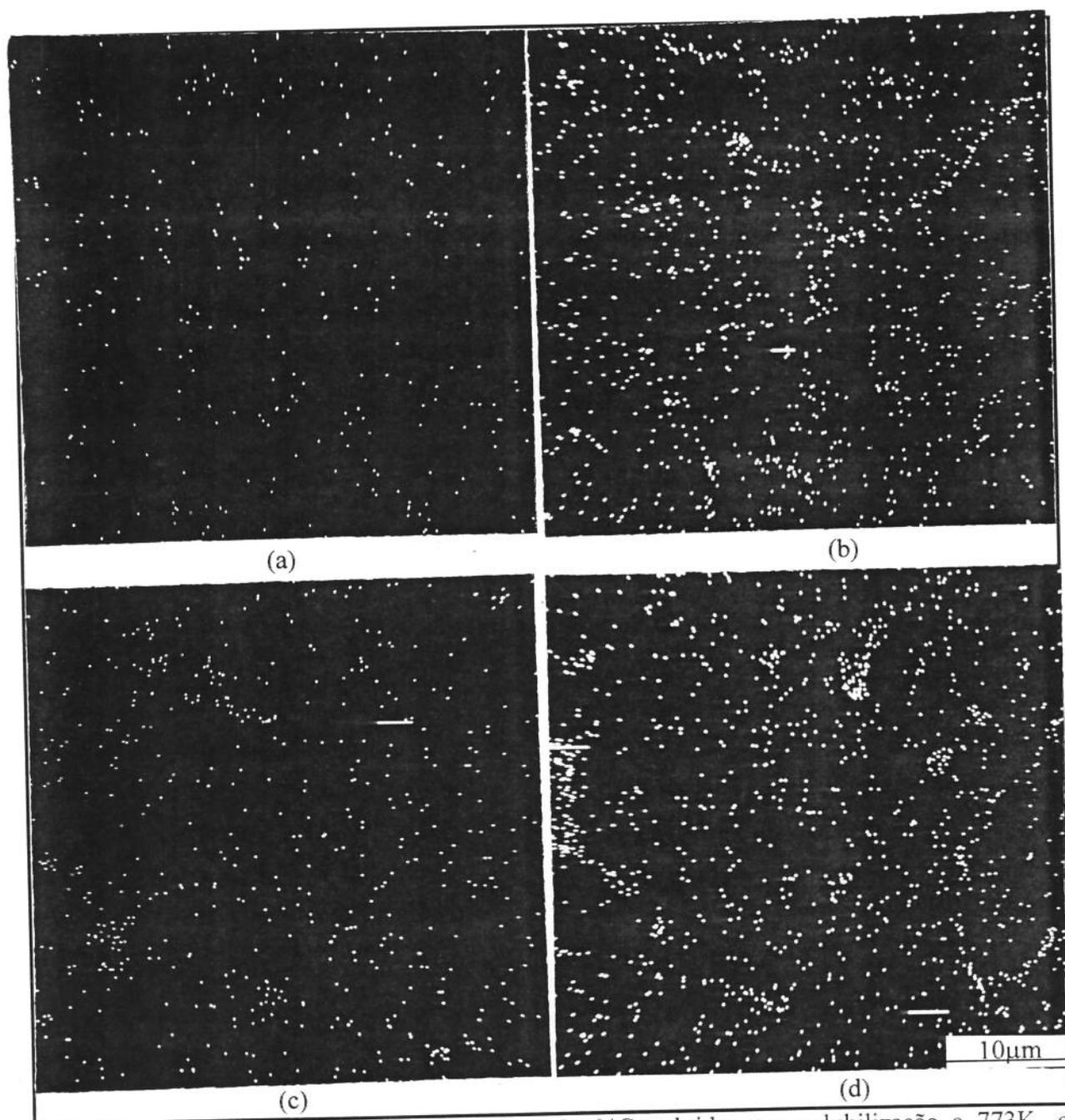
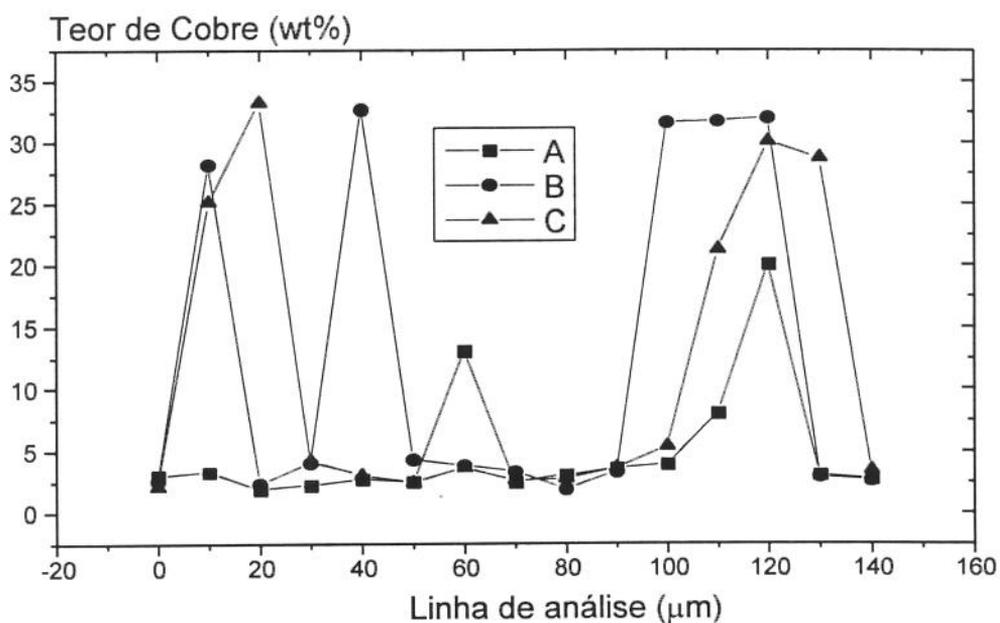
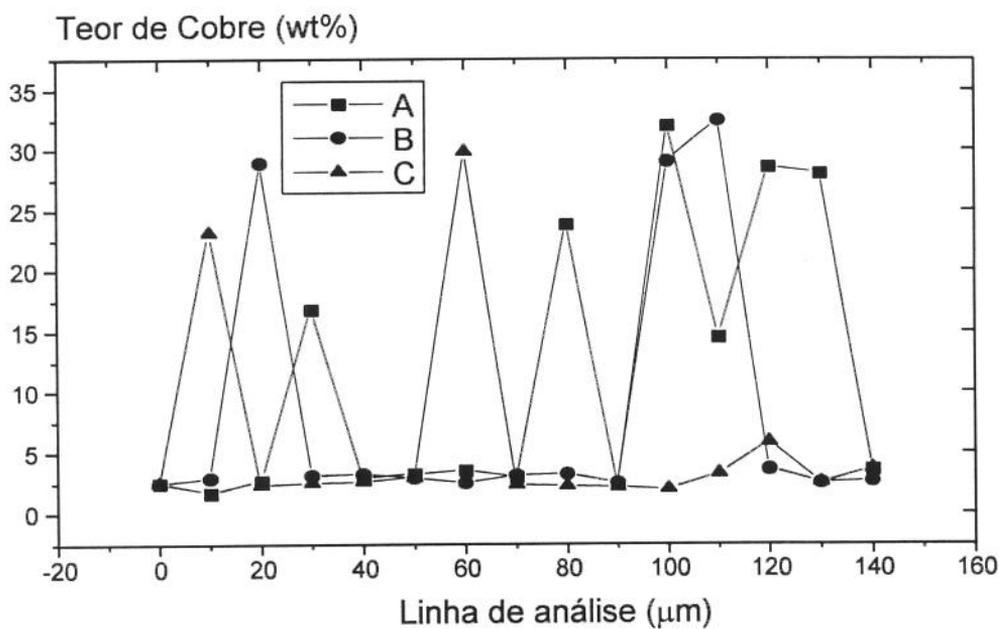


FIGURA 4.13) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 a partir de estruturas fundidas com diferentes espaçamentos interdendríticos: a) 7,2µm; b) 8,3µm; c) 10,4 µm e d) 15,5µm vistas sob imagem raios - X com maior aumento.

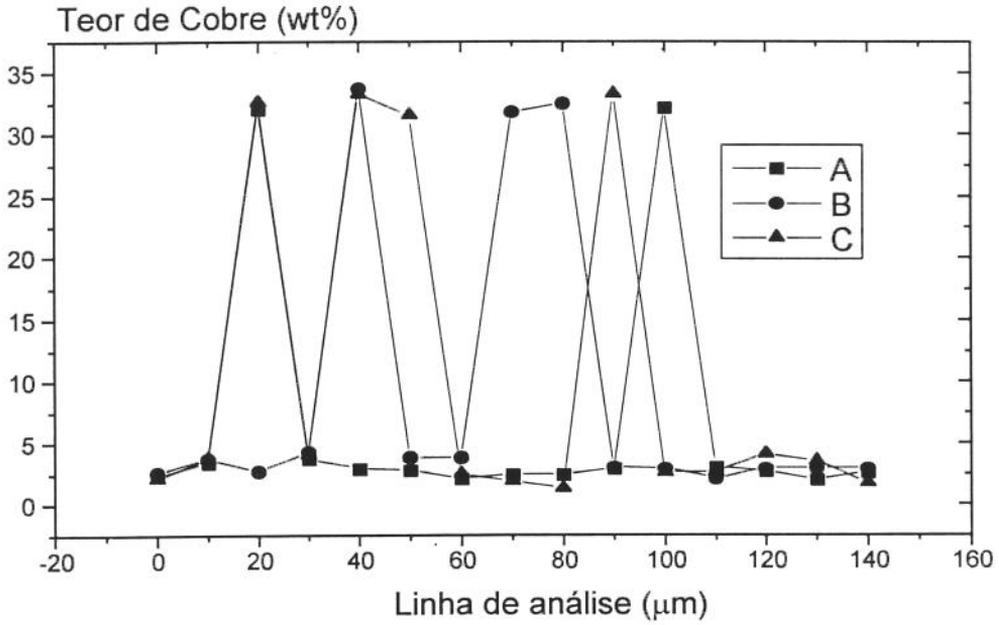


(a)

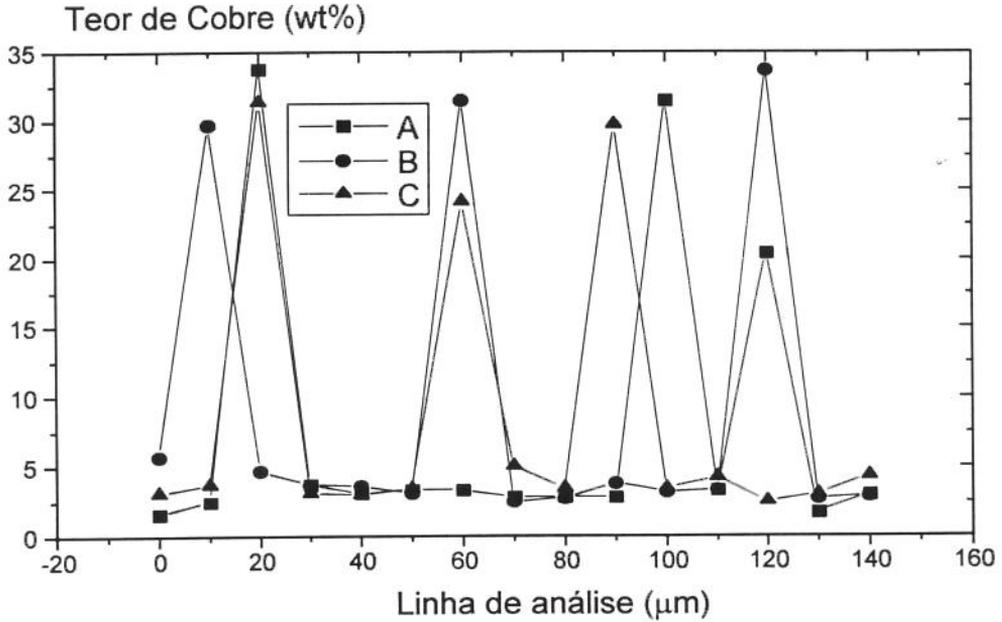


(b)

FIGURA 4.14) Análise do teor de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu, com diferentes estruturas dendríticas solubilizadas a 773K por 1H30 e envelhecidas por 7H00 à temperatura de 443K, segundo as linhas indicadas na FIGURA 4.12.



(c)



(d)

FIGURA 4.14) Análise do teor de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu, com diferentes estruturas dendríticas solubilizadas à 773K por 1H30 e envelhecidas por 7H00 à temperatura de 443K, segundo as linhas indicadas na FIGURA 4.12.

Sob imagem de elétrons secundários, ao contrario da estrutura dendrítica, ainda é possível identificar a morfologia das fases, apesar da pequena quantidade de fase eutética que define os contornos dos glóbulos refundidos. Para estas estruturas é ainda possível identificar uma certa quantidade de poças de fase eutética no interior dos glóbulos refundidos, indicando a não total solubilização dessas poças, oriundas do processo de refundição. Suas dimensões elevadas permitem a sua sobrevivência após o tratamento de solubilização a que o material foi submetido.

O processo não implicou, portanto na total solubilização do cobre na matriz refundida. Porém, como os dados colocados por Agarwala^{11,12} demonstram que a total solubilização pode ser nociva ao comportamento mecânico, devido à possibilidade de crescimento de grão, como já citado, não serão executadas operações de total solubilização para o referido material.

Observa-se na microestrutura vista pela imagem de raios - X que é impossível se detectar com clareza a morfologia das fases, indicando a presença de cobre distribuído na matriz de alumínio refundida. A FIGURA 4.19 mostra a evolução do teor de cobre em função das distâncias das microanálises, para as linhas indicadas na FIGURA 4.17.

Tem-se um aumento significativo do teor médio de cobre na matriz comparado à estrutura isenta de tratamento de solubilização, de, em média 1 para 4wt%Cu em solução. Estes elevados valores para as estruturas refundidas, quando comparados aos observados para a fundida, podem ser explicados pelas maiores dimensões da microestrutura da primeira (glóbulos) em relação às da segunda (espaçamentos interdendríticos).

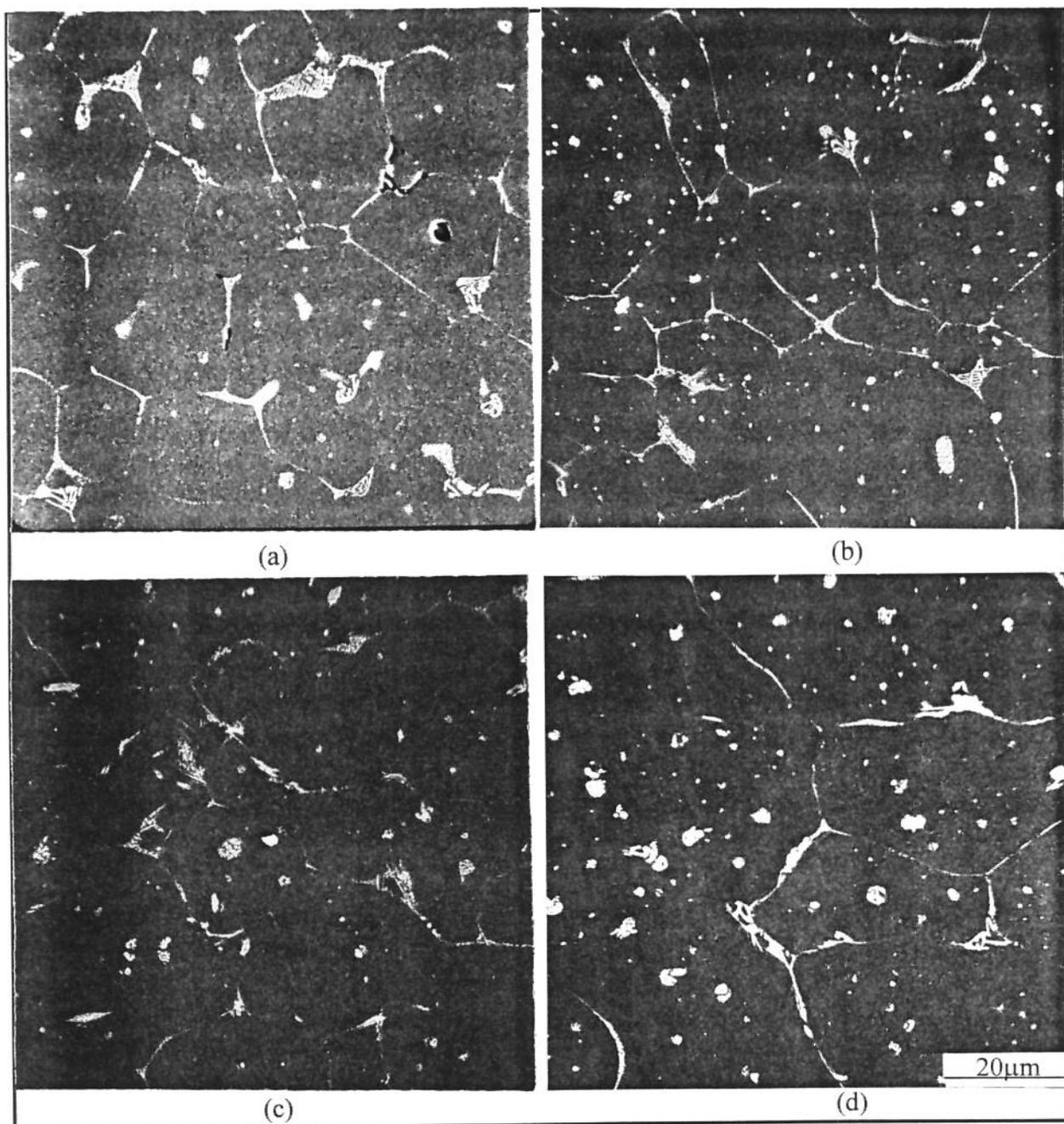


FIGURA 4.15) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 no estado refundido, com diferentes tamanhos de glóbulos: a) 17,2 μ m; b) 20,2 μ m; c) 18,9 μ m e d) 26,5 μ m vistas sob imagem de elétrons secundários.

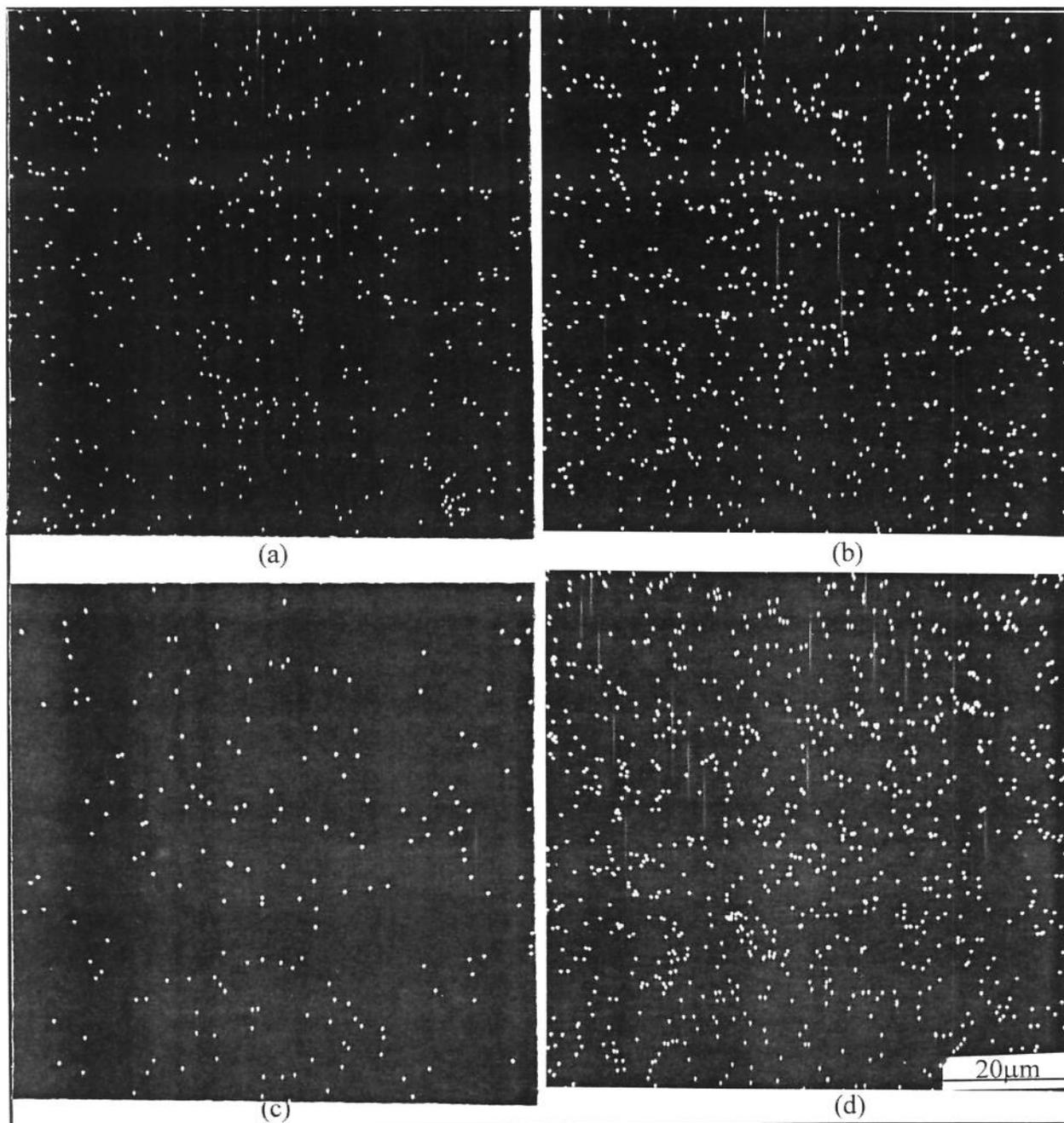


FIGURA 4.16) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 no estado refundido, com diferentes tamanhos de glóbulos: a) 17,2 μ m; b) 20,2 μ m; c) 18,9 μ m e d) 26,5 μ m vistas sob imagem de raios - X.

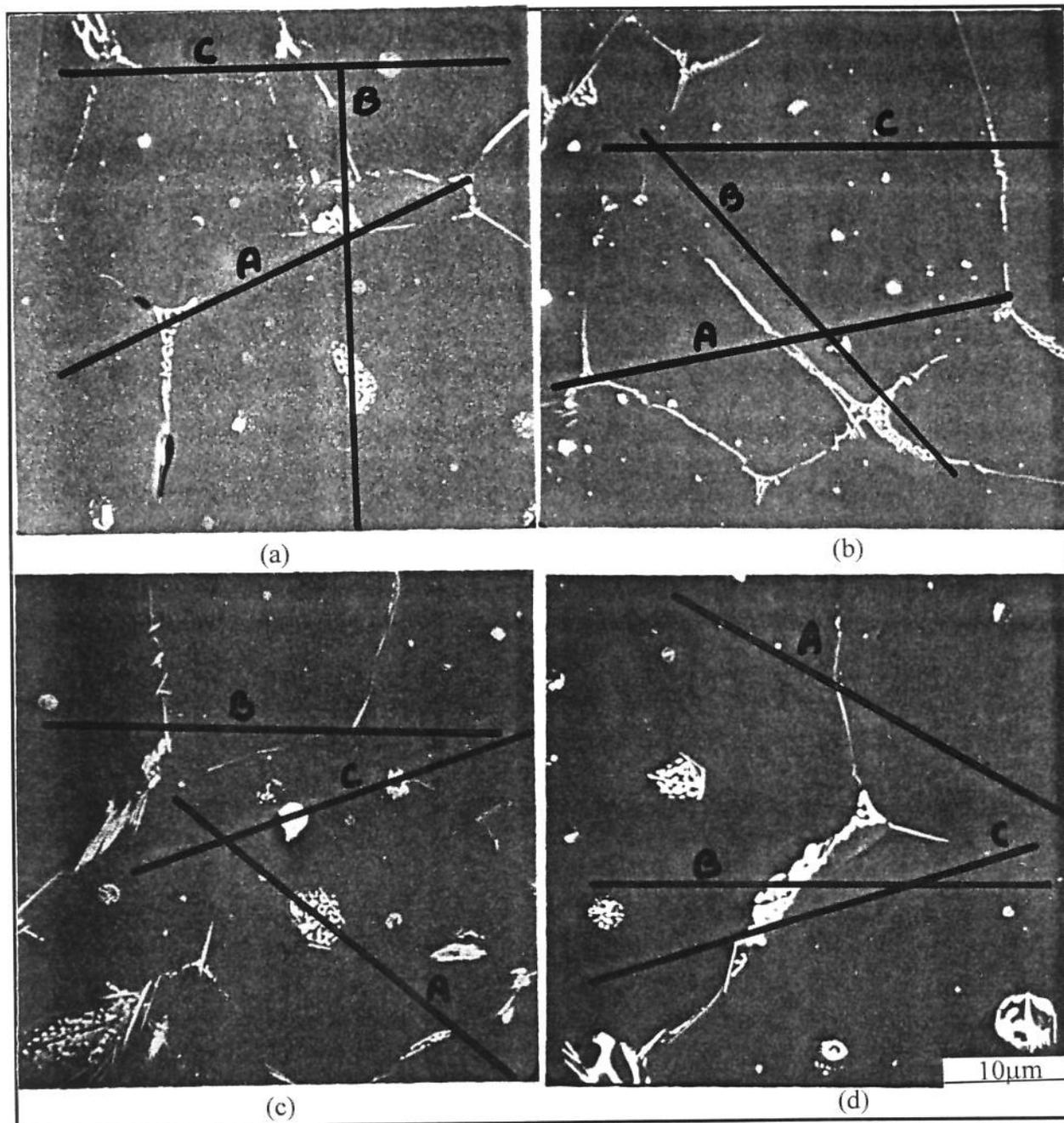


FIGURA 4.17) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 no estado refundido, com diferentes tamanhos de glóbulos: a) 17,2µm; b) 20,2µm; c) 18,9µm e d) 26,5µm vistas sob imagem de elétrons secundários, com maior aumento.

