

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR *Luciano Augusto*.....
Lourençato..... E APROVADA
PELA COMISSÃO JULGADORA EM *31.07.2008*


.....
ORIENTADOR

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

**Tixofornabilidade e Tixoforjamento de Ligas
Al-Xwt%Si-0,5wt%Mg em Prensa Excêntrica
com Matriz Aberta**

Autor: Luciano Augusto Lourençato
Orientador: Eugênio José Zoqui

107/2008

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

Tixofornabilidade e Tixoforjamento de Ligas Al-Xwt%Si-0,5wt%Mg em Prensa Excêntrica com Matriz Aberta

Autor: Luciano Augusto Lourençato
Orientador: Eugênio José Zoqui

Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Engenharia de Fabricação

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

Campinas, 2008
S.P. - Brasil

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

L934t Lourençato, Luciano Augusto
Tixofornabilidade e tixofornamento de ligas Al-Xwt%Si-
0,5wt%Mg em prensa excêntrica com matriz aberta / Luciano
Augusto Lourençato.--Campinas, SP: [s.n.], 2008.

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

1. Forjamento. 2. Ligas de alumínio. 3. Propriedades
mecânicas. 4. Viscosidade. 5. Reologia. 6. Tratamento
térmico. I. Zoqui, Eugênio José. II. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Titulo em Inglês: Thixoformability and thixoforming of Al-Xwt%Si-0,5wt%Mg in
an accentric press with matrix-type open alloys

Palavras-chave em Inglês: Thixoforming, Semi-solid materials, Aluminium-sillicon
alloys, Mechanical properties

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Doutor em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: Maria Helena Robert, Roseana da Exaltação Trevisan, Luis
Rogério de Oliveira Hein, Marcelo dos Santos Pereira

Data da defesa: 31/07/2008

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Mecânica

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

TESE DE DOUTORADO

**Tixofornabilidade e Tixoforjamento de Ligas
Al-Xwt%Si-0,5wt%Mg em Prensa Excêntrica
com Matriz Aberta**

Autor: **Luciano Augusto Lourençato**
Orientador: **Eugênio José Zoqui**

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Tese:



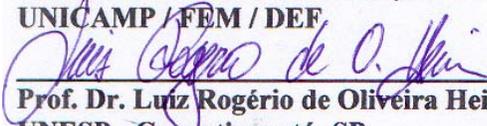
Prof. Dr. Eugênio José Zoqui, Presidente
UNICAMP / FEM / DEF



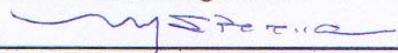
Profa. Dra. Maria Helena Robert
UNICAMP / FEM / DEF



Profa. Dra. Roseana da Exaltação Trevisan
UNICAMP / FEM / DEF



Prof. Dr. Luiz Rogério de Oliveira Hein
UNESP - Guaratinguetá- SP



Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira
UNESP - Guaratinguetá- SP

Campinas, 31 de julho de 2008

Dedicatória:

Dedico este trabalho aos meus pais, Antonio e Edna, que sempre me apoiaram em todos os momentos de minha vida.

Agradecimentos

Sou grato a todas as pessoas que me ajudaram na realização deste trabalho, porém algumas merecem meu agradecimento especial:

Ao Prof. Dr. Eugênio José Zoqui pela orientação nesta tese e, fundamentalmente, pelo apoio, amizade, compreensão e oportunidade dada para realização do trabalho.

À Profa. Dra. Roseana da Exaltação Trevisan, por me ter aberto as portas desta Universidade, permitindo-me iniciar esta caminhada.

Aos inúmeros amigos pertencentes ao Departamento de Engenharia de Fabricação da UNICAMP, com quem tive a grande oportunidade de trabalhar, aprender e desenvolver um vínculo de amizade, principalmente à secretária do departamento e amiga Vera Lúcia, que sempre me ajudou.

Aos meus irmãos e a querida Amabile, que sempre me apoiaram de forma direta e indireta neste trabalho, principalmente minha irmã Lucilaine que me auxiliou na execução do procedimento experimental deste trabalho. Ao meu cunhado Adilson, pela ajuda prestada na execução da matriz.

Aos professores e funcionários do Departamento de Engenharia de Fabricação da UNICAMP, pelo convívio