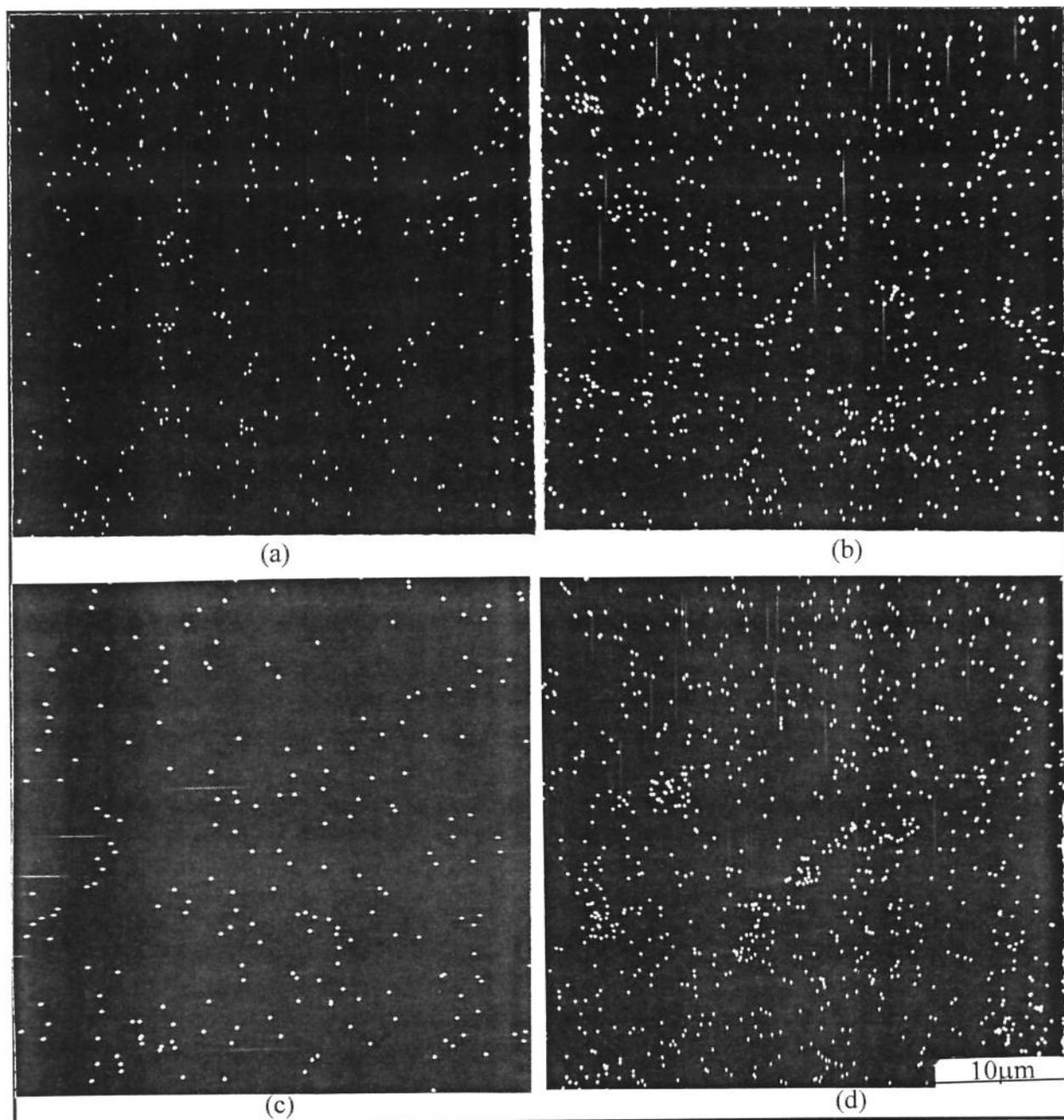
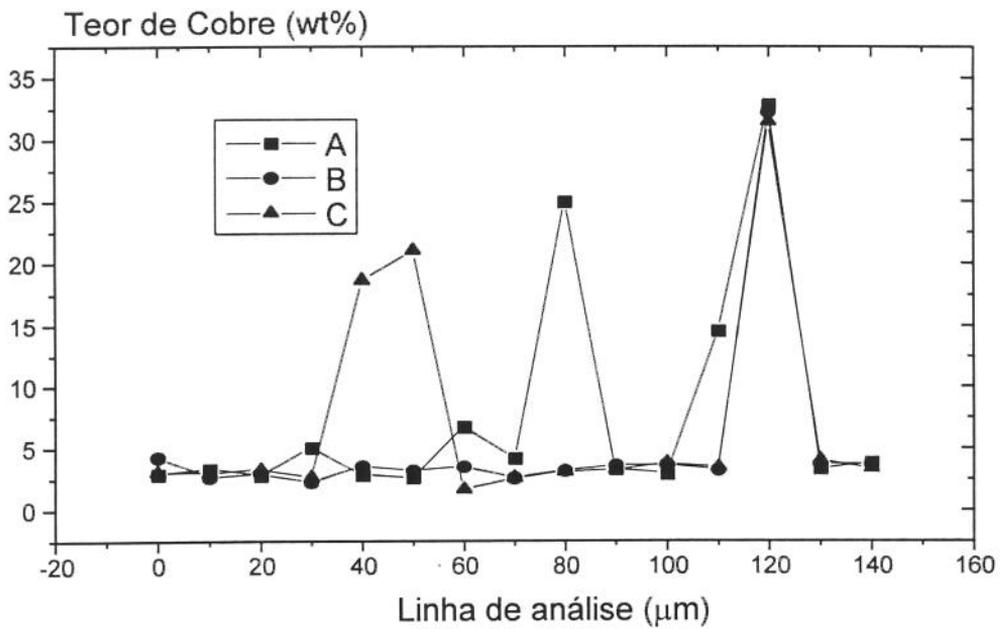
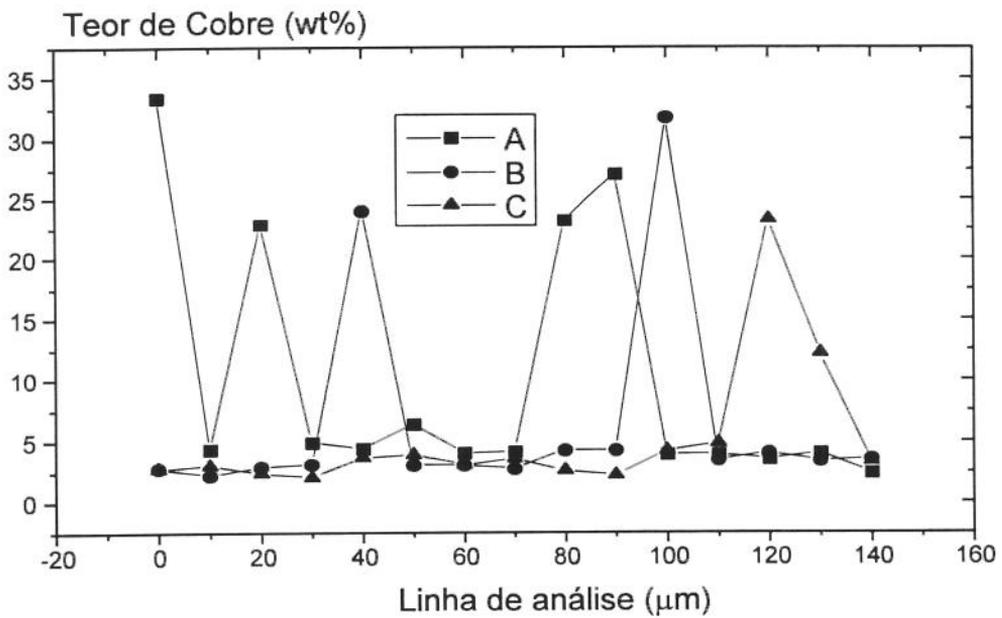


FIGURA 4.18) Fotomicrografias da liga Al-4,5wt%Cu obtidas por solubilização a 773K e envelhecimento a 443K por 7H00 no estado refundido, com diferentes tamanhos de glóbulos: a) 17,2 μ m; b) 20,2 μ m; c) 18,9 μ m e d) 26,5 μ m vistas sob imagem de raios - X, com maior aumento.



(a)



(b)

FIGURA 4.19) Análise do teor de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu, com diferentes estruturas refundidas solubilizadas a 773K por 1H30 e envelhecidas por 7H00 à temperatura de 443K, segundo as linhas de indicadas na FIGURA 4.17.

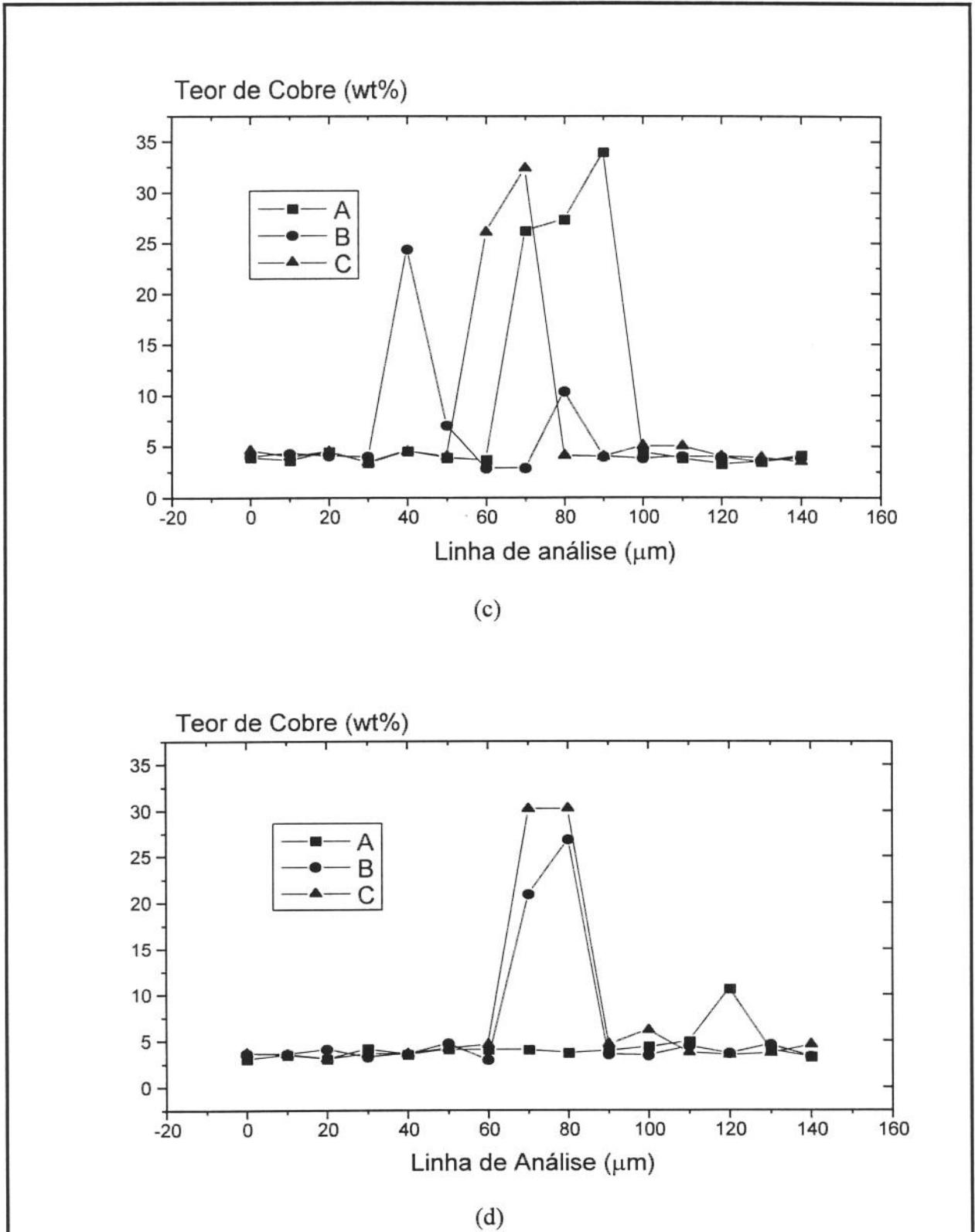


FIGURA 4.19) Análise do teor de cobre para a liga Al-4,5wt%Cu, com diferentes estruturas refundidas solubilizadas a 773K por 1H30 e envelhecidas por 7H00 à temperatura de 443K, segundo linhas indicadas na FIGURA 4.17.

4.4 - Efeito comparativo de T6 nas estruturas fundidas e nas reofundidas

Em termos macroestruturais, fundidos e reofundidos apresentaram crescimento de grão por efeito de manutenção à elevada temperatura. Fenômenos de coalescência de grãos são naturais e termicamente estimulados, como amplamente conhecido.

Nos experimentos deste trabalho foram utilizadas condições constantes, tanto para a solubilização quanto para o envelhecimento, não sendo, portanto, possível analisar a cinética de crescimento de grãos. Apenas pode ser analisada a variação do tamanho de grão, tomando como referência o tamanho de grão inicial dos materiais.

Fundidos apresentaram maiores variações de tamanhos de grãos do que os reofundidos, como pode ser observado pelo gráfico da FIGURA 4.20, onde são apresentadas as variações de tamanhos de grão dos fundidos e reofundidos submetidos ao T6.

Os gráficos apresentam retas com diferentes coeficientes, indicando maior variação para a estrutura fundida. Conforme citado anteriormente, os grãos fundidos crescem cerca de 15% em média, enquanto os reofundidos crescem da ordem de 4%.

Grãos de menores dimensões, como os reofundidos, deveriam sofrer maior crescimento do que grãos grosseiros, uma vez que distâncias entre contornos são menores. O elevado teor de eutético em contornos de grãos / glóbulos na estrutura reofundida, no entanto, desestimula o seu crescimento durante tratamentos de solubilização incompleta. Este é um importante resultado a favor de estruturas reofundidas, quando comparadas a fundidos: além de apresentarem reduzidos tamanhos de grãos no estado reofundido, menores do que os normalmente obtíveis para fundidos, ainda apresentam a capacidade de manter essas reduzidas dimensões após tratamentos de solubilização parcial da fase CuAl_2 de contornos.

Em termos de distribuição de soluto, a comparação dos resultados obtidos para estruturas fundidas e reofundidas permite analisar os mecanismos envolvidos na solubilização e precipitação controlada nos dois tipos de estruturas.

Para uma melhor visualização, os teores de cobre existentes na fase α primária podem ser vistos na TABELA 4.5, que dispõe os teores médios de cobre na matriz dendrítica com e sem o

tratamento de solubilização e envelhecimento, e os mesmos parâmetros para a estrutura reofundida com e sem o mesmo tratamento.

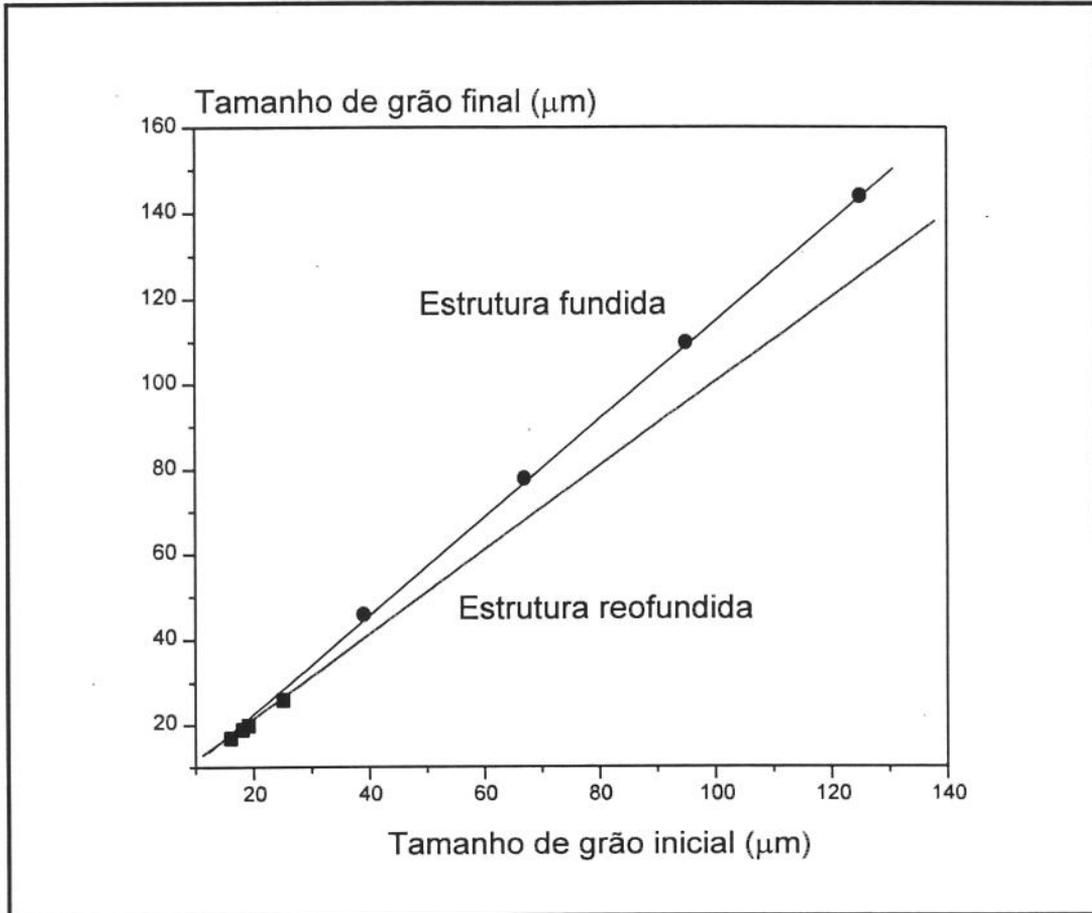


FIGURA 4.20) Variação dos tamanhos de grãos de fundidos e reofundidos por efeito do tratamento de solubilização e envelhecimento

TABELA 4.5) Teores nominais médios de cobre na matriz da fase primária, para a estrutura fundida e reofundida com e sem o tratamento de solubilização, e seu respectivo aumento.

Estrutura Dendrítica (wt%Cu)	Dendrítica Solubilizada (wt%Cu)	Aumento Percentual (%)	Estrutura Reofundida (wt%Cu)	Reofundido Solubilizado (wt%Cu)	Aumento Percentual (%)
2,30 ± 0,05	3,46 ± 0,05	50,4	1,02 ± 0,05	4,25 ± 0,05	316,7
2,05 ± 0,05	3,25 ± 0,05	58,5	0,98 ± 0,05	4,20 ± 0,05	328,6
1,87 ± 0,05	3,15 ± 0,05	68,4	0,98 ± 0,05	4,10 ± 0,05	318,4
1,65 ± 0,05	2,75 ± 0,05	66,7	0,96 ± 0,05	4,15 ± 0,05	332,3

A tabela mostra, em primeiro lugar, os menores teores de cobre em solução na matriz de alumínio nas estruturas refundidas, efeito do procedimento para a obtenção destas estruturas, como discutido no capítulo III. Ainda como resultado dos fenômenos envolvidos na formação de estruturas refundidas a partir de fundidos deformados, uma elevada quantidade de eutético em contornos de glóbulos / grãos e em poças no seu interior está presente nestes materiais.

A quantidade e distribuição da fase eutética são, portanto, significativamente diferentes nas estruturas fundidas e refundidas, além das dimensões estruturais características.

Quando submetidas ao mesmo tratamento de solubilização e envelhecimento, os mesmos mecanismos estão presentes: dissolução da fase eutética, redistribuição do cobre na matriz de alumínio, onde permanece em solução até a saturação, quando então ocorre a precipitação do CuAl_2 de maneira homogeneamente distribuída na matriz α .

Dadas as diferentes características estruturais dos fundidos e refundidos, estes mesmos mecanismos levam a distintos resultados. Nos refundidos um elevado aumento percentual de cobre é obtido pelo tratamento, (da ordem de 320% em média), enquanto o fundido tem seu teor elevado em cerca de 65%, isto é, o fundido mantém em solução teores de cobre da ordem de 2,7 a 3,4wt%Cu enquanto o refundido consegue manter teores da ordem de 4,2wt%Cu.

A observação das microestruturas mostrou a significativa presença de microprecipitados somente em estruturas fundidas. Em todos os casos também foi observada solubilização incompleta do CuAl_2 eutético. Lembrando que o espaçamento interdendrítico de fundidos tem dimensão média bem inferior aos glóbulos da estrutura refundida, o que leva à uma melhor e mais fina distribuição do eutético na primeira, e que além disso, durante a operação de deformação por laminação a fase eutética presente nos contornos de braços interdendríticos e no contorno dos grãos da estrutura dendrítica foi quebrada e distribuída pela matriz, de tal maneira que a sua posterior solubilização é bastante facilitada, é possível entender os resultados obtidos.

A estrutura fundida, apresentando mais finos e distribuídos contornos eutéticos e ainda mais fina microestrutura, apresentou mais rápida saturação de cobre em sua fase α , o que levou à microprecipitação observada, e aos menores teores de cobre em solução, em comparação à estrutura refundida.

A estrutura refundida, por outro lado, apresentou grandes áreas de alumínio α (glóbulos) para a absorção de cobre, atrasando a sua saturação e precipitação do CuAl_2 em seu interior.

Assim, estruturas refundidas podem ser mantidas com maiores teores de cobre em solução, quando comparadas com fundidas. A microprecipitação de CuAl_2 em refundidos, se desejada, poderia ocorrer com o aumento do tempo de tratamento.

Os resultados mostraram, portanto, que estruturas refundidas são sensíveis a tratamentos de solubilização e envelhecimento, podendo estes tratamentos ser manipulados de modo a obter resultados desejados.

5 - Conclusões

Quando submetidas ao mesmo tratamento de solubilização e precipitação controlada (T6), estruturas dendríticas e reofundidas apresentam diferentes resultados.

Os mecanismos envolvidos são os mesmos em ambos os tipos de estruturas, isto é, solubilização do CuAl_2 presente na fase eutética, redistribuição do cobre na matriz de alumínio α e, havendo saturação, precipitação do CuAl_2 como finas partículas dispersas pela matriz.

No entanto, para a estrutura bruta de fusão, devido à pequena distância existente entre as diferentes regiões contendo fase secundária, ocorreu fenômeno de precipitação em larga escala, devido à rápida saturação da matriz de alumínio. Este fenômeno levou à uma menor quantidade de cobre mantida em solução.

Para a estrutura reofundida, o largo espaçamento entre regiões ricas em eutético, levou à uma maior facilidade de manutenção do cobre em solução, fazendo com que o teor médio chegasse a 4,3wt%Cu contra um teor máximo de 3,46wt%Cu para a estrutura fundida. Pouca precipitação foi observada na estrutura reofundida, indicando a não saturação de cobre na fase α .

As estruturas reofundidas apresentaram ainda, menor crescimento de grão, durante o tratamento, devido à extensiva presença de eutético nos contornos de grão / glóbulos, que agiu com barreira a este crescimento.

Para ambas as estruturas, a operação de solubilização não foi completa, existindo na matriz áreas não solubilizadas de fase secundária. A diferença de resultados são decorrentes, portanto, da quantidade e distribuição de eutético existente, bem como da morfologia e dimensões de cada microestrutura. De modo geral pode-se dizer que reofundidos apresentaram um mais interessante comportamento no tratamento T6, quando comparados às estruturas dendríticas: sofreram pouco crescimento de grão (mesmo apresentando reduzidas dimensões na condição como reofundido) e mantiveram mais elevados teores de cobre em solução na matriz de alumínio.

Os resultados deste capítulo mostraram que estruturas reofundidas são sensíveis a tratamentos de solubilização e envelhecimento e que é possível o controle das modificações estruturais pelo controle dos parâmetros de tratamento.

Referências bibliográficas

- 01) Hunstcker, H.Y. e Staley, J.T. - **“Metallurgy of Heat Treatment and General Principles of Precipitation Hardening”**, Aluminum - Properties and Physical Metallurgy, Ed. John E. Hatch, ASM, 1984, pp. 134-199.
- 02) Dieter, G. - **“Mecanismos de Endurecimento”**, Metalurgia Mecânica, 2ª ed., Guanabara II, 1981, pp.183-196.
- 03) Kuwano, N., Tomokiyo, Y., Kinoshita, C. e Eguchi, T. - **“Study of Annealing Effects on Cold-Worked α Phase of Cu-Al Alloys”**, Transactions of JIMA, v. 15, 1974, pp.338-344.
- 04) Fujita, H. e Lu, C. - **“An Electron Microscope Study of G.P Zones and θ' - Phase in Al-1,6at%Cu Crystals”**, Materials Transactions, JIM, v. 33, n. 10, 1992, pp.892-896.
- 05) Fujita, H. e Lu, C. - **“Formation Mechanisms of G.P. Zones and θ' - Phase in Al - Crystals”**, Materials Transactions, JIM, v. 33, n. 10, 1992, pp.897-903.
- 06) Sing, S. e Goel, D.B. - **“Influence of Thermomechanical Ageing on Tensile Properties of 2014 Aluminium Alloy”**, Journal of Materials Science, n.25, 1990, pp.3894- 3900.
- 07) Richert, M. - **“Localization of Deformation in Rolled Aluminium”**, Z. Metallkde, Bd. 80, 1989, H. 2, pp. 123-128.
- 08) Verlinden, B., Wouters, P., McQueen, H.J., Aernoudt, E., Delaey, L. e Cauwenberg, S. - **“Effect of Different Homogenization Treatments on the Hot Workability of Aluminium Alloy AA 2024”**, Materials Science and Engineering, A123, 1990, pp.229-237.
- 09) Kashyap, B.P. e Tangri, K. - **“An Experimental Study of Grain Growth in a Two-Phase Al-Cu Alloy”**, Z. Metallkde, Bd. 78, H. 12, 1987, pp.876-879.
- 10) Agarwala, V. e Ray, S. - **“Effect of Ageing Temperature on Hardening of the Rheocast Al-3,76wt%Cu Alloy”**, Z. Metallkde, Bd. 78, H. 7, 1987, pp.506-508.
- 11) Agarwala, V. e Ray, S. - **“The Ageing Response of a Partially Homogenized Al-4,45wt%Cu Rheocast Alloy at 140°C”**, Z. Metallkde, Bd. 80, H. 2, 1989, pp.123-128.
- 12) Agarwala, V. e Ray, S.- **“Morphological Changes Occuring During Partial Homogenization of an Al-3,76wt%Cu Rheocast Alloy”**, Z. Metallkde, Bd. 80, H. 2, 1989, pp.118-122.
- 13) Prasad, P.R., Ray, S., Gaidhar, J.L. e Kapoor, M. - **“Structure Properties Correlation in a Rheocast Al-6,0wt%Cu Alloy”**, Z. Metallkde, Bd. 80, H. 6, 1989, pp.428-430.

- 14) Prasad, B.K., Dan, T.K. - **“Some Observations of Overheating in a Hypoeutectic Al - Si Alloy”**, Z. Metallkde, Bd. 82, H. 2, 1992, pp. 124-128.

Capítulo V

Caracterização mecânica da liga Al-4,5wt%Cu nos estados fundido e reofundido

Índice

1 - Introdução.....	193
2 - Fundamentos gerais.....	193
2.1 - Propriedades mecânicas da liga Al-4,5wt%Cu fundida.....	194
2.2 - Propriedades mecânicas de ligas reofundidas.....	198
3 - Procedimento experimental.....	202
4 - Resultados e discussões.....	205
4.1 - Propriedades mecânicas de estruturas fundidas e reofundidas.....	205
4.2 - Propriedades mecânicas de estruturas fundidas e reofundidas solubilizadas e envelhecidas.....	215
4.3 - Análise comparativa de propriedades mecânicas de fundidos e reofundidos.....	223
5 - Conclusões.....	231
Referências bibliográficas.....	232

1 - Introdução

O presente capítulo descreve os testes mecânicos e apresenta os resultados obtidos para os ensaios de tração executados em estruturas fundidas convencionais, com diferentes tamanhos de grão, e em estruturas reofundidas com diferentes tamanhos de glóbulos, cuja obtenção foi descrita nos capítulos anteriores. Apresenta ainda resultados para os ensaios de tração das mesmas estruturas tratadas termicamente por solubilização e precipitação.

Objetiva-se uma comparação do comportamento mecânico em tração entre morfologias dendríticas e globulares, no estado solubilizado e precipitado, estabelecendo-se um padrão para a comparação do desempenho dos dois diferentes tipos de estruturas. São obtidos modelos que relacionam as propriedades com parâmetros estruturais, além de discutidos os possíveis mecanismos pelos quais uma fratura ocorre para estas duas diferentes estruturas.

2 - Fundamentos gerais

As ligas de alumínio da série AA 2XXX são usadas na indústria mecânica leve e aeronáutica para uma infinidade de aplicações, desde anéis de mudança de marcha em transmissões automotivas até placas estruturais da fuselagem de aeronaves^{1,2,3}.

Nos processos de fabricação, a utilização do material no estado pastoso ao invés do líquido (fundição) ou sólido (conformação plástica) pode trazer vantagens significativas em termos de custos operacional e de capital, dadas as propriedades de escoamento do material no estado reofundido.

O processamento do material no estado pastoso ocasiona no entanto, produtos com estrutura particular, diferente da convencional dendrítica. A caracterização do comportamento mecânico e dos mecanismos pelos quais estes materiais se fraturam são de fundamental importância para a compreensão e melhoria de seu uso e desempenho. É este o escopo deste capítulo.

2.1 Propriedades mecânicas da liga Al-4,5wtCu% fundida

A liga Al-4,5wt%Cu em questão, classificada como AA 2014, (ou similar), no Capítulo I, apresenta alta resistência mecânica no estado envelhecida artificialmente, com valores de tensão de ruptura da ordem de 420 MPa, tensão de escoamento da ordem de 290 MPa aliados a um alongamento de 8%¹. O mesmo material, no estado recozido, apresenta tensão de ruptura na ordem de 180 MPa, tensão de escoamento de 80 MPa e 21% de alongamento¹. É um material que apresenta, portanto, dependência bastante significativa de propriedades com relação à microestrutura¹. Os fatores predominantes no comportamento mecânico são o tipo de microprecipitado, sua morfologia e distribuição, assim como o tamanho e morfologia dos grãos. Bates⁴ observa que quanto menor o tamanho de grão, melhores as características mecânicas da liga Al-4,5wt%Cu.

A influência do tamanho de grão nas propriedades de estruturas fundidas foi primeiramente analisada por Cibula e Ruddle⁵, em 1949; inúmeros trabalhos mais recentes como o de Pandel⁶, Campos⁷ e Singh⁸ tratam do assunto, estabelecendo que as características mecânicas de um material são consequência da facilidade/dificuldade de movimentação de planos e ou defeitos cristalinos e, portanto, dependentes das características estruturais do material tal como a forma e distribuição dos grãos, micro e macrossegregações, poros, morfologia das dendritas, presença de precipitados, entre outros^{3,4,5,6,7}.

Cibula e Ruddle⁵ isolaram a influência do efeito do tamanho do grão no comportamento mecânico, utilizando ligas de alumínio com baixos teores de elementos de liga, evitando assim a influência dos precipitados de cobre, ferro, magnésio e silício, comuns a estas ligas, o que alteraria drasticamente o comportamento mecânico. Os vários tamanhos de grão foram obtidos com diferentes taxas de extração de calor e o uso de refinadores, durante a solidificação. Os corpos de prova foram retirados de lingotes e analisados na estrutura bruta de fusão. Após analisarem o alumínio comercialmente puro, passaram a testar a liga Al-4,5wt%Cu. Os autores observaram que tanto para o material comercialmente puro, como para a liga alumínio-cobre, o tamanho de grão exerce o mesmo efeito: quanto menor o diâmetro dos grãos, maior a resistência mecânica, em

termos do aumento da tensão de escoamento e da tensão de ruptura, e maior o alongamento conseguido. Seus resultados são demonstrados na FIGURA 5.1.

O trabalho de Cibula⁵ analisou várias estruturas brutas de fusão, e demonstrou que as estruturas que apresentam grãos equiaxiais de menor dimensão possuem um maior limite de resistência e um maior alongamento que as estruturas com granulação grosseira.

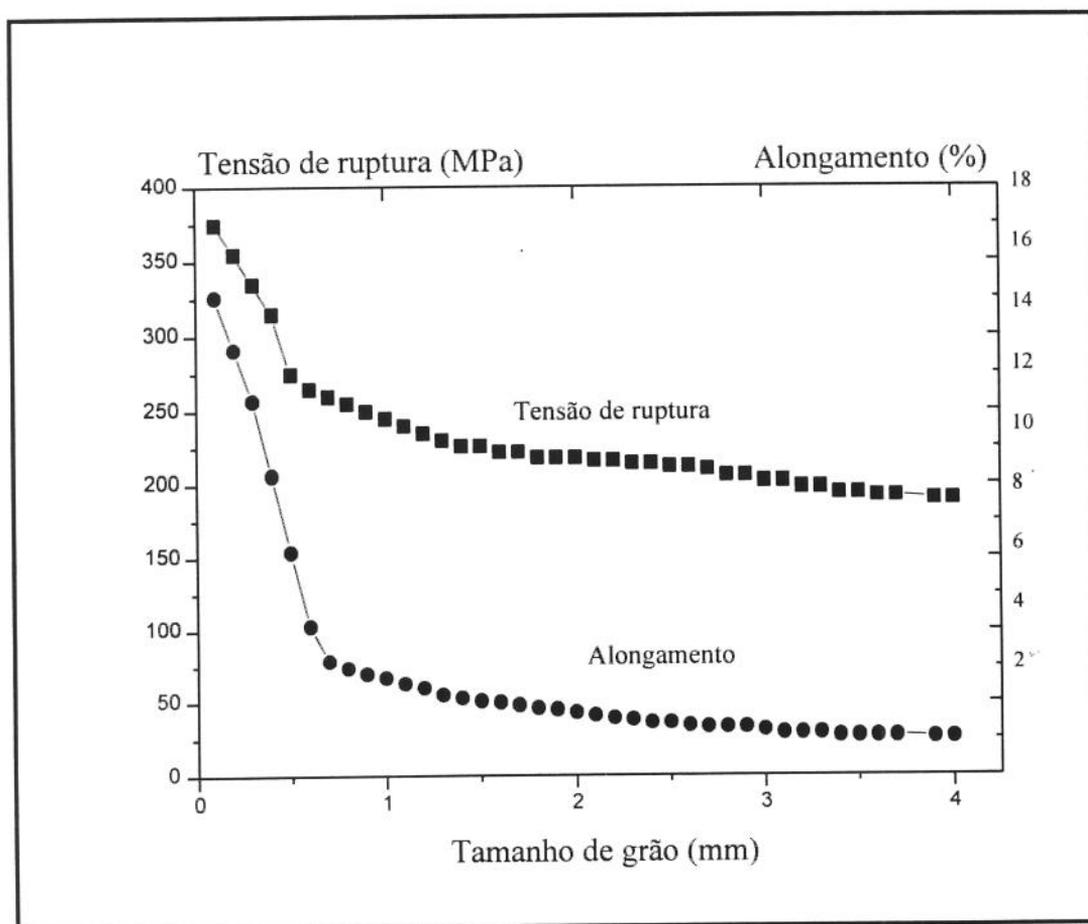


FIGURA 5.1) Variação da tensão de ruptura e do alongamento em função do tamanho médio do grão para uma liga Al-4,5wt%Cu em seu estado bruto de fusão. Adaptado de Cibula e Ruddle⁵.

O aumento do limite de resistência em função do tamanho de grão é explicado pelo efeito direto da redução no diâmetro do grão, ocasionando um aumento da densidade de contornos e da frequência de variação nas direções cristalográficas, prejudicando os deslizamentos de planos responsáveis pela característica específica de fácil deformação do material. O aumento do alongamento com a redução do tamanho de grão é atribuído ao efeito de redistribuição e de

redução das dimensões de microcavidades de contração, devido ao refino da estrutura conseguida através do uso de refinadores de grão segundo Cibula⁵, o que permite uma maior deformação do material antes do rompimento.

Cibula e Rudlle⁵ demonstraram que pequenas cavidades nos contornos de grão oriunda da contração são menos prejudiciais às propriedades mecânicas que as cavidades alongadas ao longo de contornos grosseiros.

Cibula⁵ demonstrou ainda que quanto menor o diâmetro dos grãos, menor a temperatura de recristalização após a deformação em trabalho a frio e portanto menor o tamanho de grão recristalizado, uma vez que a nova estrutura não deformada inicia-se preferencialmente nos contornos dos grãos originais.

Para as ligas do sistema alumínio-cobre, quanto maior o teor de cobre até a faixa correspondente a 5,7wt%Cu, maior a tensão de ruptura e menor o alongamento, devido à presença do cobre em solução sólida na matriz de alumínio (estrutura α). O aumento do teor de cobre em solução sólida aumenta a resistência do material, pois os átomos de cobre se posicionam em pontos ou defeitos da rede, dificultando o deslizamento de planos. Para teores maiores que 5,7wt%Cu, limite de solubilidade do cobre na matriz de alumínio α , há a formação de eutético, constituído de alumínio α + CuAl₂, entre os grãos da fase α , o qual, devido à alta dureza e à baixa conformabilidade fará com que o material perca a resistência mecânica adquirida com o cobre em solução sólida. Para ligas com teores acima de 5,7wt%Cu quanto menor o tamanho de grão maior a tensão de ruptura, pois melhor distribuída estará a fase eutética. Pequeno tamanho de grão implica em menor livre caminho médio para a movimentação das discordâncias dentro dos grãos.

Cibula⁵ demonstra ainda que temperaturas altas de vazamento resultam na deterioração das propriedades mecânicas devido ao coalescimento dos grãos que ocorre durante o processo de solidificação. O autor não faz nenhuma referência à operações de degaseificação ou ao nível de porosidade na liga analisada. Se a porosidade for elevada, o aumento do tamanho de grão produzirá, provavelmente, um aumento no tamanho dos poros, o que tem efeito prejudicial no alongamento.

Em trabalhos de 1951 a 1953, dois autores, Hall⁹ e Petch¹⁰, propõem uma relação matemática entre estrutura (tamanho de grão) e tensão de escoamento de ligas metálicas, a qual hoje é conhecida como equação de Hall-Petch, sendo dada por:

$$\sigma_e = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{\phi}} \quad (01)$$

Onde σ_e é a tensão de escoamento; σ_0 é a tensão de fricção interna, que se opõe ao movimento das discordâncias, intrínseca ao material e K uma constante, experimental, relacionando a facilidade ou não de movimentação das discordâncias no material e ϕ é o diâmetro médio dos grãos.

Campos⁷ demonstrou, em 1974, que para a liga Al-4,32wt%Cu-1,28wt%Mg-0,63wt%Mn (AA 2024), existe uma baixa dependência do limite de escoamento em relação ao tamanho de grão, no seu estado bruto de fusão, por se tratar de material com estrutura cristalina cúbica de face centrada. Nestes tipos de cristais existe um elevado número de sistemas de deslizamento, pois apresentam alta energia de falha de empilhamento, aliado à existência de poucos precipitados na condição analisada. Para o caso da liga AA 2024, o valor de K na equação de Hall-Petch, obtido pelos autores é de $2,0 \text{ N/mm}^{-3/2}$ ($0,22 \text{ kgf/mm}^{-3/2}$).

O efeito do tamanho de grão nas propriedades de liga alumínio-cobre foi ainda observado por Pandel⁶. O autor demonstrou que a utilização de vibração durante a solidificação de ligas alumínio-silício-cobre produz uma estrutura com menor tamanho de grão e menor porosidade percentual. O efeito da vibração implica na quebra dos braços dendríticos em formação e no melhor acomodamento da estrutura em solidificação. Obteve assim tensão de ruptura de 168 MPa para a liga Al-6,0wt%Si-3,5wt%Cu isenta de vibração e 187 MPa para o mesmo material sujeito a 100Hz de vibração numa amplitude de 3 mm.

Podem, portanto, ser produzidas estruturas fundidas com tamanhos de grão, e portanto, propriedades, controladas. A operação de diminuição e controle da granulação é conhecida como refino de grão, podendo ser executada de diversas formas, como apresentada em capítulos anteriores: desde o controle através da extração de calor, vibrações mecânicas, até a ação de nucleantes físico-químicos, como ultrassom e sais de titânio, boro e nióbio, para as ligas de alumínio.

2.2 Propriedades mecânicas de ligas reofundidas

Apesar do assunto reofundição ser motivo de intensas pesquisas nos últimos vinte anos, pouco se tem produzido com relação à caracterização das propriedades mecânicas destas estruturas globulares. Os resultados até o momento apresentados são bastante pobres e inconclusivos.

Prasad¹³ e colaboradores relataram, em trabalho pioneiro, as características mecânicas de material reofundido, utilizando a liga Al-10wt%Cu, na qual variaram a fração sólida através do controle da temperatura do banho, durante o processamento por agitação em um reator de hélice, sem proteção atmosférica. Os autores obtiveram reofundidos com diferentes graus de porosidade, com tamanho de partícula primária variando de 45 a 75 μ m, envoltas pela fase eutética, e analisaram as características mecânicas, relacionando a tensão de ruptura e a dureza, com o tamanho das partículas primárias. Seus resultados são apresentados na FIGURA 5.2.

Seus resultados mostram que quanto maior o tamanho da partícula primária, maior a tensão de ruptura. Este dado a princípio contradiz a equação de Hall-Petch, porém existem características nas estruturas obtidas por Prasad, que explicam este efeito: as mais refinadas foram produzidas com alta velocidade de agitação (cerca de 1000RPM), o que ocasionou uma grande quantidade de poros, estimada pelo autor em 11% em volume. O autor ainda informa que a quantidade de porosidade observada para a agitação à mais baixa velocidade ficou em 3,8% em volume. Assim as estruturas com menores tamanhos de grãos resultaram em menor valor de tensão de ruptura por apresentarem maior porosidade.

Prasad¹⁴ observou ainda fractografias da liga Al-10wt%Cu em microscópio eletrônico de varredura e chegou à conclusão que uma rede dendrítica convencional da fase α é mais efetiva em restringir a propagação de uma trinca através do material do que a estrutura reofundida.

Assar¹⁵, em trabalho posterior, analisou a influência das variáveis de processamento na formação de poros na pasta reofundida, para a mesma liga Al-10wt%Cu, obtendo uma estrutura globularizada, ou na forma de rosetas, porém com um grande número de vazios, para todas as condições analisadas. O autor utilizou equipamento semelhante ao de Prasad¹⁴ para obter a pasta reofundida, ou seja, um agitador mecânico de rotor, sem proteção atmosférica; seus resultados reforçam a constatação da grande dificuldade de se obter pastas reofundidas isentas ou com baixo

nível de porosidade, quando agitação é empregada. Assar obteve para a estrutura reofundida porosidade variando de 1,5 a 7,5% em volume.

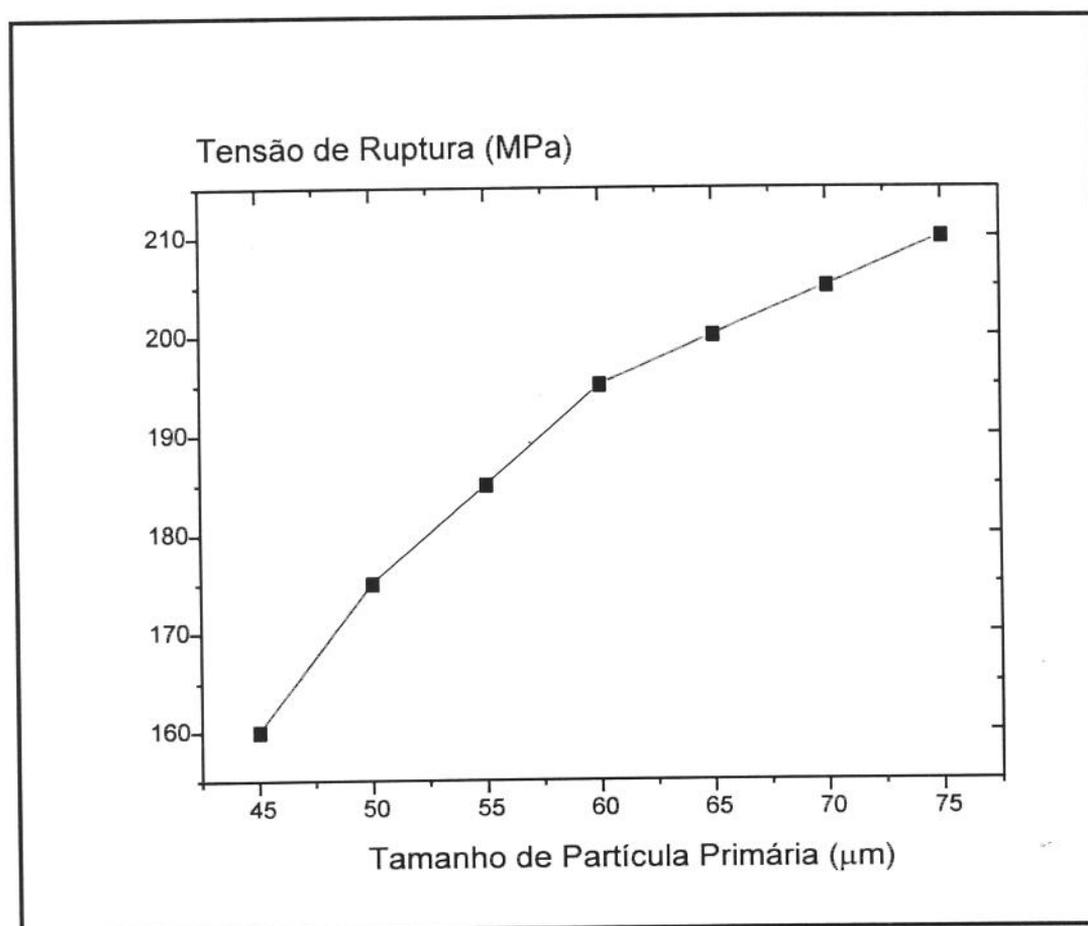


FIGURA 5.2) Tensão de ruptura em função do tamanho de partícula primária. Extraído de Prasad¹³.

Lehuy¹⁶, extrudou a liga Zn-28wt%Al nos seguintes estados: a) estrutura dendrítica fina (tamanho médio de grão de 25μm); b) estrutura dendrítica grosseira (tamanho médio de grão de 100 a 200μm) e c) estrutura globular (tamanho médio de glóbulos da fase primária de 100 a 500μm) no estado semi sólido, variando a temperatura de extrusão de 653 a 733K (380 a 460°C), variando, portanto, a fração líquida entre 10 e 60%, para várias reduções de área, e comparou as características microestruturais e mecânicas do material obtido, com o extrudado no estado sólido. Primeiramente observou que apenas os produtos obtidos para fração líquida inferior a 15% possuíam bom acabamento, sendo que para teores acima de 15% o aparecimento de defeitos superficiais era uma constante. Lehuy avaliou então o comportamento mecânico em função da

estrutura obtida, para o material extrudado a partir de morfologia dendrítica fina e grosseira, e para o material com morfologia globular, obtido previamente por agitação. Seus resultados são mostrados pela FIGURA 5.3.

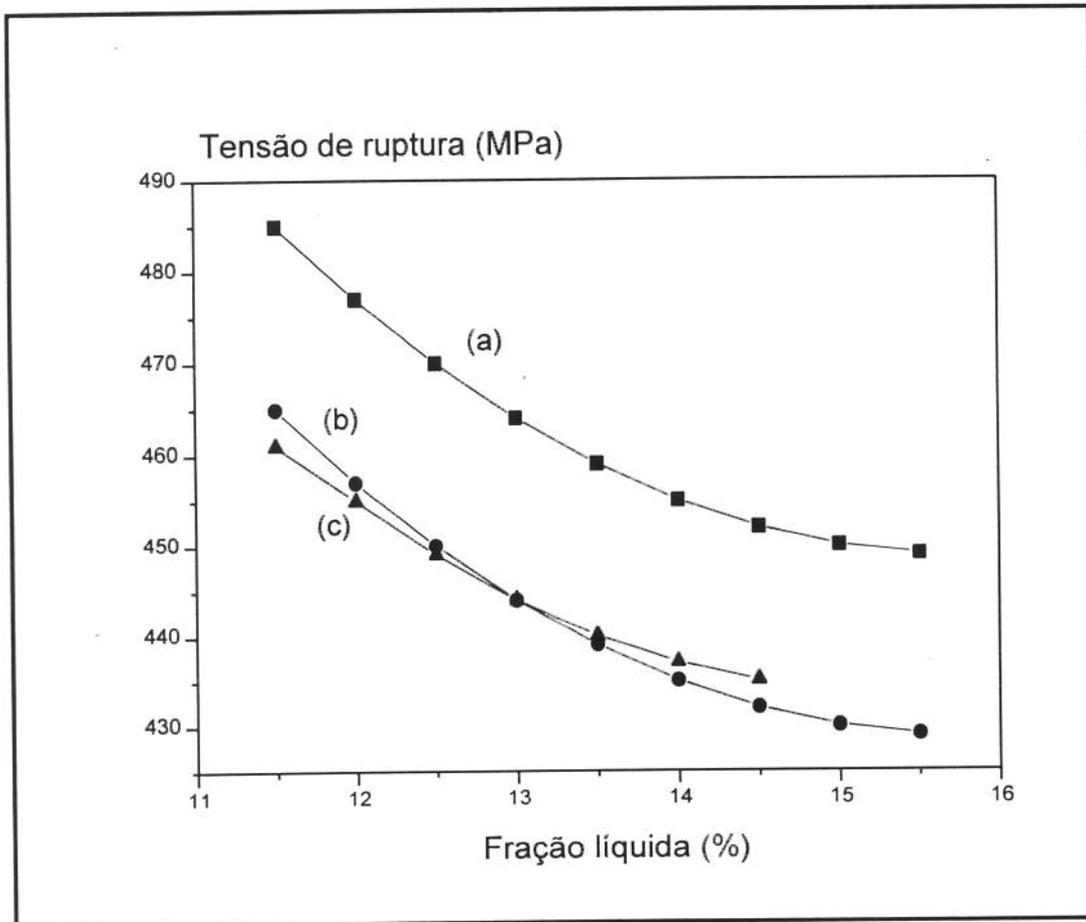


FIGURA 5.3) Variação da tensão de ruptura em função do teor de fração líquida durante o processamento por extrusão para estruturas (a) dendrítica fina ($25\mu\text{m}$) (b) dendrítica grosseira (100 a $500\mu\text{m}$) e (c) reofundida (100 a $200\mu\text{m}$). Adaptado de Lehuy¹⁸

Pode ser observado que quanto maior a quantidade de fração líquida durante o processamento, menor será a resistência mecânica do material extrudado para todos os casos. A importância do trabalho está em que Lehuy obtém pela primeira vez uma caracterização mecânica de estrutura reofundida com um baixo nível de porosidade, devido ao processamento sob compressão. Seus resultados mostram ainda que o desempenho do material reofundido é equivalente ao da estrutura dendrítica com tamanho de grão equivalente ao tamanho de glóbulo,

porém é inferior ao material com estrutura dendrítica fina, isto é, com estrutura dendrítica onde o tamanho de grão é muito inferior ao tamanho médio dos glóbulos do reofundido.

Agarwala^{17,18} trabalhou na identificação da morfologia dos microprecipitados CuAl_2 na fase primária de ligas alumínio - cobre, e seu efeito nas propriedades de estruturas fundidas e reofundidas. Obteve resultados indicando que o efeito do CuAl_2 em ambas as estruturas é semelhante, porém a sua distribuição na matriz é desigual, como demonstrado no capítulo IV.

Prasad^{19,20,21} em trabalhos posteriores, utilizando novamente várias ligas de alumínio-cobre, demonstrou que o comportamento mecânico destas ligas no estado reofundido, obtido por agitação mecânica do líquido, é fortemente influenciado pelo teor de cobre. Analisando a superfície de fratura determinou que para baixos teores de cobre, a ruptura ocorre na fase primária α , pela nucleação de microcavidades e seu coalescimento. Para ligas com maior teor de cobre, como a liga Al-10wt%Cu, a resistência mecânica é controlada pelo eutético α - CuAl_2 , ocorrendo pelo mecanismo de clivagem e por descolamento intermitente dos microprecipitados na matriz (fenômeno conhecido como “pop-in”) da fase primária.

Prasad²¹ ainda demonstrou que é possível estabelecer uma correlação entre tamanho de glóbulo e tensão de ruptura, levando-se em conta o efeito da porosidade encontrada em elevado grau em suas ligas reofundidas. Para a liga Al-6wt%Cu o autor sugeriu a seguinte equação:

$$\sigma_R = 194,8 + \frac{42,0}{\sqrt{\phi}} - 7,08p \quad (02)$$

Onde σ_R é a tensão de ruptura em MPa, ϕ é o diâmetro médio dos glóbulos (em μm), e p o volume de porosidade (em % em volume). O autor atribui, portanto, o controle do limite de ruptura do material reofundido, às dimensões da fase primária e aos teores de porosidade, elevados em reofundidos obtidos por agitação. Para a liga estudada pelo autor o nível de porosidade obtido foi de no mínimo de 3,5% em volume, como já citado.

Fat-Halla²² em trabalho publicado em 1988, analisou as propriedades mecânicas de microestruturas modificadas e não modificadas de ligas Al-7,1wt%Si-0,07wt%Cu-0,29wt%Mg e Al-4,2wt%Si-0,08wt%Cu-0,1wt%Mg-0,4wt%Mn. Após modificação realizada com a liga Al-5wt%Sr à temperatura de 973K (700°C), as ligas foram reofundidas em reator do tipo viscosímetro de Zwick, às temperaturas de 873K (600°) e 893K (610°C). Foi obtido um material constituído

pela fase primária α , rica em alumínio, circundada pela fase eutética de silício em todos os casos, porém, para a estrutura bruta de fusão sem o uso de Al-5wt%Sr, foram obtidas fase primária α com morfologia globular e o eutético, no contorno dos glóbulos, com morfologia acicular. Este tipo de microestrutura apresentou resistência mecânica, em termos de tensão de ruptura, da ordem de 160MPa e 100MPa aliada a um alongamento de 2% e 3% respectivamente, para a primeira e segunda ligas mencionadas. Para as ligas modificadas com Al-5wt%Sr, foram obtidas estruturas globulares de fase primária envolta em eutético silício também globular. A modificação da morfologia do silício, pela ação do estrôncio, aliada à alteração da morfologia da fase primária resultou em tensão de ruptura de 205MPa e 125MPa e alongamento de 14% e 15% respectivamente para cada uma das ligas estudadas. A modificação ótima ocorreu quando o teor de estrôncio atingiu 0,02wt%Sr na liga modificada.

Ichikawa²³ comparou o comportamento mecânico de ligas fundidas e refundidas dos sistemas alumínio-cobre; bismuto-estanho e bismuto-chumbo. No caso das ligas alumínio-cobre, usou a liga Al-33wt%Cu, refundida por agitação, constituída somente da fase eutética ($\alpha + \text{CuAl}_2$). O autor observou que à temperatura de 773K (500°C), no estado refundido, a liga apresenta comportamento super-plástico, o mesmo não ocorrendo com a estrutura dendrítica convencional, para a mesma temperatura.

Os trabalhos de investigação de propriedades mecânicas de materiais refundidos ainda são inconclusivos, abordando questões ainda periféricas, pois mesmos os modelos propostos como de Prasad²², esbarram em problemas de processamento da pasta, uma vez que a agitação utilizada generalizadamente para a produção da pasta origina uma grande quantidade de porosidade no refundido.

É de importância fundamental a análise sistemática das propriedades mecânicas de produtos refundidos, para que a refundição e os processos derivativos possam finalmente ocupar um lugar de destaque nos processos de manufatura à disposição dos fabricantes de componentes.

3 - Procedimento experimental

O ensaio de tração empregado neste trabalho foi o ensaio clássico, normalizado segundo a ASTM E 8M - 86a²⁵. Foram obtidas curvas da tensão versus deformação durante a solitação de

corpo de prova com geometria na forma de chapa de dimensões: 5mm de espessura, 10mm de largura na parte útil e 20mm na região da garra, tendo 50mm de comprimento para a área útil.

O corpo de prova utilizado é apresentado na FIGURA 5.4. Os corpos de prova foram retirados das placas fundidas e refundidas por tratamento térmico, cujas dimensões eram de 100 x 110 x 7mm, produzidas segundo descrição dos capítulos II e III deste trabalho, e ainda de placas submetidas à tratamentos de solubilização e envelhecimento, conforme descrito no capítulo IV.

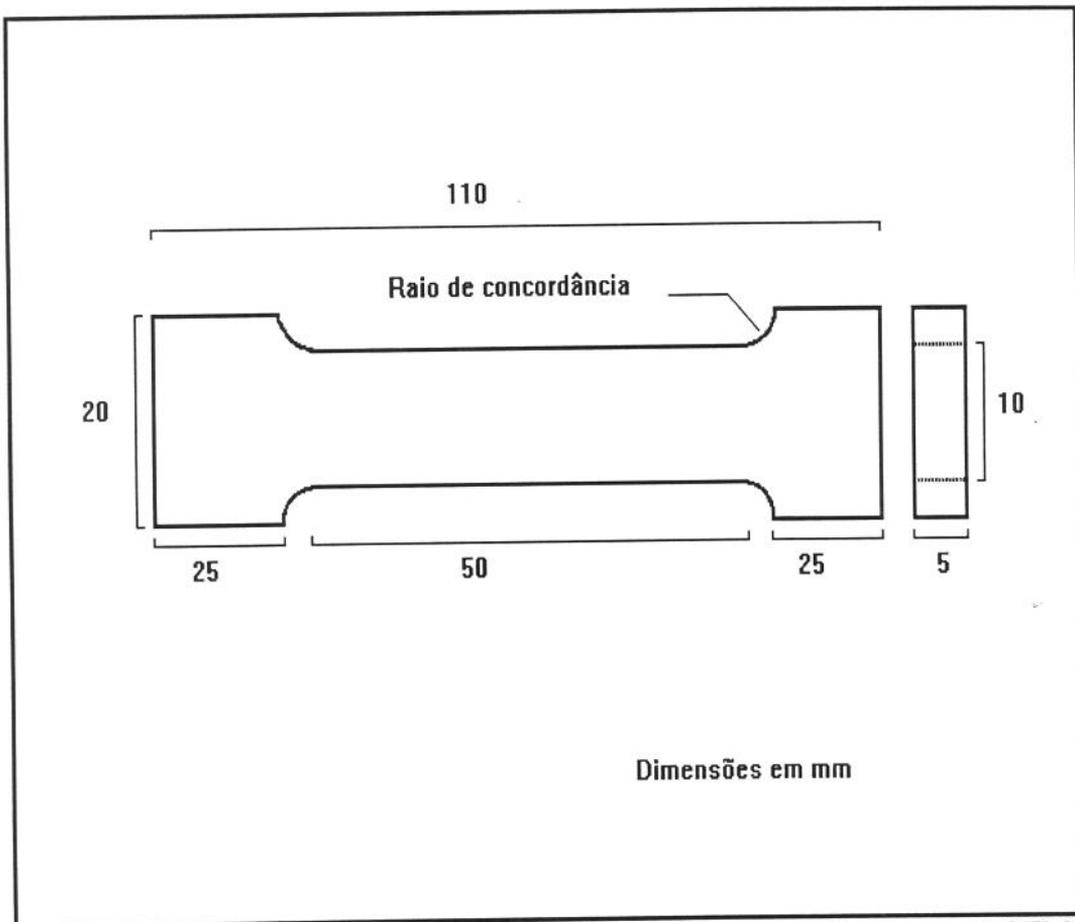


FIGURA 5.4) Corpo de Prova usado no ensaio de tração, segundo a norma ASTM E 8M-86a²⁵.

Os corpos de prova foram retirados no sentido longitudinal da placa, (110mm), de modo a garantir a isotropia de propriedades.

Os ensaios seguiram a norma americana ASTM E 8M de 1986 modificada em 1989, referente ao sistema métrico. Foram realizados em um equipamento de ensaio de tração MTS, com

capacidade de carga de 10.000Kgf, com velocidade de aplicação da carga de 2.000Kgf/min, sob velocidade de 5 mm/min, à temperatura ambiente.

Foram ensaiados 5 corpos de prova para cada condição totalizando 100 corpos de prova, para as 20 condições estudadas, a saber: fundido convencional com 4 tamanhos de grão; reofundido por tratamento isotérmico oriundo diretamente do produto fundido e reofundido por tratamento isotérmico após tratamento de deformação à frio por laminação do produto fundido(4 diferentes tamanhos de grãos e glóbulos reofundidos para cada situação), além de 4 condições oriundas da estrutura bruta de fusão solubilizada e envelhecida e 4 condições oriundas do mesmo tratamento em estruturas reofundidas.

O ensaio constou da aplicação de uma tensão unidirecional, segundo o eixo do comprimento do corpo de prova, com monitoramento do deslocamento causado e da tensão à que o corpo estava sendo submetido.

Foram assim produzidos os gráficos tensão-deformação, a partir dos quais foram obtidas as características mecânicas dos corpos de prova para todas as condições estudadas: tensão elástica, ou limite elástico (σ_e) e a tensão de ruptura (σ_r), além do alongamento (ϵ) e estrição (φ), que foram medidos diretamente com auxílio de um paquímetro.

4 - Resultados e discussões

4.1 - Propriedades mecânicas das estruturas fundidas e reofundidas

A TABELA 5.1 apresenta todos os dados referentes às características mecânicas, a saber os valores médios de alongamento, estrição, tensão de escoamento e tensão de ruptura, obtidos para as estruturas dendríticas e reofundidas com diversos tamanhos de grãos. Os valores destas propriedades, para a estrutura fundida, estão em concordância com valores apresentados na literatura para a liga de trabalho¹. Não existem dados na literatura referentes à estruturas reofundidas da liga Al-4,5wt%Cu, para comparação com os resultados obtidos neste trabalho. Pode-se observar pela tabela alterações significativas nas propriedades dos materiais, com a variação do tipo e dimensões dos parâmetros estruturais. No caso do fundido um aumento de 220% no diâmetro médio dos grãos produziu um aumento de cerca de 45% no valor do alongamento e da estrição, e uma redução de cerca de 30% na tensão de escoamento e na de ruptura. Também para as estruturas reofundidas são observadas variações sensíveis nas propriedades com alteração do tamanho de grão. Nestes materiais, no entanto, as variações nas propriedades se apresentam distintas para as duas séries de estruturas reofundidas, as quais por sua vez diferem pelo processo de obtenção. Nos reofundidos obtidos por tratamento de estruturas dendríticas deformadas, aumento da ordem de 55% no tamanho de grão acarreta aumento de 90% no valor do alongamento e não produz variações sensíveis na estrição, na tensão de escoamento e na tensão de ruptura.

O reofundido obtido por tratamento direto da estrutura dendrítica apresenta variações sensíveis de propriedades com o tamanho de grão: quando o tamanho de grão é aumentado cerca de 120% a estrição é reduzida em 85% e o alongamento em 140%, a tensão de escoamento em 35% e a tensão de ruptura em 60%. Estes dados são apresentados graficamente nas figuras que se seguem.

As FIGURAS 5.5 e 5.6 apresentam a variação do alongamento, estrição, tensão de escoamento e a tensão de ruptura em função do tamanho de grão da estrutura fundida.

TABELA 5.1) Propriedades mecânicas da liga Al-4,5wt%Cu nos estados fundido e refundido com diferentes tamanhos de grão.

Condição do material	Parâmetros Estruturais		Propriedades Mecânicas em Tração			
	ϕ (μm)	λ (μm)	ϵ (%)	φ (%)	σ_e (MPa)	σ_r (MPa)
Fundidos	39 ± 5	6,8 ± 1,3	6,4 ± 1,2	7,5 ± 1,3	96,3 ± 3	230,0 ± 4
	69 ± 7	7,8 ± 1,2	7,3 ± 1,1	8,8 ± 1,2	86,6 ± 4	203,5 ± 4
	95 ± 10	9,2 ± 1,2	7,9 ± 1,2	9,1 ± 1,2	80,9 ± 3	190,3 ± 4
	125 ± 15	12,5 ± 2,5	9,2 ± 1,2	10,9 ± 1,3	73,4 ± 4	177,2 ± 3
Deformado e Refundido	16 ± 3	16 ± 3,1	3,6 ± 1,2	6,7 ± 1,2	70,3 ± 3	175,5 ± 3
	18 ± 2	18 ± 2,2	4,2 ± 1,1	6,9 ± 1,2	70,5 ± 4	170,2 ± 3
	19 ± 2	19 ± 2,4	5,7 ± 1,2	6,9 ± 1,2	70,4 ± 3	175,5 ± 4
	25 ± 2	25 ± 2,7	6,8 ± 1,2	6,7 ± 1,2	70,6 ± 3	167,6 ± 4
Refundido	76 ± 9	23,7 ± 6,4	5,2 ± 1,2	8,3 ± 1,3	67,4 ± 4	147,4 ± 5
	101 ± 19	59,0 ± 15,5	4,7 ± 1,3	7,2 ± 1,4	61,2 ± 6	134,8 ± 7
	118 ± 24	92,2 ± 14,9	3,6 ± 1,2	5,9 ± 1,3	59,5 ± 4	116,5 ± 6
	165 ± 47	131,6 ± 21,9	2,2 ± 1,3	4,5 ± 1,4	49,8 ± 5	92,2 ± 8

Onde: ϕ é o tamanho de grão, λ é o espaçamento interdendrítico ou o tamanho do glóbulo; ϵ é o alongamento; φ é a estrição; σ_e é a tensão de escoamento, e σ_r é a tensão de ruptura para o material. (Todos são valores médios).

Pode ser observado o aumento do alongamento e da estrição com o aumento do tamanho de grão (ϕ), e, portanto, com o conseqüente aumento do espaçamento interdendrítico (λ) da estrutura. O resultado pode ser explicado devido à existência de um livre caminho maior para a movimentação das discordâncias dentro da fase α , primária, para a estrutura com maior diâmetro de grão, o que permite maior deformação do material grosseiro. O nível de porosidade na liga, reduzido devido ao tratamento de desgaseificação efetuado, e os reduzidos tamanhos de grãos envolvidos, e portanto, reduzidas espessuras de contornos, quando comparados aos apresentados na liga analisada por Cibula⁵ em seu trabalho, podem explicar a discrepância com os resultados obtidos por aquele autor.

No caso da liga analisada neste trabalho, o efeito da abertura dos finos contornos durante a sollicitação é sobreposto, provavelmente, pela capacidade de escorregamento da fase primária α .

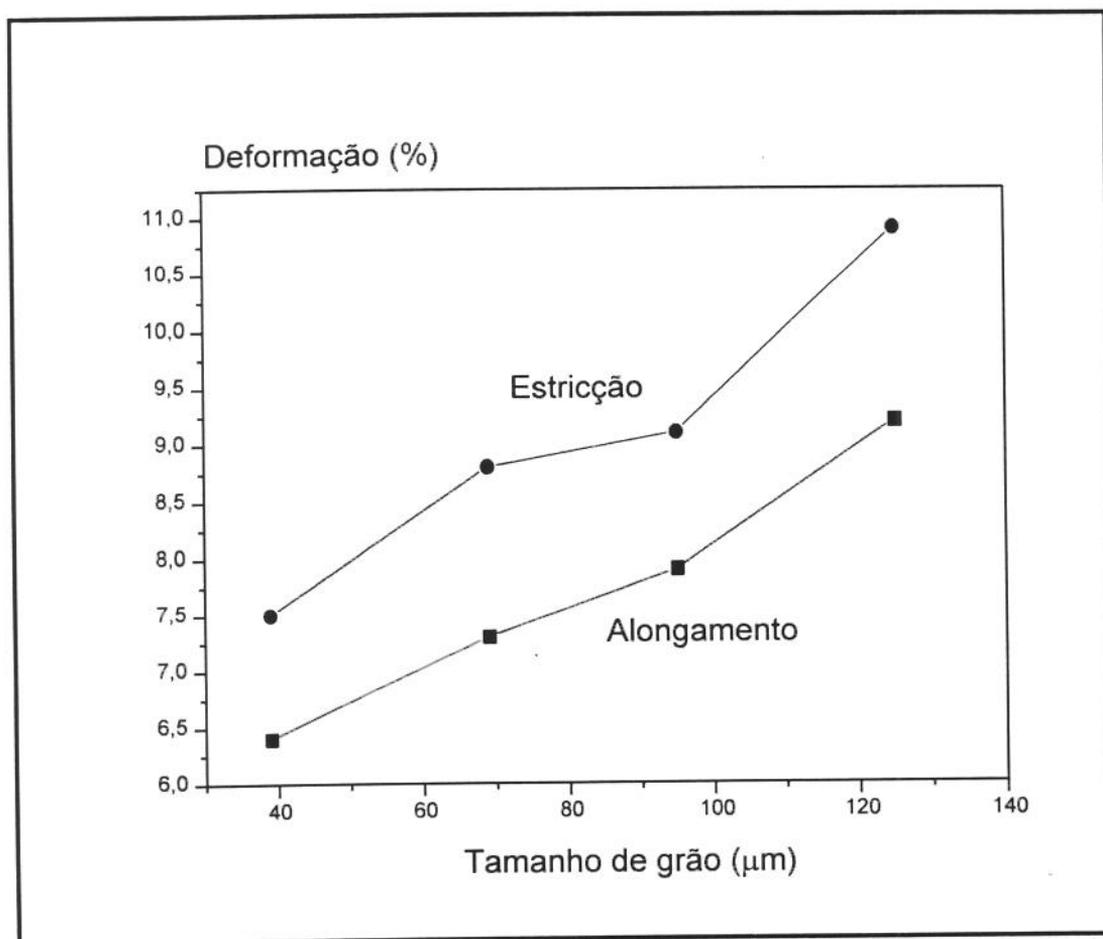


FIGURA 5.5) Curva de alongamento e estricção em função do tamanho de grão da liga Al-4,5wt%Cu no estado fundido.

Com relação à tensão de escoamento e à de ruptura, apresentadas na FIGURA 5.6, pode ser observada uma queda passando de 96,3MPa a 73,4MPa e 230,0MPa a 177,2MPa respectivamente, com a variação do tamanho de grão de 39 μm para 125 μm ; ou seja, uma queda de 24% para a tensão de escoamento e de cerca de 30% para a tensão de ruptura, para um aumento de 220% no tamanho de grão. Em termos de propriedades mecânicas esta é uma queda significativa. A redução da tensão de escoamento e da tensão de ruptura, com o aumento do tamanho de grão em materiais fundidos é classicamente explicada em termos de diminuição da densidade de contornos de grão, com a consequente diminuição de barreiras para movimentos de discordâncias, que resultam em redução da tensão necessária à continuidade do seu movimento; e da redução também, da variação das direções cristalográficas, aumentando a possibilidade de deslizamento de planos, diminuindo a resistência do material.

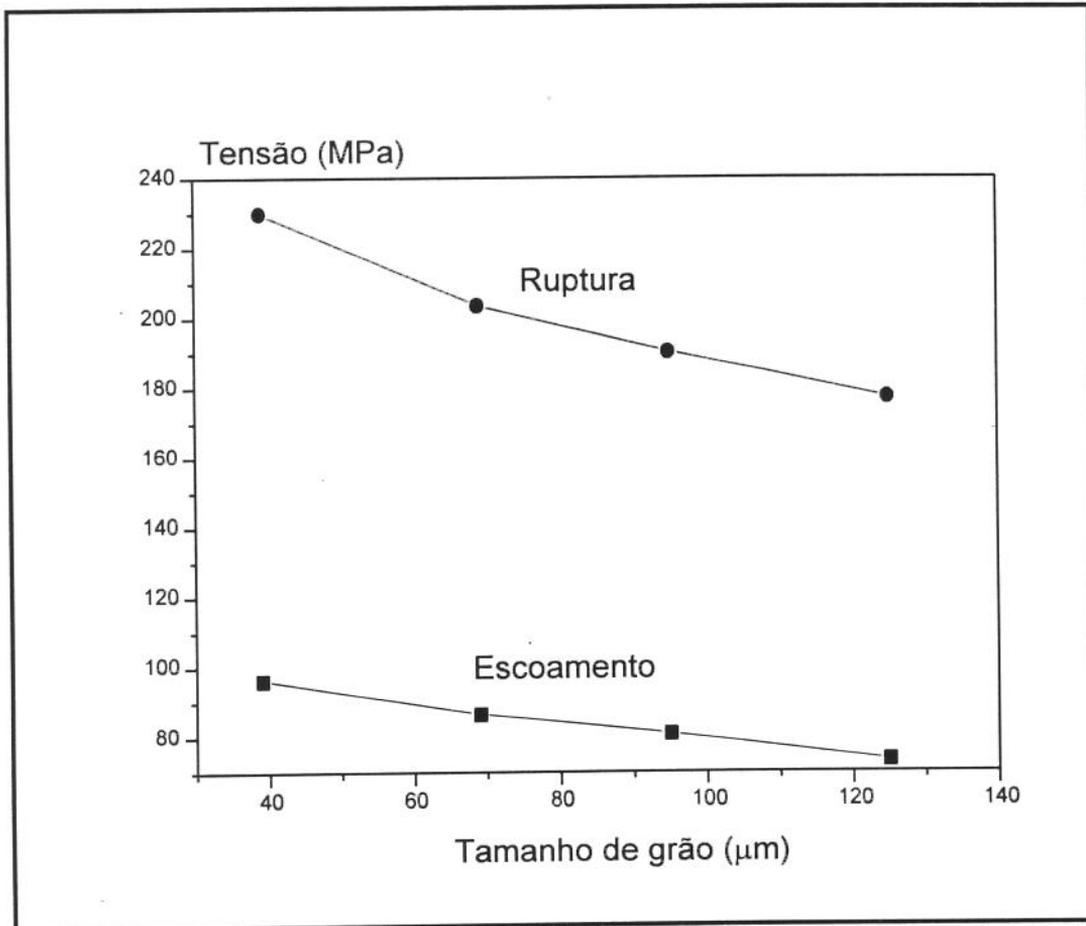


FIGURA 5.6) Curva de tensão de ruptura e tensão de escoamento em função do tamanho de grão da liga Al-4,5wt%Cu no estado fundido.

A relação entre a tensão de escoamento o tamanho de grão do material fundido pode ser estabelecida segundo uma equação de Hall-Petch. O gráfico da FIGURA 5.7 pode ser aproximado à uma reta já que os desvios observados encontram-se dentro da faixa de erro das medidas da tensão de escoamento e do tamanho médio de grão. Pode ser assumido que a estrutura bruta de fusão obedece a equação de Hall-Petch, com coeficientes $\sigma_0 = 44,42 \text{ MPa}$ e $K = 323,97 \text{ MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$, isto é:

$$\sigma_e = 44,42 + \frac{323,97}{\sqrt{\phi}} \quad (03)$$

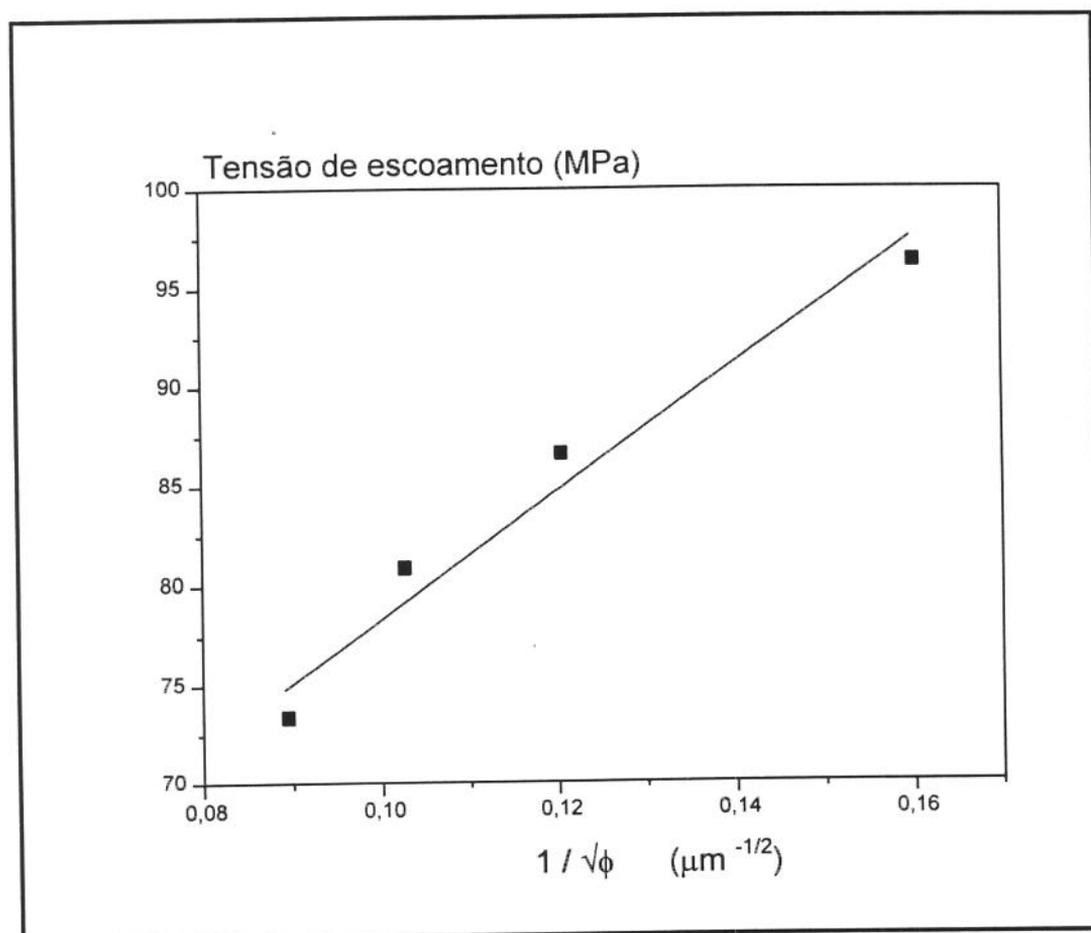


FIGURA 5.7) Curva de tensão de escoamento em função do inverso da raiz quadrada do tamanho de grão da liga Al-4,5wt%Cu no estado fundido.

Com relação à estrutura refundida, os resultados obtidos são graficamente apresentados nas FIGURA 5.8 e 5.9 onde podem ser observadas a evolução da estrição, alongamento, tensão de escoamento, e tensão de ruptura em função do tamanho de grão para o refundido oriundo do tratamento isotérmico a partir da estrutura bruta de fusão submetida à deformação.

Quanto à estrição e ao alongamento, pode ser observado um grande aumento para o alongamento não acompanhado diretamente pela estrição; para um pequeno aumento no tamanho do grão, de 16 para 25 μm , o alongamento passa de 3,6 para 6,8%, isto é, aumento de cerca de 90%, enquanto a estrição se mantém praticamente constante.

O aumento do alongamento com o aumento do tamanho de grãos da estrutura pode ser explicado pelo aumento do livre caminho médio para a movimentação de discordâncias na fase α , de maneira semelhante à apresentada pelo material fundido.

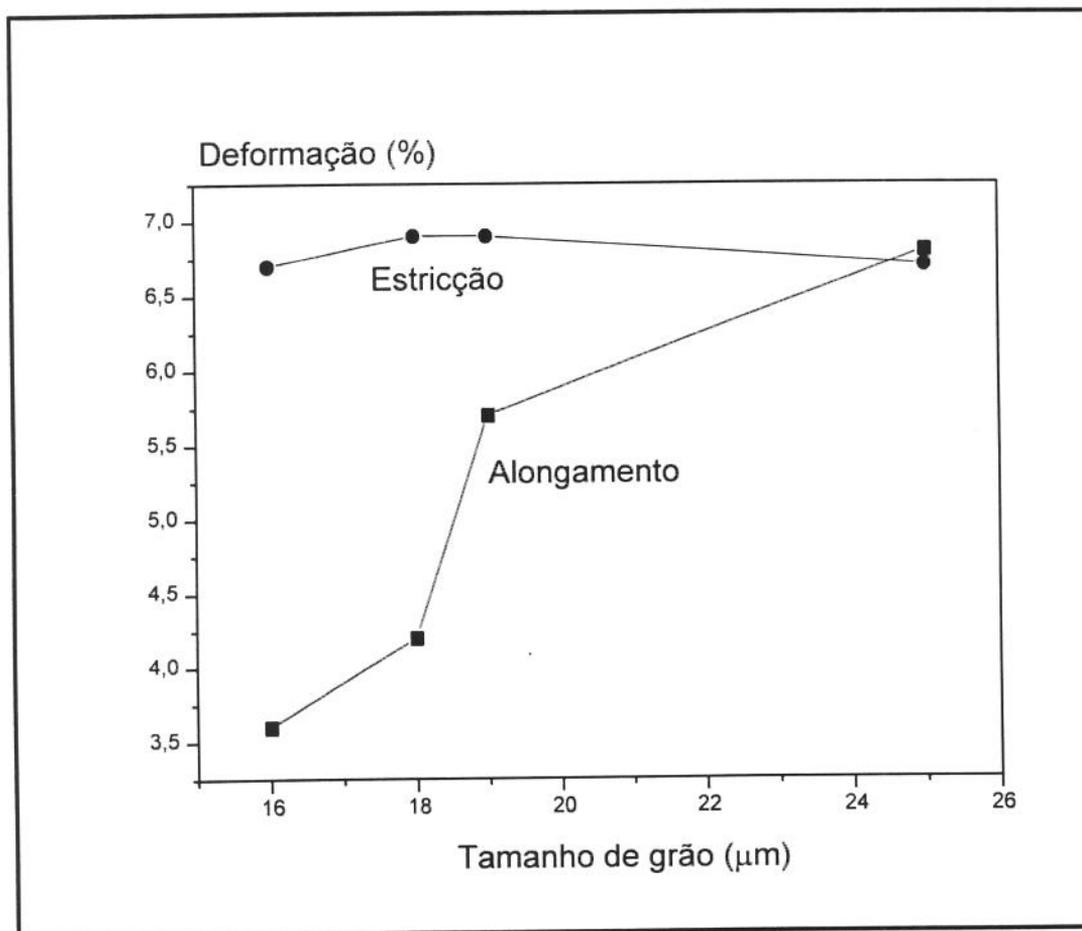


FIGURA 5.8) Curva de alongamento e estricção em função do tamanho de grão para o refundido obtido por tratamento isotérmico, após deformação por laminação, para a liga Al-4,5wt%Cu.

O gráfico da FIGURA 5.8 mostra também o comportamento de estricção praticamente constante com o aumento do tamanho de grão da fase primária no refundido. Durante o ensaio deste material, foi observada uma deformação uniforme em todo o corpo de prova, para todas as condições da estrutura, de modo que o rompimento do corpo de prova ocorreu sem empescoamento.

A elevada isotropia e ausência de tensões na estrutura deste tipo de refundido, obtidas graças ao tratamento prévio de solubilização, seguida de recristalização durante o tratamento para globularização, permitiu uma uniforme distribuição de tensões no corpo de prova durante o ensaio, de modo a permitir aumento no alongamento sem significativa redução da seção localizada na área de fratura, com o aumento do tamanho de grãos.

Quanto à tensão de escoamento e à de ruptura, os resultados para o material refundido a partir da estrutura previamente deformada são apresentados no gráfico da FIGURA 5.9.

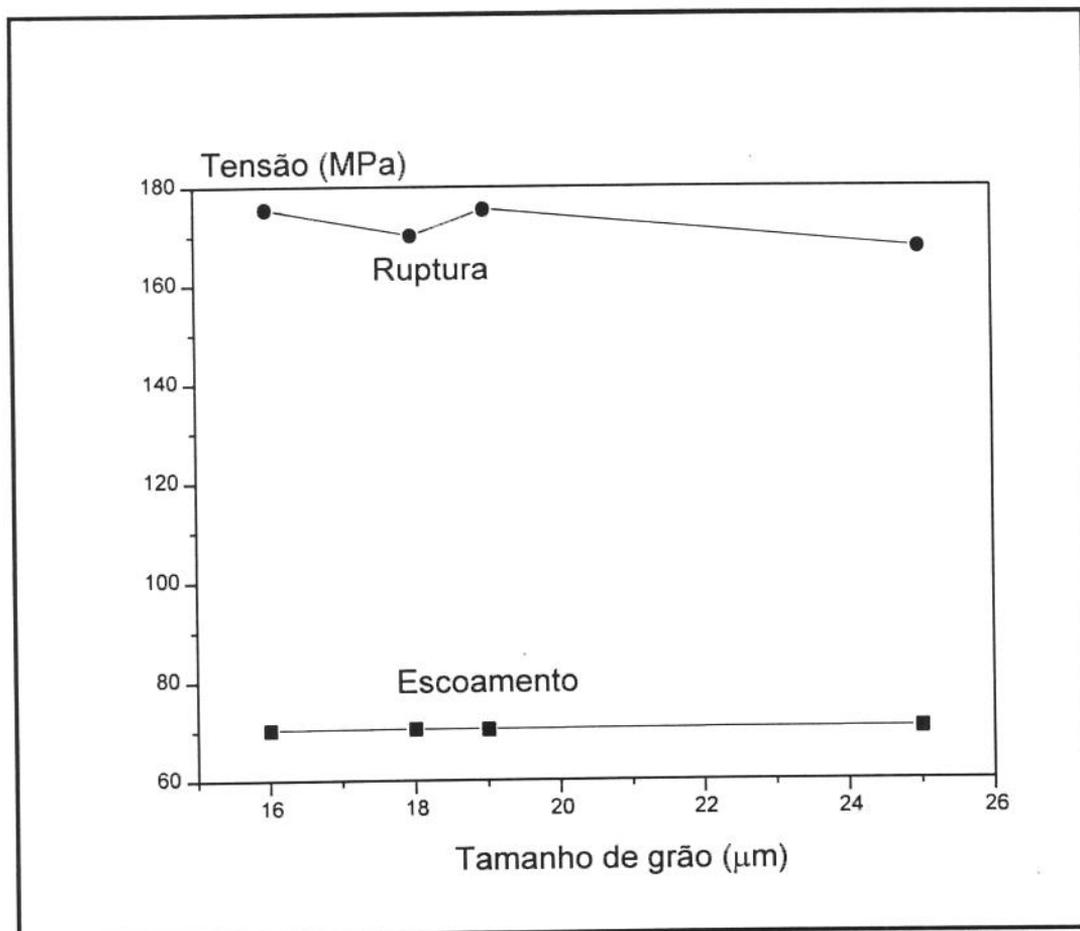


FIGURA 5.9) Curva de tensão de ruptura e tensão de escoamento em função do tamanho de grão para o reofundido obtido por tratamento isotérmico, após deformação por laminação, para a liga Al-4,5wt%Cu.

Pode ser observado que tanto a tensão de escoamento como a de ruptura não apresentam variação sensível com o aumento do tamanho de grãos do material.

A reduzida faixa de tamanhos de grãos analisados pode ser responsável pela constância dos valores observados destas propriedades. Uma ampla faixa de variação de diâmetros de grão poderia fornecer mais informações sobre o comportamento da tensão de escoamento com o aumento dos diâmetros médios dos grãos. Uma redução seria esperada da mesma maneira e pelos mesmos motivos do ocorrido às estruturas fundidas.

Esta reduzida faixa de variação de tamanhos de grãos para as estruturas reofundidas obtidas de fundidos deformados não permite estabelecer uma relação matemática entre a tensão de escoamento e o diâmetro de grão.

Da TABELA 5.1 ainda é possível retirar os gráficos das FIGURAS 5.10 e 5.11, que mostram as curvas do alongamento, estrição, tensão de escoamento (σ_e) e tensão de ruptura (σ_r)

em função do tamanho de grão para a estrutura refundida oriunda diretamente do tratamento isotérmico da estrutura bruta de fusão.

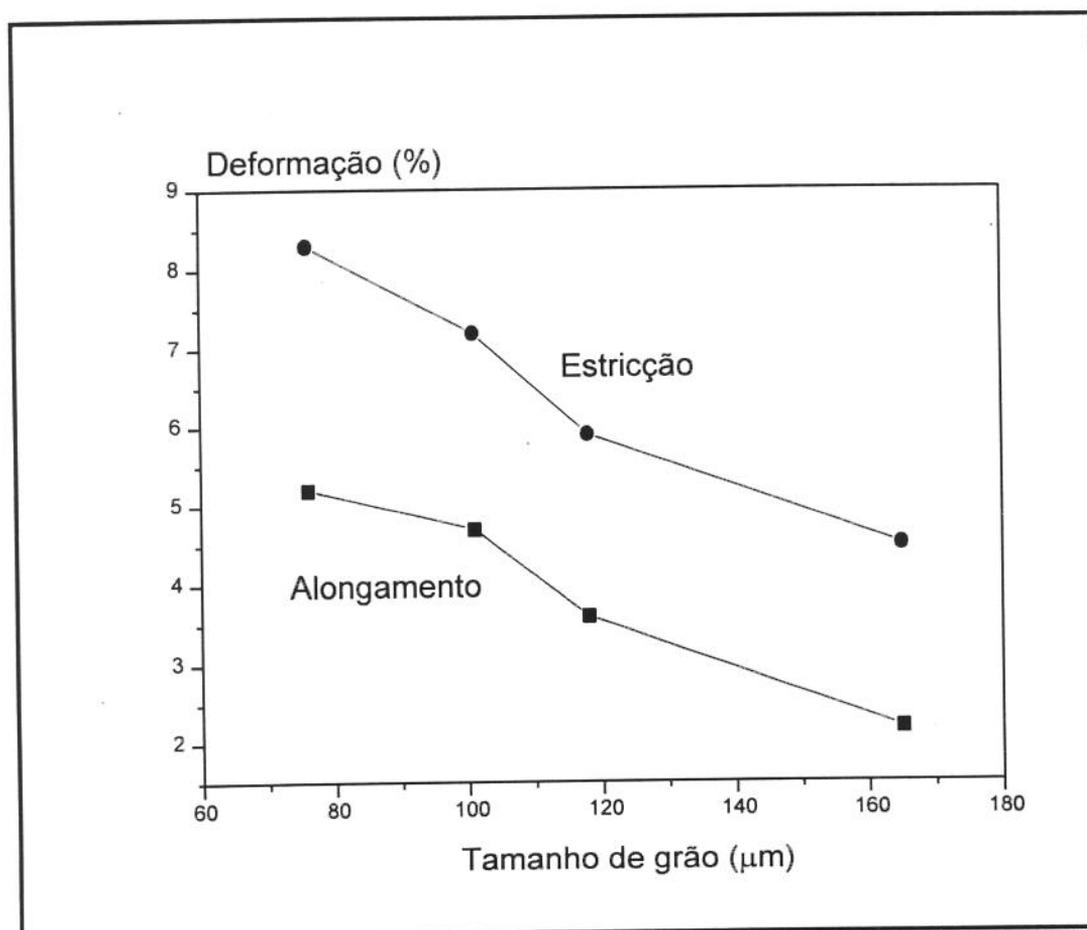


FIGURA 5.10) Curva de estrição e alongamento em função do tamanho de grão para o refundido obtido por tratamento isotérmico, para a liga Al-4,5wt%Cu.

As estruturas brutas de fusão geram refundidos com maiores tamanhos de grãos levando às piores propriedades observadas, quando comparadas com refundidos de menores tamanhos de grãos. Quanto ao alongamento e estrição, pode ser observada a redução de seus valores com o aumento do tamanho do grão. A causa provável deste comportamento é a extrema fragilidade da grande quantidade de CuAl_2 existente no interior e contorno dos grãos, além da existência de microvazios na estrutura; ambos levam à ruptura do material para reduzidos valores de alongamento e estrição com o aumento do tamanho de grão e do espessamento do seu contorno. Deve-se lembrar ainda o reduzido teor de cobre dissolvido na matriz de alumínio, para o material nesta condição, (da ordem de 0,5 a 0,8wt%Cu), bem menor ao apresentado pelo fundido (1,65 a

2,3wt%Cu) ou refundido obtido de fundidos deformados (em torno de 1,0wt%Cu). É de se esperar, portanto, que a matriz de alumínio apresente menor resistência mecânica, para o caso do refundido obtido diretamente de estruturas dendríticas.

A estrutura apresenta ainda microvazios, pois não ocorreu nenhuma deformação termo-mecânica capaz de promover o colapsamento destes microvazios, os quais também colaboram para os reduzidos valores da tensão de escoamento e de ruptura apresentados.

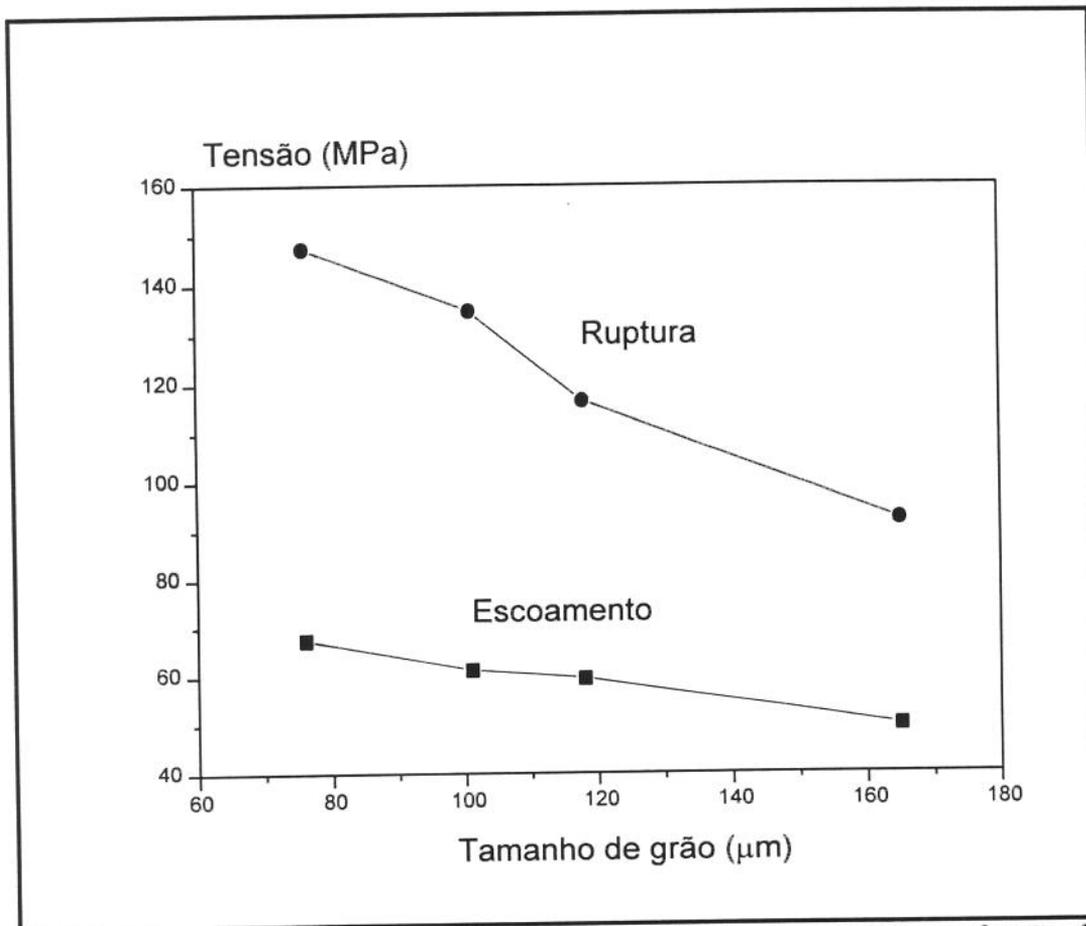


FIGURA 5.11) Curva de tensão de ruptura e tensão de escoamento em função do tamanho de grão para o refundido obtido por tratamento isotérmico, para a liga Al-4,5wt%Cu.

A relação entre a tensão de escoamento e o diâmetro do grão para este tipo de refundido pode ser observada, verificando-se se a relação tipo Hall-Petch é obedecida, fazendo-se tensão de escoamento em função do inverso da raiz quadrada do tamanho de grão ($\sigma_e/\sqrt{\phi}$), como apresentado na FIGURA 5.12.

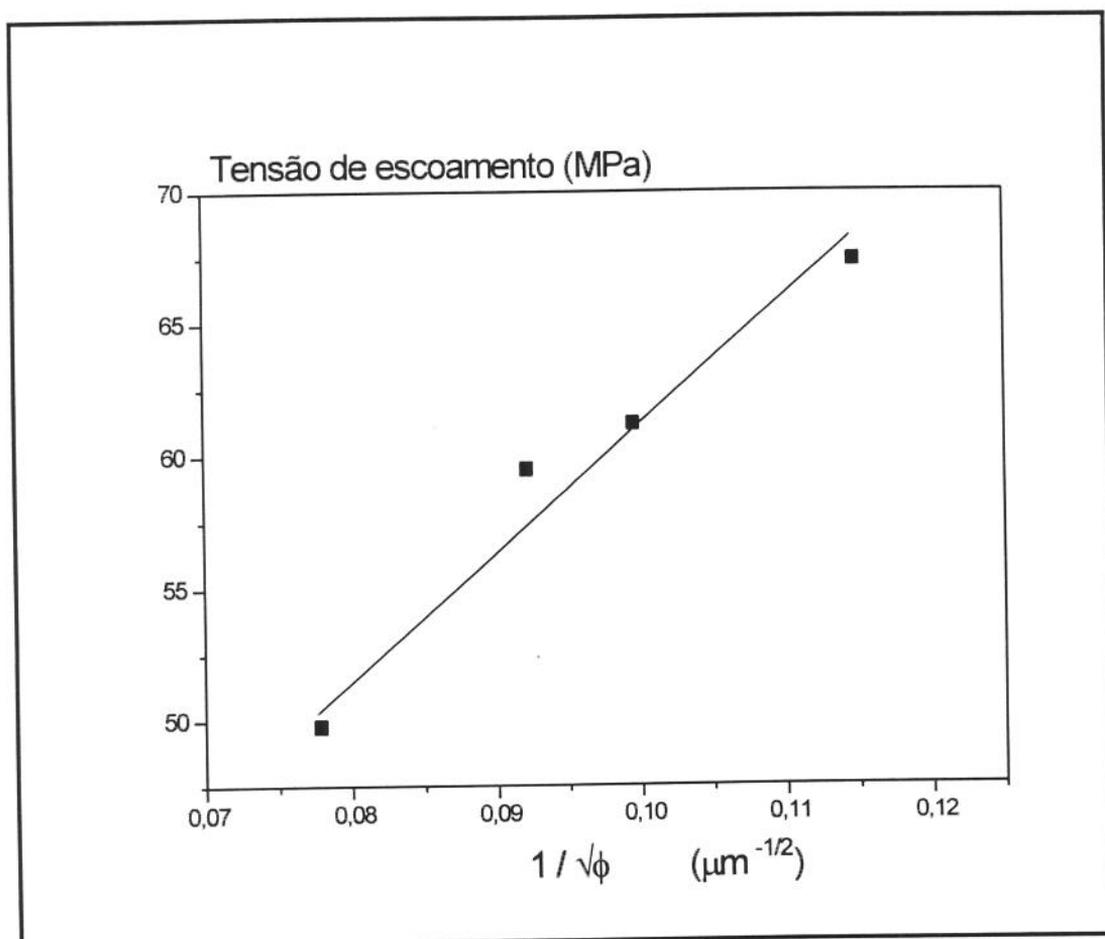


FIGURA 5.12) Curva de tensão de escoamento em função do inverso da raiz quadrada do tamanho dos grãos para a estrutura refundida obtida por tratamento isotérmico, para a liga Al-4,5wt%Cu.

O gráfico em questão pode ser identificado como uma reta, sendo que os desvios se encontram dentro da faixa de erro prevista para as medidas de resistência mecânica e na contagem do tamanho de grão para esta estrutura. Pode-se chegar a um modelo de comportamento mecânico em função do tamanho de grão com o cálculo, para a estrutura refundida, dos coeficientes K e σ_0 da equação de Hall - Petch.

Desta figura tem-se que o K da equação equivale a $477,51 \text{ MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$, e σ_0 equivale a $12,62 \text{ MPa}$. Pode-se portanto, para a estrutura refundida obtida por tratamento térmico de estruturas dendríticas, correlacionar σ_e e tamanho de grão pela equação:

$$\sigma_e = 12,62 + \frac{477,51}{\sqrt{\phi}} \quad (04)$$

4.2 - Propriedades mecânicas das estruturas fundidas e refundidas solubilizadas e envelhecidas

A TABELA 5.2 coloca as parâmetros microestruturais e características mecânicas da liga Al-4,5wt%Cu nos estados fundido e deformado e refundido, obtidos após tratamento de solubilização por 1H30 à temperatura de 773K (500°) e envelhecimento por 7H00 à temperatura de 443K (170°C) (condição T6). Não foi executado tratamento de solubilização e envelhecimento nas estruturas refundidas a partir de fundidos sem deformação devido à sua pobre qualidade.

TABELA 5.2) Propriedades mecânicas da liga Al-4,5wt%Cu nos estados fundido e refundido, com diferentes parâmetros estruturais, após solubilização e envelhecimento.

Condição do material	Parâmetros Estruturais		Propriedades Mecânicas em Tração			
	ϕ (μm)	λ (μm)	ϵ (%)	φ (%)	σ_e (MPa)	σ_r (MPa)
Fundidos	46 ± 7	7,2 ± 1,3	6,9 ± 0,8	10,4 ± 1,4	100,8 ± 4	245,0 ± 5
	78 ± 9	8,3 ± 1,3	7,5 ± 0,8	10,9 ± 1,5	98,5 ± 5	233,5 ± 6
	110 ± 14	10,4 ± 1,1	8,6 ± 1,2	12,8 ± 1,3	92,9 ± 2	220,4 ± 3
	144 ± 15	15,5 ± 1,7	10,7 ± 1,8	13,5 ± 1,1	88,4 ± 5	198,3 ± 5
Deformado e Refundido	17,2 ± 3,1	17,2 ± 3,1	5,9 ± 1,9	8,4 ± 2,2	100,5 ± 4	274,2 ± 6
	18,9 ± 2,4	18,9 ± 2,4	7,3 ± 2,1	10,6 ± 3,1	97,6 ± 6	269,9 ± 8
	20,2 ± 2,5	20,2 ± 2,5	8,9 ± 1,7	13,4 ± 2,6	95,6 ± 5	264,5 ± 7
	26,5 ± 2,4	26,5 ± 2,4	10,8 ± 2,2	14,3 ± 3,2	88,9 ± 3	255,7 ± 4

Onde: ϕ é o tamanho de grão; λ é o espaçamento interdendrítico ou o tamanho do glóbulo gerado; ϵ é o alongamento; φ é a estricção; σ_e é a tensão de escoamento e σ_r é a tensão ruptura para o material. (Todos são valores médios).

Da tabela pode-se observar aumento nos valores de todas as características mecânicas nos dois tipos de materiais, por efeito do tratamento; sendo este aumento mais significativo para as

estruturas refundidas. Pode-se observar ainda o aumento do alongamento e estrição com o aumento do tamanho de grão do material, e redução das tensões de escoamento e de ruptura com o aumento do tamanho de grão, para os dois tipos de materiais.

Com exceção da estrição, todas as outras características medidas para o material fundido e refundido, mantiveram a mesma relação de aumento ou redução com a variação do tamanho de grão apresentada antes do tratamento.

Para o material fundido, solubilizado e envelhecido, um aumento de 213% no tamanho de grão, ou seja, de $46\mu\text{m}$ para $144\mu\text{m}$, ocasionou aumentos de 55% no alongamento e 30% na estrição e diminuição em cerca de 12% na tensão de escoamento e de 19% na tensão de ruptura. Quanto ao material refundido obtido a partir de estruturas dendríticas deformadas, solubilizado e envelhecido, um aumento de cerca de 54% no tamanho de grão, ou seja de $17,2\mu\text{m}$ para $26,5\mu\text{m}$, ocasionou um aumento de 83% no alongamento e 70% na estrição e diminuição de cerca de 12% na tensão de escoamento e 7% na tensão de ruptura.

O efeito do tratamento de solubilização e envelhecimento nas características mecânicas dos materiais estudados pode ser melhor visualizado com os dados de variação percentual apresentados na TABELA 5.3.

TABELA 5.3) Variação percentual propriedades mecânicas da liga Al-4,5wt%Cu nos estados fundido e refundido, com diferentes tamanhos de grãos, após solubilização e envelhecimento*.

Condição do material	Variação Percentual dos Parâmetros Estruturais		Variação Percentual das Propriedades Mecânicas em Tração			
	ϕ (%)	λ (%)	ϵ (%)	φ (%)	$\sigma_{0,2}$ (%)	σ_r (%)
Fundidos	17,9	5,9	7,81	38,67	4,67	6,52
	13,0	6,4	2,74	23,86	13,74	14,74
	15,8	13,0	8,86	40,66	14,83	15,82
	15,2	24,0	16,30	23,85	20,44	11,91
Deformado e Refundido	7,5	7,5	63,89	25,37	42,96	56,24
	6,3	6,3	73,81	53,62	38,44	58,58
	5,0	5,0	56,14	94,20	35,80	50,71
	6,0	6,0	58,82	113,43	25,92	52,57

* - Estes valores se referem à variação de estrutura e propriedades encontrada confrontando-se as TABELAS 5.1 e 5.2.

A tabela mostra que os índices percentuais de variação para todas as propriedades são significativamente maiores para as estruturas refundidas, embora as variações dos parâmetros estruturais nestes materiais sejam menores do que os ocorridos para os fundidos. Estes fatos indicam a forte influência da distribuição do cobre na estrutura, em suas propriedades mecânicas, já que este é o principal efeito do tratamento dos materiais.

No capítulo anterior foi apresentado o efeito do tratamento de solubilização e envelhecimento nestas estruturas, onde se pode observar o aumento de cerca de 315 a 330% no teor de cobre em solução na fase primária do refundido, que passou de um valor médio de cerca de 1,0wt%Cu para 4,2wt%Cu; enquanto que as estruturas fundidas tiveram aumento de 50 a 65%, passando de 1,6wt%Cu a 2,3wt%Cu para valor máximo de 3,46wt%Cu na fase primária. O tratamento de solubilização e envelhecimento teve, portanto significativo efeito na estrutura refundida, refletido no aumento observado em suas propriedades. Analisando em primeiro lugar as estruturas fundidas, pode-se observar na FIGURA 5.13 a variação do alongamento e estrição destes materiais no estado solubilizado e envelhecido, em função do tamanho de grão.

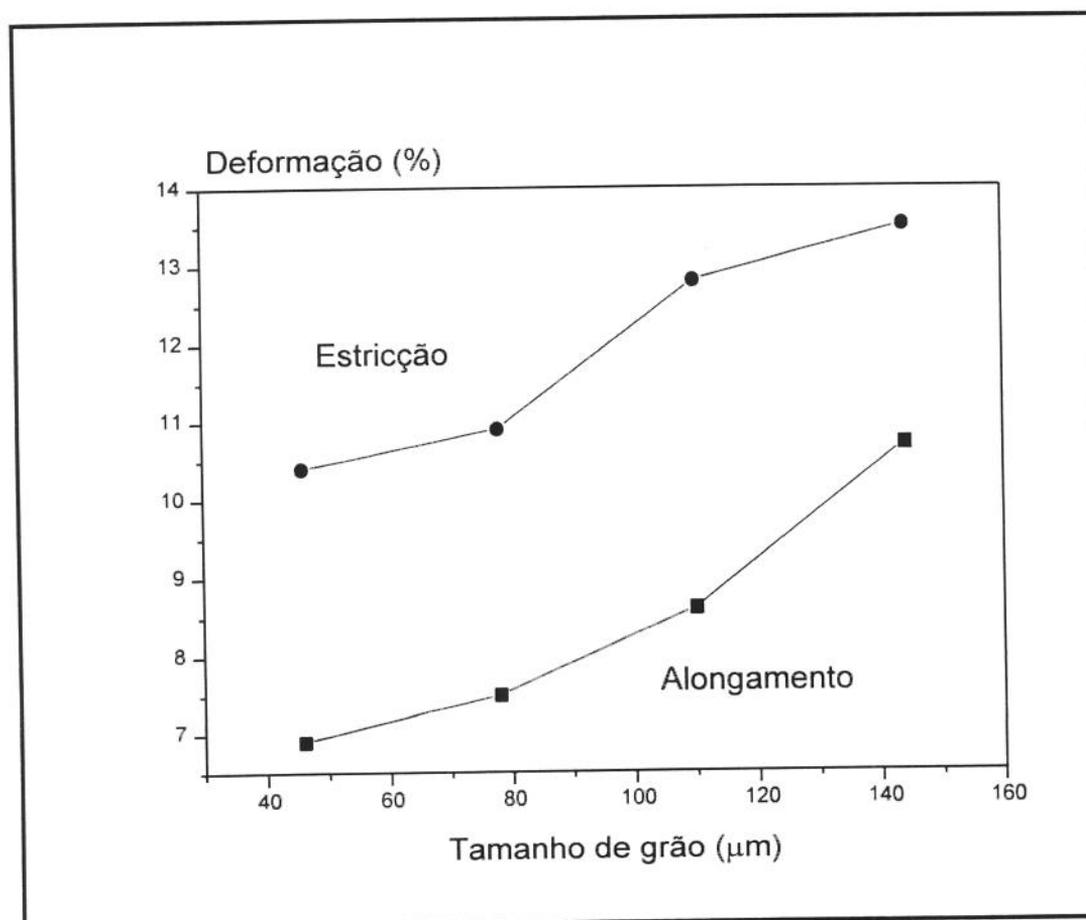


FIGURA 5.13) Curva de alongamento e estrição em função do tamanho de grão da liga Al-4,5wt%Cu no estado fundido, solubilizado e envelhecido.

Tem-se um contínuo aumento do alongamento com aumento do tamanho de grão, assim como ocorre com a estrutura bruta de fusão. A estrição também apresenta aumento com a evolução do tamanho de grão. Estes valores estão de acordo com dados da literatura para esta liga^{1,2,5}. O maior alongamento, assim como a maior estrição encontrados comparados ao alongamento e estrição da estrutura bruta de fusão se devem ao maior tamanho de grão do material tratado. O aumento dos grãos e conseqüente aumento do espaçamento interdendrítico, proporciona um maior espaço para que ocorra a movimentação de discordâncias na rede cristalina do material, permitindo maior grau de deformação.

A FIGURA 5.14 mostra a evolução da tensão de escoamento e da tensão de ruptura para a estrutura fundida solubilizada e envelhecida. Há uma contínua queda do comportamento mecânico com o aumento do tamanho de grão, como previsto na literatura, de maneira semelhante à observada para a estrutura não tratada. Um maior tamanho de grão implica em menor tensão de escoamento e menor tensão de ruptura para o material como já explicado.

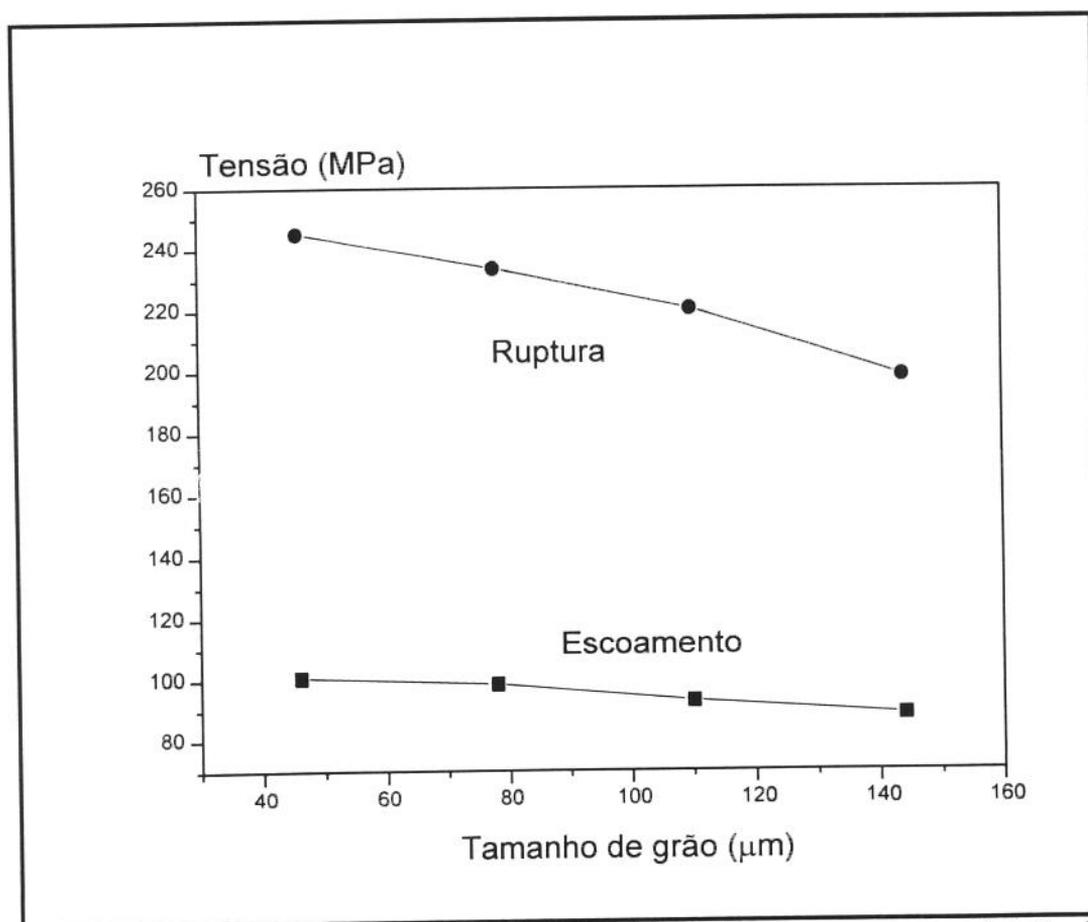


FIGURA 5.14) Curva de tensão de ruptura e tensão de escoamento em função do tamanho de grão da liga Al-4,5wt%Cu no estado fundido, solubilizado e envelhecido.

O aumento nas tensões de escoamento e de ruptura produzido pelo tratamento foi, no entanto, menor do que o previsto pela literatura^{1,14,17}, podendo ser explicado pela provável ocorrência de super-envelhecimento, observada pela existência de microprecipitados na estrutura (observações no capítulo IV), pois estes microprecipitados, quando coerentes, e portanto apenas envelhecidos possuem dimensões que não podem ser detectados pelas técnicas empregadas no capítulo IV, indicando que houve o super-envelhecimento, pois estes microprecipitados estão visíveis na estrutura dendrítica. Novamente pode ser estabelecida uma relação entre tamanho médio de grão e tensão de escoamento, para o material fundido submetido à tratamento T6.

Graficando o inverso da raiz quadrada do tamanho de grão em função da tensão de escoamento, conforme apresentado na FIGURA 5.15, pode-se chegar à equação de Hall-Petch, com coeficientes $\sigma_0 = 72,29\text{MPa}$, e $K = 193,42\text{MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$, isto é:

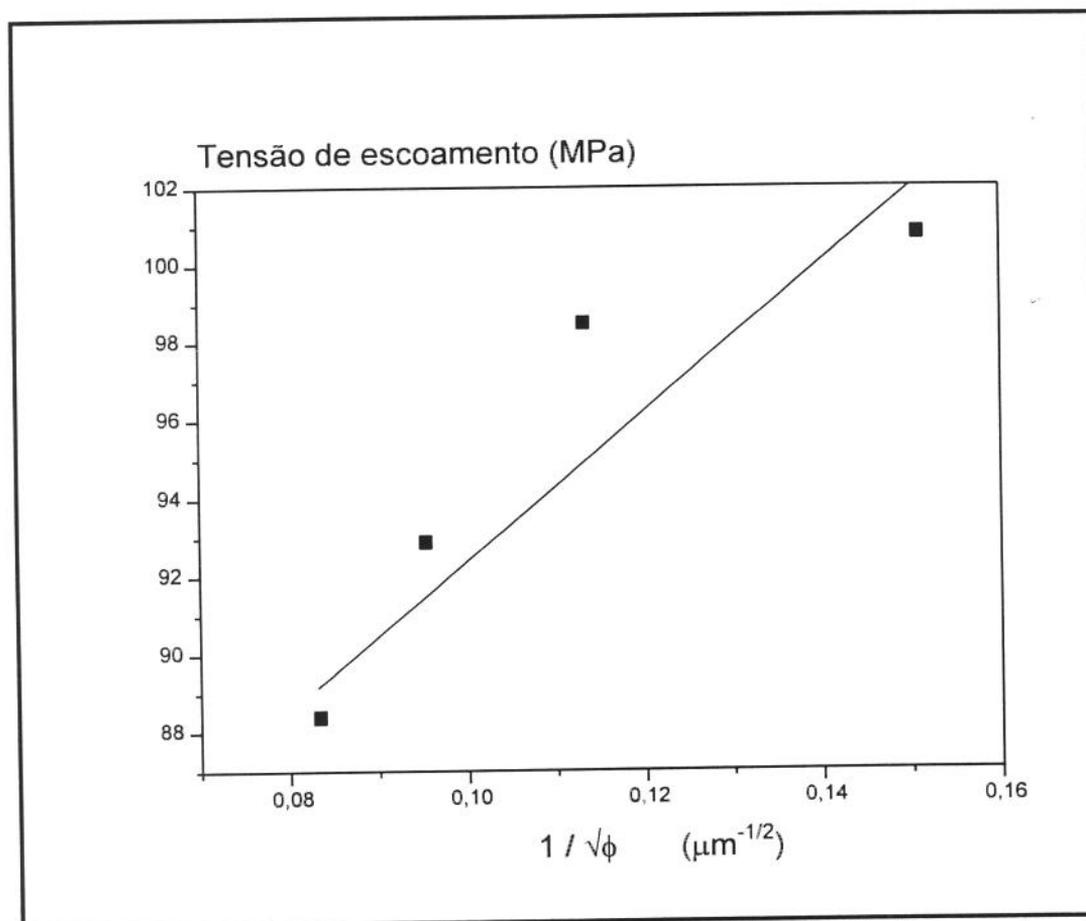


FIGURA 5.15) Curva da tensão de escoamento em função do inverso da raiz quadrada do tamanho de grão da liga Al-4,5wt%Cu no estado fundido, solubilizado e envelhecido.

$$\sigma_e = 72,29 + \frac{193,42}{\sqrt{\phi}} \quad (05)$$

Pode ser observado, com relação à equação obtida para a estrutura sem tratamento, maior valor de σ_0 , indicando o endurecimento da matriz por efeito da solubilização do CuAl_2 e redistribuição do cobre; e a redução no valor de K, indicando a redução da extensão de campos de ancoramento de discordâncias na estrutura envelhecida, por efeito da distribuição dos microprecipitados. Novamente a estrutura com pior dispersão de CuAl_2 fornece o maior valor da constante K.

Quanto às estruturas deformadas, refundidas, solubilizadas e envelhecidas, A FIGURA 5.16 apresenta a variação do alongamento e da estrição com o aumento do tamanho de grão.

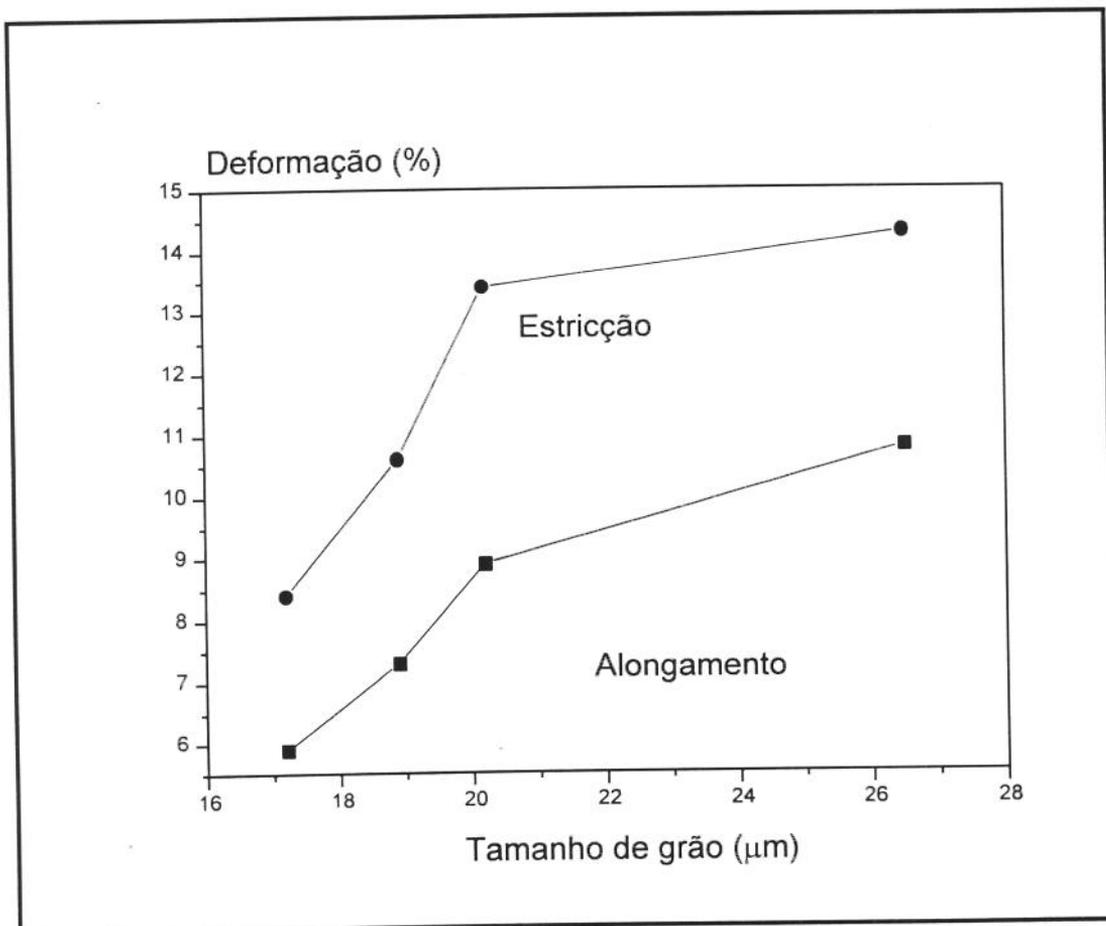


FIGURA 5.16) Curva de estrição e alongamento em função do tamanho dos grãos para a estrutura refundida obtida por tratamento isotérmico, para a liga Al-4,5wt%Cu.

Quanto maior o tamanho dos grãos, maior o alongamento e a estrição, pois maior o espaço para que ocorra a movimentação de discordâncias, sendo que para este caso, as poças e os contornos são mais finos que na estrutura sem tratamento, permitindo maior deformação antes da ruptura.

A FIGURA 5.17 apresenta a variação da tensão de ruptura e da tensão de escoamento em função do aumento do diâmetro médio dos grãos para a estrutura deformada, reofundida, solubilizada e envelhecida. Pode ser observada variação destas características mecânicas com o tamanho de grão um pouco mais sensível do que a observada para a estrutura sem tratamento.

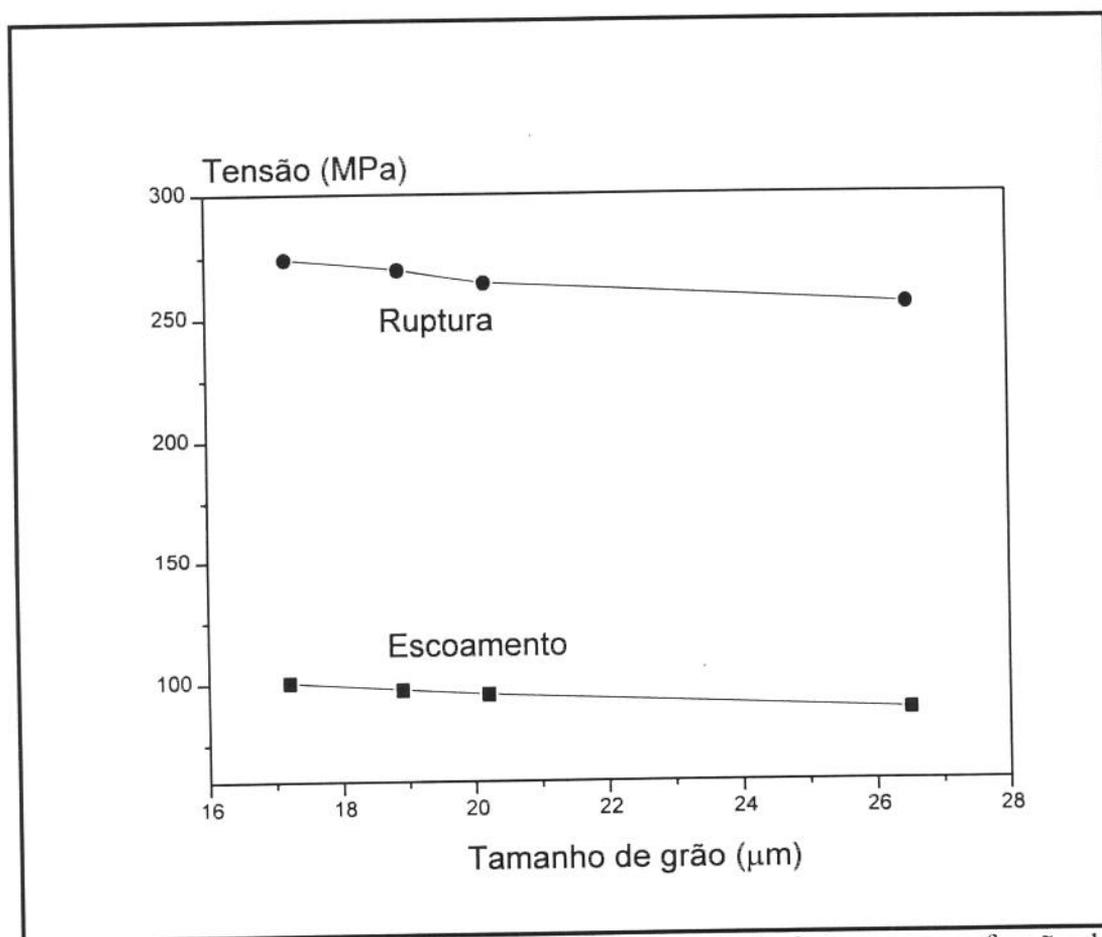


FIGURA 5.17) Curva de tensão de escoamento e tensão de ruptura em função do tamanho dos grãos para a estrutura deformada e reofundida obtida por tratamento isotérmico, para a liga Al-4,5wt%Cu no estado solubilizado e envelhecido.

Pode-se deduzir que o tratamento produziu um certo diferenciamento das estruturas com semelhantes tamanhos de grãos, possibilitando agora a busca de uma relação matemática entre a tensão de escoamento e o diâmetro médio dos grãos.

A reta obtida para tensão de escoamento em função do tamanho médio dos grãos, mostrada pela FIGURA 5.18 fornece a equação de Hall-Petch com coeficientes $\sigma_0 = 40,81\text{MPa}$ e $K = 247,52\text{MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$, isto é:

$$\sigma_e = 40,81 + \frac{247,52}{\sqrt{\phi}} \quad (06)$$

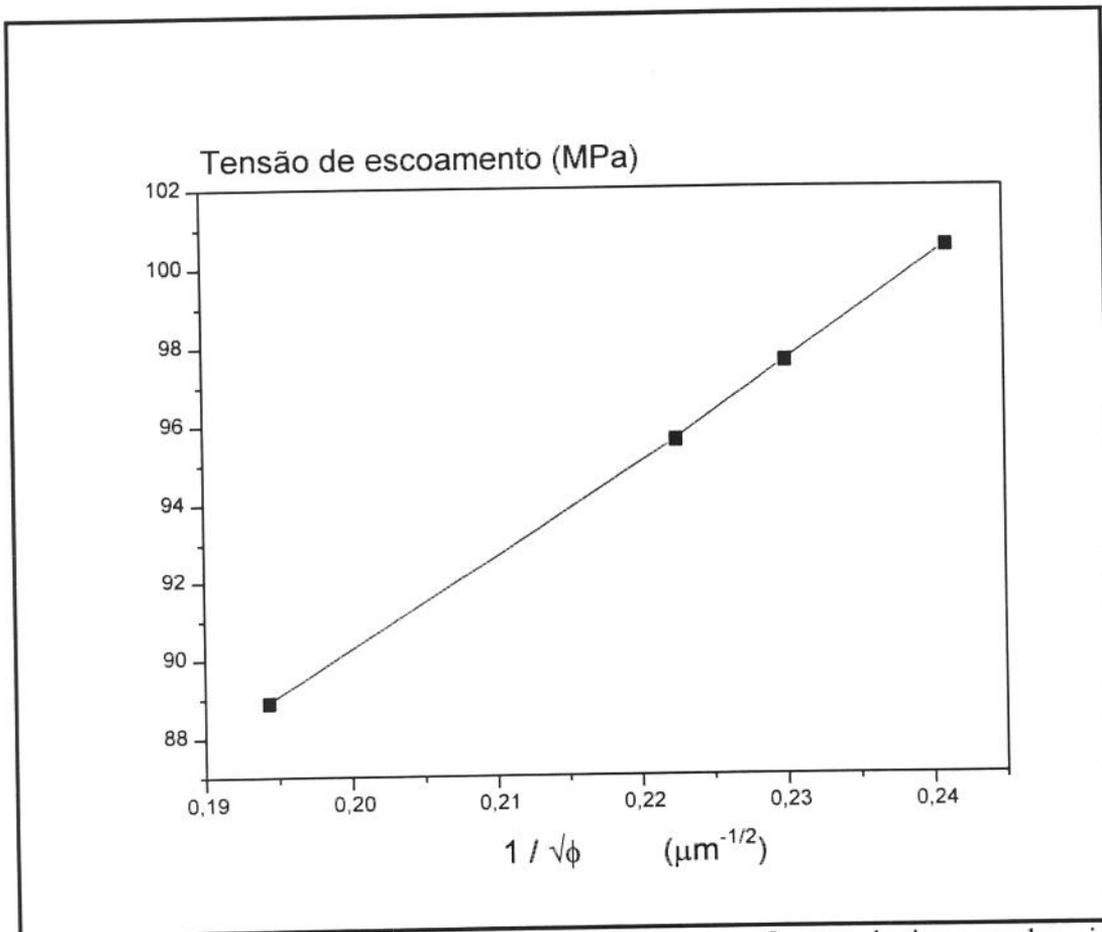


FIGURA 5.18) Curva de tensão de escoamento e em função do inverso da raiz quadrada do tamanho dos grãos para a estrutura deformada, refundida obtida por tratamento isotérmico, para a liga Al-4,5wt%Cu, no estado solubilizado e envelhecido.

Apesar das estruturas globulares terem sido obtidas por dois diferentes procedimentos, se comparadas as equações que relacionam a tensão de escoamento com diâmetro de grãos destes materiais

observa-se que à semelhança do ocorrido nos fundidos, a solubilização promoveu aumento no coeficiente σ_0 e redução de K ; refletindo um maior teor de cobre dissolvido e uma melhor dispersão de CuAl_2 .

4.3 - Análise comparativa das propriedades mecânicas de fundidos e reofundidos

Os diferentes valores de propriedades mecânicas observadas para a liga Al-4,5wt%Cu nos estados fundido e reofundido podem ser atribuídos às diferentes características microestruturais dos dois tipos de materiais. A microestrutura do material dendrítico acarreta uma melhor distribuição da fase eutética $\alpha + \text{CuAl}_2$ em contornos de grãos e espaçamentos interdendríticos, enquanto a estrutura reofundida, mesmo com reduzido tamanho de grão, apresenta contornos ocupados pela fase eutética de maneira quase contínua, ocasionando uma distribuição mais grosseira da fase frágil CuAl_2 . Além disso, a estrutura reofundida apresenta poças de eutético no interior da fase globular α , e ainda menor teor de cobre em solução na fase primária.

A utilização do mesmo tratamento de solubilização e envelhecimento promoveu distintas alterações nos dois tipos de estruturas. Enquanto a estrutura dendrítica sofreu significativa dissolução de eutético e mesmo super-envelhecimento, reduzindo o teor de cobre em solução na fase primária, o reofundido manteve, após tratamento, maior quantidade de cobre em solução na fase primária, e ainda CuAl_2 não dissolvido em significativa quantidade.

Estas diferenças são fundamentais na análise comparativa das propriedades de fundidos e reofundidos feita a seguir.

A FIGURA 5.19 apresenta os resultados de alongamento obtidos para todas as condições, para os materiais fundidos e reofundidos produzidos neste trabalho.

Levando-se em conta a extrapolação do comportamento de fundidos para pequenos tamanhos de grãos (linhas tracejadas), de acordo com Seeger²⁵, pode-se observar que para muito reduzidos tamanhos de grãos as estruturas reofundidas e fundidas apresentam semelhantes alongamentos e também estrição, segundo apresentado na FIGURA 5.20.

Para pequenos tamanhos de grãos, no presente caso da ordem de 20 a 50 μm , a estrutura reofundida apresenta maior deformação do que a dendrítica. Com o aumento do tamanho de grão acima destes valores, as estruturas dendríticas se tornam mais deformáveis que as reofundidas. Este efeito ocorre tanto no material tratado como no não tratado por solubilização e envelhecimento.

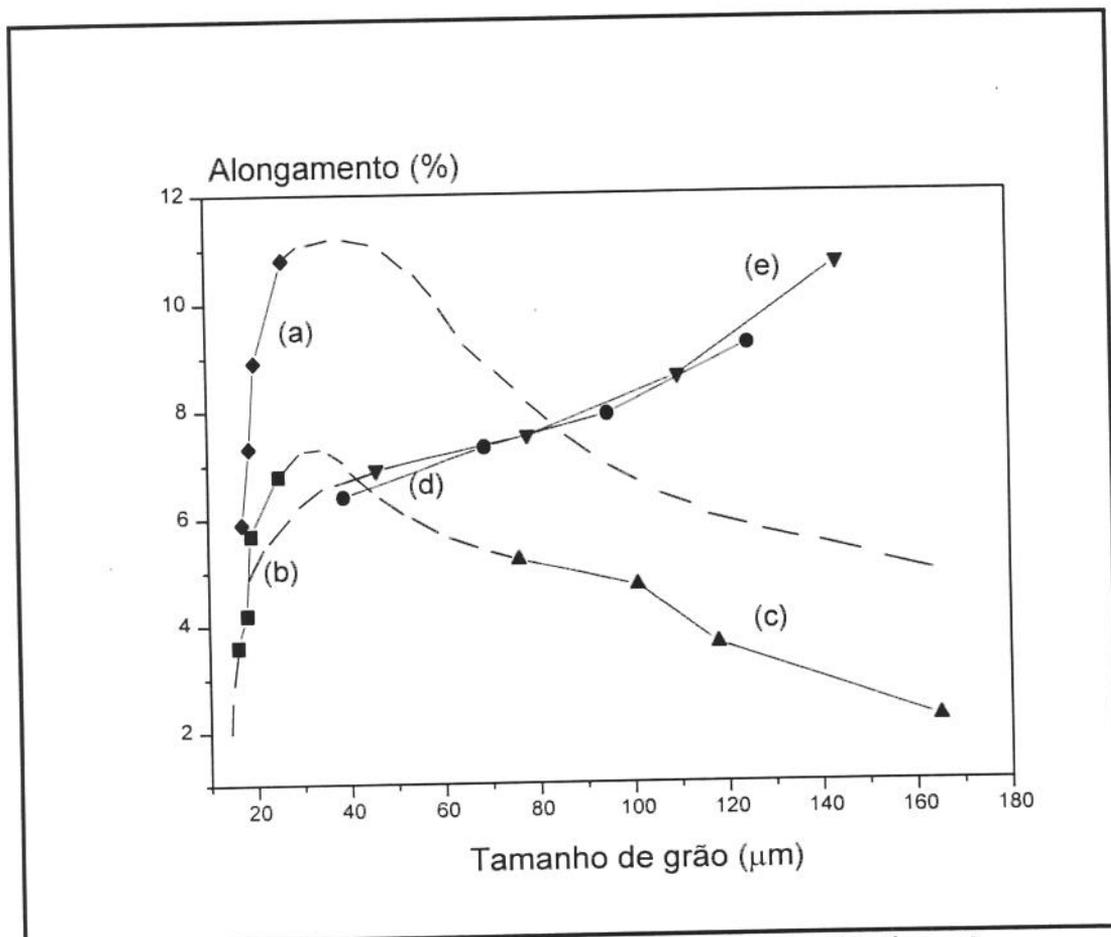


FIGURA 5.19) Curvas de alongamento em função do tamanho dos grãos para as estruturas: a) deformada, reofundida, solubilizada e envelhecida; b) deformada e reofundida; c) reofundida; d) fundida e e) fundida, solubilizada e envelhecida para a liga Al-4,5wt%Cu.

Estes fatos podem ser explicados: para estruturas ultra-refinadas, tanto fundidos como reofundidos são constituídos de uma única fase equiaxial (glóbulo ou grão) rica em cobre, envolta por contorno de composição eutética. Este tipo de estrutura deve apresentar reduzida deformação.

Para pequenos, mas não ultra-refinados grãos, a estrutura fundida apresenta formações dendríticas capazes de reduzir a possibilidade de deformação, enquanto a estrutura reofundida apresenta

grãos internamente homogêneos e, portanto com maior possibilidade de deformação. Quanto maior o tamanho de grão, maior será a deformação de estruturas dendríticas, o que não ocorre com as reofundidas devido ao espessamento da fase eutética de maneira contínua.

Esta fase, frágil, provoca a ruptura do material para pequenas deformações, tendo como consequência a redução do alongamento e da estrição com o aumento do tamanho de grão.

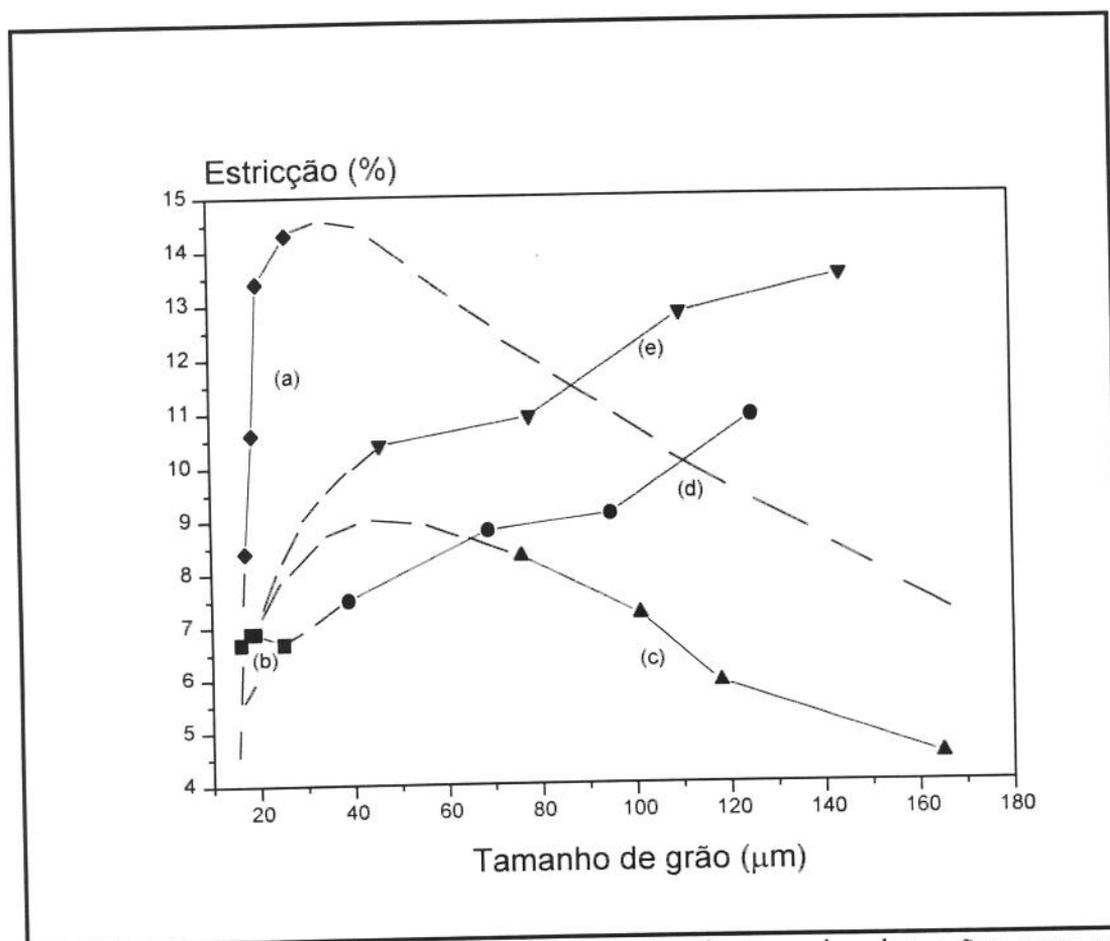


FIGURA 5.20) Curvas de estrição em função do tamanho dos grãos para as estruturas: a) deformada, reofundida, solubilizada e envelhecida; b) deformada e reofundida; c) reofundida; d) fundida e e) fundida, solubilizada e envelhecida para a liga Al-4,5wt%Cu.

Com o tratamento de solubilização e envelhecimento, mais fino se torna o contorno devido à solubilização, proporcionando maiores alongamento e estrição nas estruturas reofundidas tratadas, porém para as estruturas observadas não houve a total solubilização dos contornos, gerando ainda a queda dessas propriedades com o aumento do tamanho de grão nestes materiais.

Segundo tais explicações, o comportamento geral do alongamento e estrição dos materiais reofundidos poderia ser indicados pelas linhas tracejadas, para os tamanhos de grãos não analisados. O efeito do tratamento de solubilização apenas aumenta, portanto, os valores de alongamento e estrição para os reofundidos e fundidos, mantendo no entanto as mesmas tendências de comportamento da estrição e alongamento com o tamanho de grão observadas para o material sem tratamento. O reofundido apresentou maior variação com o tratamento devido ao fato de ter mantido em solução sólida mais cobre, ao contrário do fundido, onde ocorreu super-envelhecimento.

A FIGURA 5.21 apresenta os dados de tensão de escoamento em função do tamanho de grão para todas as estruturas obtidas. Para todos os casos, excetuando-se a estrutura deformada e reofundida, há uma sensível queda na tensão de escoamento com o aumento do tamanho de grão. O reofundido apresenta assim comportamento semelhante ao previsto para os fundidos.

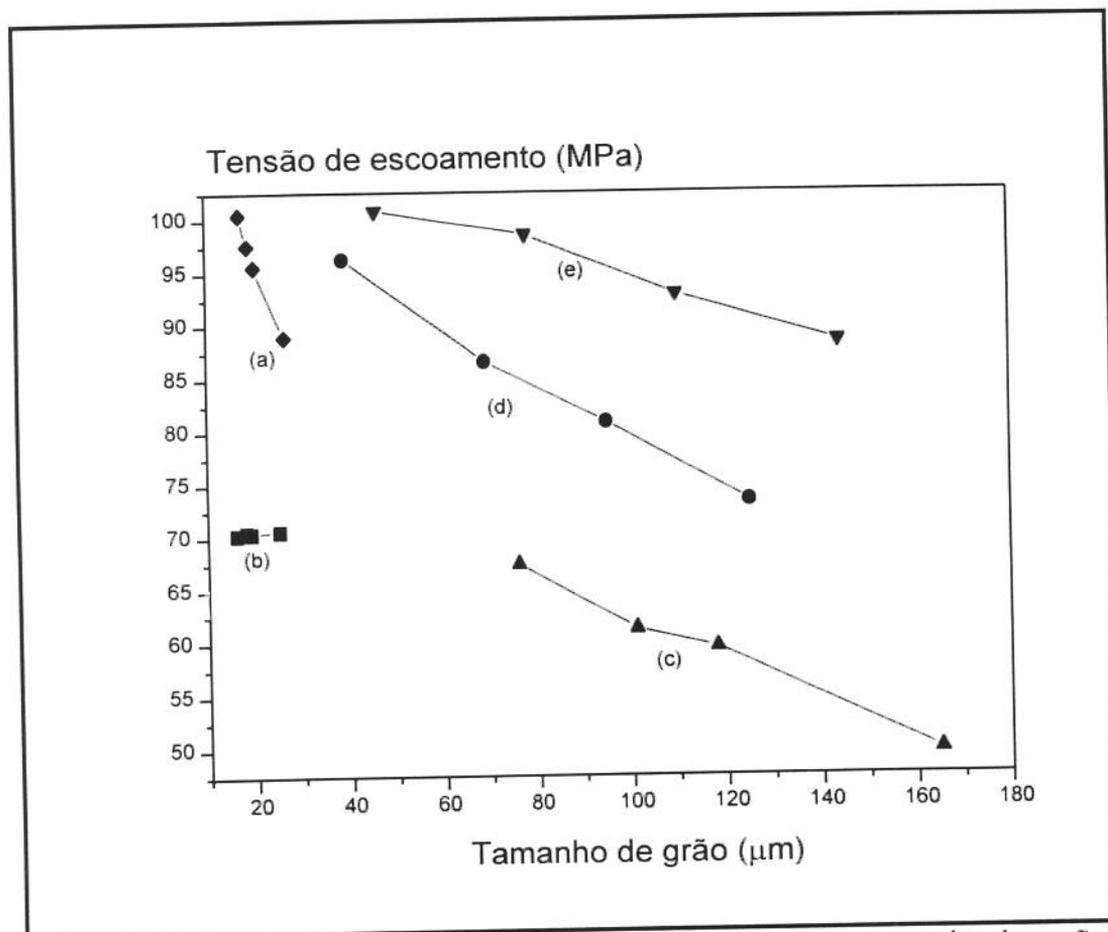


FIGURA 5.21) Curvas de tensão de escoamento em função do tamanho dos grãos para as estruturas: a) deformada, reofundida, solubilizada e envelhecida; b) deformada e reofundida; c) reofundida; d) fundida e e) fundida, solubilizada e envelhecida para a liga Al-4,5wt%Cu.

Para a estrutura deformada e reofundida a pequena variação do tamanho de grão é a responsável pela quase nula variação da tensão de escoamento.

A estrutura reofundida apresenta menores valores de tensão de escoamento que estruturas fundidas com equivalentes tamanhos de grão grosseiros. Este fato é explicado pela existência de contornos interdendríticos, além dos contornos de grão, responsáveis pelos fenômenos de ancoramento das discordâncias no material, elevando os valores da tensão de escoamento para o material fundido.

Outro fato interessante a ser observado para esta estrutura é que os dados de escoamento parecem convergir para um mesmo ponto, ou seja, os dados convergem ao extrapolar-se as retas de tensão de escoamento para as estruturas fundidas e para as estruturas reofundidas, no sentido da diminuição do grão teremos dados similares. Este fato é facilmente explicado, pois a estrutura fundida com tamanho de grão diminuto (refinado) apresenta morfologia similar à reofundida com pequeno tamanho de grão/glóbulo. As estruturas começam a ficar tão refinadas que a dispersão da segunda fase e de cobre na fase primária para os estados fundido e reofundido devem se aproximar; ambas as estruturas seriam globulares, desaparecendo a morfologia dendrítica nos fundidos.

A FIGURA 5.22 apresenta a tensão de ruptura para todas as condições estudadas. Como para o caso do escoamento ocorre queda da tensão de ruptura para todas as condições com o aumento do tamanho de grão. Apenas a condição deformada e reofundida não apresenta variação sensível de comportamento pelos motivos explicados anteriormente.

Para um mesmo tamanho de grão, de grandes dimensões, a estrutura dendrítica apresenta maior tensão de ruptura do que a reofundida.

Estes valores inferiores podem ser atribuídos à elevada quantidade de eutético $\alpha + \text{CuAl}_2$ nos contornos grosseiros, como uma rede contínua, e no interior dos glóbulos da fase primária, e ao menor teor de cobre em solução nesta fase.

Wang²⁶, também obtém reduzidos limites de ruptura e reduzida deformação plástica em ligas alumínio-cobre reofundidas.

Assim como ocorre para a tensão de escoamento, as tensões de ruptura para estruturas fundidas e reofundidas parecem convergir. Novamente a explicação para tal fato é atribuída às similaridades das estruturas super-refinadas.

Com relação às equações de tensão de escoamento em função do inverso da raiz quadrada do tamanho de grão obtidas para várias estruturas, pode-se observar na TABELA 5.4 os diferentes valores de σ_0 e K obtidos. σ_0 é a tensão de fricção interna, intrínseca ao material e depende fundamentalmente do teor de elementos de liga em solução sólida e do estado de deformação da

rede cristalina, enquanto K se refere ao campo de discordâncias acumulados por barreias, no presente caso contornos e precipitados de CuAl_2 .

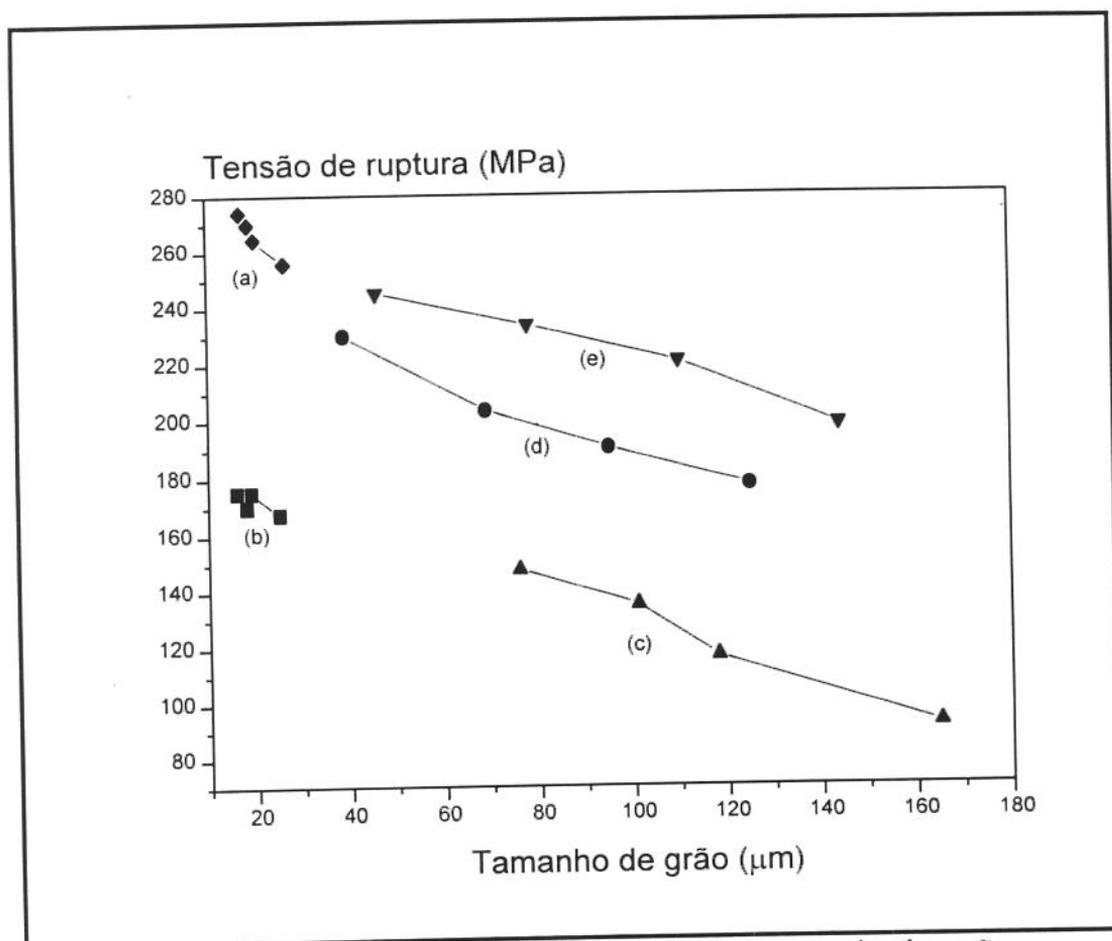


FIGURA 5.22) Curvas de tensão de ruptura em função do tamanho dos grãos para as estruturas: a) deformada, reofundida, solubilizada e envelhecida; b) deformada e reofundida; c) reofundida; d) fundida e e) fundida, solubilizada e envelhecida para a liga Al-4,5wt%Cu.

Comparando-se os valores de K e σ_0 das condições fundidas e reofundidas pode ser constatado o maior valor de K e o menor valor de σ_0 para reofundidos.

A constante K é 47% maior na estrutura reofundida, o que pode ser explicado pela pior dispersão do CuAl_2 em sua estrutura, resultando em menores números de pontos concentradores de discordâncias. Nesta situação tem-se uma maior extensão do campo ocupado por discordâncias ao redor de uma barreira apesar de estarem em menor número, ou seja, os contornos mais grosseiros e as poças esféricas são mais eficientes em proporcionar uma maior região à sua volta contendo as

discordâncias. Com relação a σ_0 , tem-se que a estrutura refundida apresenta apenas 28,4% do valor equivalente para a matriz fundida; este fato é explicado pelos reduzidos teores de cobre dissolvidos na fase primária da estrutura refundida, o que resulta em menor tensão de fricção interna nesta estrutura.

TABELA 5.4) Coeficientes de Hall-Petch encontrados para as várias estruturas analisadas.

Condição do material	Coeficientes de Hall-Petch		Parâmetros estruturais	
	σ_0 (MPa)	K (MPa/ $\mu\text{m}^{-1/2}$)	Teor de cobre (wt%Cu)	Distribuição do CuAl ₂ *
Refundidos	12,62	477,51	0,54 a 0,85	1
Fundidos	44,42	323,97	1,65 a 2,30	2
Refundido T6	40,81	247,52	4,15 a 4,25	3
Fundido T6	72,29	193,42	2,75 a 3,46	4

* - A numeração 1 se refere à pior distribuição do CuAl₂ e a numeração 4 se refere à melhor distribuição.

Comparando-se os valores de K e σ_0 na condição solubilizada e envelhecida para os dois tipos de estruturas, tem-se um maior valor de σ_0 para o fundido e maior valor de K para o refundido. O maior valor de σ_0 para a estrutura fundida solubilizada, apesar desta apresentar menor teor de cobre em solução (da ordem de 3,0wt%Cu contra 4,0wt%Cu para a estrutura refundida solubilizada), pode ser atribuído à maior deformação de sua rede cristalina devida à presença de microprecipitados incoerentes, por outro lado o maior valor de K para a estrutura refundida solubilizada se deve à não total dissolução de poças e contornos eutéticos, isto é, à pior distribuição de CuAl₂ no material.

Os coeficientes σ_0 e K refletem, portanto, corretamente as características microestruturais das estruturas analisadas. As relações matemáticas para a tensões de escoamento e o diâmetro médio dos grãos obtidas para todas as condições são plotadas para uma ampla e contínua faixa de tamanhos de grãos, e são apresentadas na FIGURA 5.23.

Para todas as curvas observadas nota-se a convergência de valores na tensão de escoamento para tamanho de grão diminuto, comprovando-se assim que para pequeno tamanho de grão,

inexiste diferenciação entre as diversas estruturas. À medida que os tamanhos de grãos são aumentados, as estruturas refundidas apresentam menores valores de tensão de escoamento comparados aos obtidos para fundidos. Para tamanhos de grãos comumente encontrados em estruturas fundidas (60 a 100 μm), materiais fundidos apresentam melhor comportamento mecânico em tração que refundidos. Deve ser lembrado, no entanto, que tais refundidos devem ter suas propriedades sensivelmente aumentadas se processados por injeção ou compressão, só para citar processo de fundição.

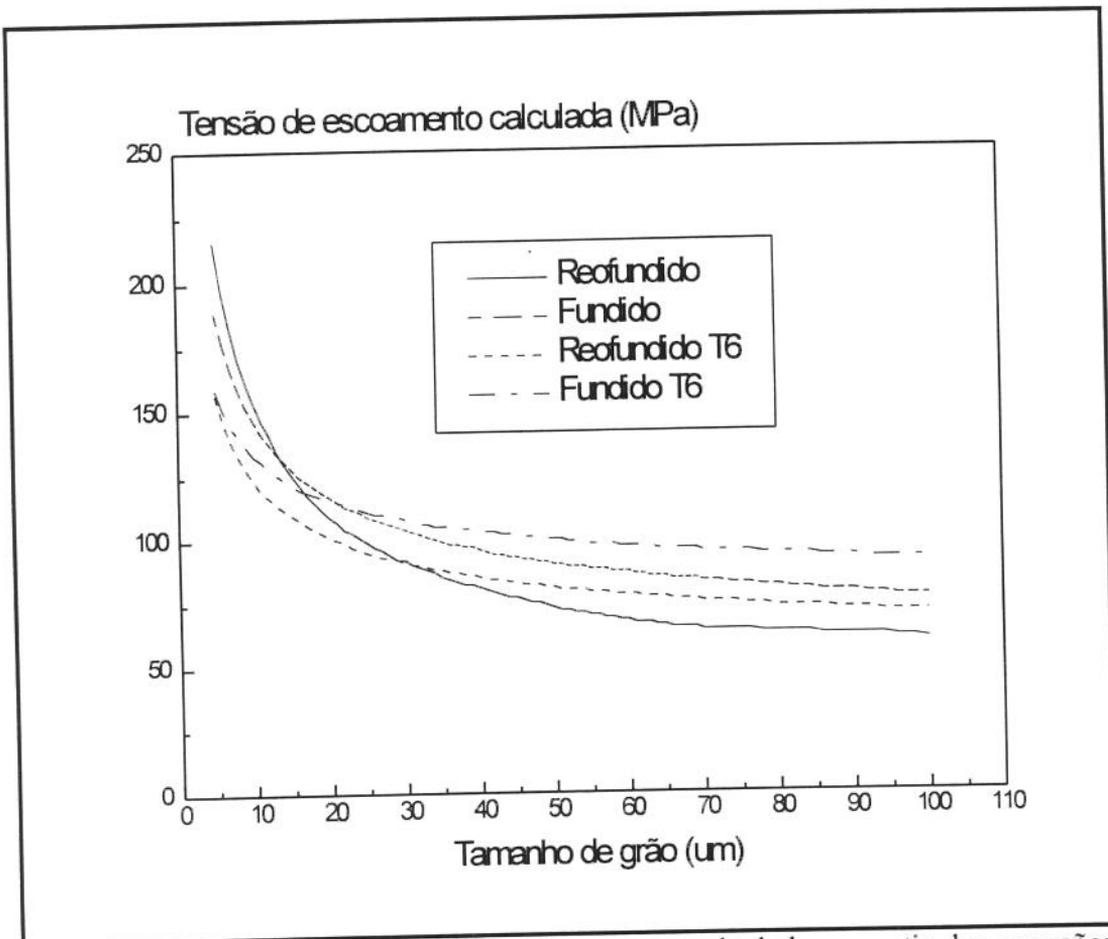


FIGURA 5.23) Curvas de tensão de escoamento, calculadas a partir das equações propostas, em função do tamanho de grãos para diferentes estruturas da liga Al-4,5wt%Cu.

5 - Conclusões

Os resultados obtidos neste capítulo mostram a forte dependência das propriedades mecânicas de materiais refundidos com o tamanho de grão de sua estrutura, a quantidade e dispersão da fase CuAl_2 e o teor de cobre em solução no glóbulo de fase primária.

O aumento do tamanho de grão de refundidos produz aumento no alongamento e na estrição e redução nas tensões de escoamento e de ruptura, à semelhança do que ocorre com estruturas dendríticas convencionais, para pequeno tamanho de grão. Para maiores tamanhos de grão a fase frágil no contorno de glóbulo, além de fazer com que se reduzam a tensão de escoamento e de ruptura, ainda são responsáveis pela queda do alongamento e da estrição.

Foi possível estabelecer uma relação do tipo Hall-Petch entre a tensão de escoamento e o diâmetro de grãos para a estrutura refundida, com índices σ_0 e K valendo 12,62MPa e 477,51MPa/ $\mu\text{m}^{1/2}$ respectivamente. Com o tratamento de solubilização e envelhecimento as estruturas refundidas apresentam grande melhoria em suas propriedades mecânicas; com percentuais máximos de aumento da ordem de 73% para o alongamento, 113% para a estrição, 43% para a tensão de escoamento e 58% para a tensão de ruptura; com relação à estrutura sem tratamento.

A mesma tendência de variação de propriedades com o diâmetro dos grãos foi mantida, após tratamento térmico, sendo também obtidas equações do tipo Hall-Petch relacionando a tensão de escoamento e tamanho de grão, agora com índices σ_0 e K valendo respectivamente 40,81MPa e 247,52MPa/ $\mu\text{m}^{1/2}$. Em termos comparativos os refundidos apresentam tensão de escoamento e tensão de ruptura semelhantes ao de fundidos com mesmo tamanho de grão, para o caso de estruturas super-refinadas. Para elevados diâmetros de glóbulos, as estruturas fundidas apresentam melhor comportamento mecânico que as refundidas; o mesmo ocorrendo tanto no estado solubilizado como não solubilizado.

Quanto à deformação estruturas refundidas super-refinadas tendem a apresentar maiores valores de alongamento e estrição que fundidas de mesmo tamanho de grão. Com o aumento do tamanho de grão, novamente as estruturas refundidas são superadas pelas fundidas.

As diferenças de comportamento mecânico observadas pode ser atribuídas basicamente à má dispersão de CuAl_2 , fase frágil, nas estruturas refundidas. Com o aumento de diâmetro de grãos, estas estruturas são fragilizadas pelos espessos contornos de eutético que apresentam.

Referências bibliográficas

- 1) **“Aluminium - Properties and Physical Metallurgy”**, ed. John E. Hatch, cap. 5, 1964, pp. 134-199.
- 2) Bates, R.C.; **“Mechanics and Mechanisms of Fracture”**, Metallurgical Treatises, Met. Soc. AIME, 1981, pp.551-570.
- 3) Irwin, G. R. - **“Fracture Mechanics”**, Metals Handbook, 9º ed. - Vol. 8, "Mechanical Testing", pp. 439-491.
- 4) Bates, R. C. - **“Modelling of Ductile Fracture by Microvoid Coalescence for the Prediction of Fracture Toughness”**, Metallurgical Treatises, Ed. J.K. Tien e J.F.Elliot, The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, 1981, pp.120-155.
- 5) Cibula, A. e Ruddle, R.W., - **“The Grain Refinement of aluminum Alloy Castings by Additions of Titanium and Boron”**, Journal of the Institute of Metals, 1951, v. 80, pp.1-15.
- 6) Pandel, U., Sharma, A. e Rajan, T.V. - **“Effect of Vibrations on Some Cast Al-Si-Cu Alloys”**, Trans. Tech. Publications, Principles of Solidification and Materials Processing, V. 2, 1990, pp.769-775.
- 7) Campos, V.S. e Pagnano, C.A.G. - **“Influência do Tamanho de Grão nas Propriedades Mecânicas da Liga de Alumínio 2024”**, Revista Metalurgia, ABM, Vol. 30, n. 200, 1974, pp.489-495.
- 8) Singh, S. Sriramamurthy, A.M. e Bhatia, M.L. - **“On the Problem of Grain Structure Control in Aerofoil Casting”**, Trans. Tech. Publications, Principles of Solidification and Materials Processing, V. 2, 1990, pp.899-907.
- 9) Hall, E.O. - Proc. Phys. Soc., Londres, 1951, vol.643, pp.747.
- 10) Petch, N.J. - Journal Iron Steel Inst, 1953, vol. 173, pp.25.
- 11) Di Russo E. - **“Microfractographic Characteristics and Fracture Toughness of 7000 and 2000 series Aluminium Alloys: Proposal of a Static Fracture Model”**, Metallurgical Science and Technology, vol. 4, no. 2, 1986, pp. 37 - 48.
- 12) Irwin, G.R. and de Wit, R.; **“A Summary of Fracture Mechanics Concepts”**, Journal of Testing and Evaluation, American Society for Testing and Materials, JTEVA, Vol.11, no.1, jan.1983, pp.56-65.

- 13) Prasad,P.R.; **“Microstructure and Mechanical Properties of Rheocast Al-10wtCu Alloys”**, Z.Metallkde, Bd.73,(1982),pp420-425.
- 14) Prasad,P.R., Ray, S., Gaindhar, J.L. e Kapoor, M.L.- **“Microstructure and Mechanical Properties of Rheocast Al-10wt%Cu Alloy”**, Z.Metallkde, Bd.73, H.7,(1982),pp. 420-425.
- 15) Assar, A. El-Mahallawy, N. e Taha, M.A. - **“Influence of Processing Variables on the Structure and Porosity in Stir-Casting Al-Cu Alloys”**, Metals Thecnology, vol.9, 1982, pp.165-170.
- 16) Lehuy,H.; **“Mechanical Properties of Zinc-Aluminum Alloys Extruded in the Liquid-Solid State”**, Journal of Materials Science vol. 23, (1988),pp2943-2950.
- 17) Agarwala, V. e ray, S.- **“Effect of Ageing Temperature on Hardening of the Al-3,76wt%Cu”**, Z.Metallkde, Bd.78, H.7, (1987),pp. 506-508.
- 18) Agarwala, V. e Ray, S.- **“Morphological Changes Occuring During Partial Homogenization of an Al-3,76wt%Cu Rheocast Alloy”**, Z.Metallkde, Bd.80, H.2,(1989),pp. 118-122.
- 19) Prasad,P.R., Ray, S., Gaindhar, J.L. e Kapoor, M.L.- **“Mechanical Behaviour of Rheocast Al-Cu Alloy”**, Z.Metallkde, Bd.78, H.7,(1987),pp. 509-512.
- 20) Prasad,P.R., Ray, S., Gaindhar, J.L. e Kapoor, M.L.- **“Microstructure of Rheocast Al-4,5wt%Cu Alloy”**, Z.Metallkde, Bd.78, H.5,(1987),pp. 428-430.
- 21) Prasad,P.R., Ray, S., Gaindhar, J.L. e Kapoor, M.L.- **“Structure Property Correlation in a Rheocast Al-6wt%Cu Alloy”**, Z.Metallkde, Bd.80, H.6,(1989),pp. 428-430.
- 22) Fat-Halla, N., Secordel, P. e Suéry, M. - **“Microostructure and Mechanical Properties of Modified and Nom-Modified Stir-Cast Al-Si Hypoeutetic Alloys”**, Journal of Materials science, vol. 23, 1988, pp.2419-2423.
- 23) Ichikawa, K. e Ishizuka, S. - **“Microstructure and Tensile Properties of Rheocast Al-Cu, Bi-Sn and Bi-Pb Eutetic Alloys”**, Materials Transactions, JIM, vol. 31, n° 1, 1990, pp.75-82.
- 24) **Standard Methods for Tension Testing of Metallic Materials (Metric)**, Designação ASTM E 8M - 86a.
- 25) Seeger, A. - **“Dislocations and Mechanical Properties of Crystals”**, ed. John Wiley & Sons, Inc., New York, 1957.
- 26) Wang, N. Wu, J. e Shu, G. - **“Tensile and Compression Properties os Stircast Al-5wt%Cu and Al-80wt%Zn”**, The 3rd Int. Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, 1994, pp.13-01 a 13-08.

Capítulo VI

Conclusões gerais e sugestões para novos trabalhos

Índice

1 - Conclusões gerais.....	235
2 - Sugestões para novos trabalhos.....	237

1 - Conclusões gerais

Os resultados obtidos neste trabalho permitem concluir que:

- é possível manipular procedimentos produtivos de modo a obter estruturas reofundidas com tamanhos de grãos controlados, por meio de tratamentos isotérmicos de estruturas dendríticas com diferentes tamanhos de grão, quer no estado como fundido, quer deformadas a frio. No primeiro caso estruturas reofundidas mais grosseiras são produzidas do que no segundo caso. Como exemplo, fundidos com dimensões médias de grãos da ordem de 40 a 125 μm podem gerar reofundidos com diâmetros médios de grãos da ordem de 70 a 160 μm , ou da ordem de 15 a 25 μm , para o caso da matéria prima ter sofrido prévia deformação;

- estruturas reofundidas com qualidade superior, em termos de nível de porosidade, grau de globularização e isotropia de grãos e glóbulos são produzidas pelo método de tratamento isotérmico à temperatura superior à *solidus*, de estruturas fundidas ou deformadas, quando comparadas com estruturas reofundidas produzidas por promoção de forças cisalhantes no material em solidificação;

- os mecanismos de globularização de estruturas dendríticas, resultando em reofundidas, envolvem fenômenos de engrossamento naturais em meio líquido ou recristalização seguida de separação destes grãos para o líquido adjacente. Estes fenômenos apresentam elevada cinética na temperatura de tratamento utilizada, sendo necessários tempos da ordem de pouco minutos para a globularização completa da estrutura;

- as estruturas reofundidas assim produzidas apresentam significativas diferenças com relação a estruturas dendríticas: sua unidade microestrutural é agora um glóbulo e não mais uma dendrita. A unidade macroestrutural, grão, pode ser constituída internamente por 1 a 3 glóbulos. Esta unidade microestrutural de reofundidos apresenta dimensões maiores que espaçamentos interdendríticos, unidade microestrutural de fundidos. Como exemplo, para o mesmo tamanho de grão da ordem de 100 μm , o fundido apresenta espaçamento interdendrítico de 10 μm , enquanto o reofundido apresenta glóbulo de 60 μm de diâmetro;

- a distribuição do elemento de liga cobre é também substancialmente diferente na estrutura reofundida, quando comparada com a fundida: as primeiras apresentam contornos espessos e poças de eutético no interior de glóbulos, os quais concentram o elemento nestas regiões, reduzindo o teor em solução na fase primária. Além do mais baixo teor de cobre, a fase primária de reofundidos apresenta maior homogeneidade deste elemento em solução. Esta situação é produzida pelos fenômenos envolvidos na formação da estrutura globular;

- a maior dimensão da unidade microestrutural, os espessos contornos e poças de eutético presentes no reofundido retardam a total solubilização desta fase durante tratamentos para sua dissolução, bem como permitem a manutenção de maior teor de cobre dissolvido na matriz de alumínio, atrasando o envelhecimento por precipitação, quando comparados aos efeitos produzidos em estruturas dendríticas;

- reofundidos apresentam alongamento e de estrição crescentes, e limites de escoamento e de ruptura decrescentes com o aumento do tamanho de grão, da mesma maneira que estruturas dendríticas. Para os materiais globulares, a variação do limite de escoamento com o tamanho de grão obedece relação do tipo de Hall-Petch, também à semelhança do que ocorre com estruturas dendríticas, com coeficientes σ_0 e K refletindo respectivamente a situação da matriz de alumínio (maior valor de σ_0 para maiores valores de cobre em solução ou maior a quantidade de precipitados coerentes) e a dispersão da fase CuAl_2 (maior valor de K para a pior dispersão);

- comparativamente à estruturas dendríticas, reofundidos apresentam, para reduzidos tamanhos de grãos (da ordem de 40-60 μm), valores de alongamento e de estrição superiores; para maiores tamanhos de grãos, estruturas dendríticas superam as reofundidas na capacidade de deformação. Estes fatos são explicados pela maior homogeneidade interna de glóbulos, quando comparados com estruturas dendríticas, permitindo uma maior deformação. Com o aumento do tamanho de grãos, há também engrossamento de contornos na estrutura reofundida, fragilizando o material e provocando a sua ruptura para menores deformações;

- comparativamente à estruturas dendríticas, reofundidos apresentam semelhantes limites de escoamento e de ruptura para, novamente, reduzidos tamanhos de grãos. Com o aumento deste parâmetro, estruturas dendríticas apresentam melhor comportamento mecânico. Este

comportamento é creditado à semelhança de estruturas ultra-refinadas, em termos de inexistência de barreiras internas ao deslocamento de discordâncias; com o aumento do tamanho de grão e consequente espessamento de contornos e poças de eutético no reofundido, este se torna frágil e tem reduzidas suas tensões de escoamento e de ruptura;

- tratamentos de solubilização e envelhecimento em estruturas reofundidas promovem a melhoria de suas propriedades mecânicas, aumentando os valores de todas as propriedades medidas. As mesmas tendências, com relação à variação com o tamanho de grão e com relação à estruturas dendríticas são obtidas, quando comparados reofundidos tratados e não tratados;

- tratamentos de solubilização e envelhecimento permitem maior variação percentual de propriedades em reofundidos, em comparação com fundidos, dada a maior dimensão da unidade microestrutural dos primeiros, o que permite um maior teor de cobre em solução na sua fase globular, evitando super-envelhecimento; sendo assim, a melhor exploração de adequados tratamentos de solubilização e envelhecimento podem permitir a melhor manipulação de propriedades nestes materiais;

- pode-se dizer que, ao apresentar em geral propriedades semelhantes à estruturas dendríticas com o mesmo tamanho de grão, estruturas reofundidas apresentam um importante potencial para o setor produtivo, quando lembradas as vantagens de processamento de materiais semi-sólidos sobre sólidos ou líquidos. Assim sendo, os resultados obtidos neste trabalho asseguram a importância da continuidade da exploração de ligas pastosas globulares.

2 - Sugestões para novos trabalhos

Dado que as características mecânicas de reofundidos e fundidos convergem com a redução do tamanho de grão, seria interessante a análise comparativa de estruturas ultra-refinadas, obtidas por processamento mecânico ou pela adição de inoculantes durante os estágios iniciais de solidificação de ambas as estruturas.

Ampliar a faixa de tamanhos de grãos através de diferentes técnicas, como laminação com diversos graus de deformação, para se ter uma faixa mais ampla e contínua de variação de propriedades.

O trabalho executado não trata da conformação da pasta obtida, apenas de sua caracterização mecânica e metalúrgica. Seriam necessários trabalhos que o complementassem no sentido de se estudar a conformação por tixoforjamento e tixoextrusão destas pastas. Qual a influência dos parâmetros de processamento, tais como temperaturas e tensões empregadas, além dos dispositivos e máquinas e materiais empregados para tal execução.

Estudo das características metalúrgicas e mecânicas do material processado por qualquer processamento de tixoconformação, ou seja, em uma estrutura final.

A utilização de ligas com maiores intervalos de solidificação pode facilitar a produção e processamento de pastas reofundidas, porém qual o efeito da existência de um maior ou menor teor de segunda fase na sua estrutura, propriedades e suscetibilidade a tratamentos de solubilização e envelhecimento? Sugere-se que sejam feitos estudos de processamentos da pasta com teores crescentes de cobre, além de outros elementos de ligas.

Um maior estudo a respeito da cinética de solubilização e de envelhecimento, e seu efeito nas características mecânico-metalúrgicas de materiais reofundidos.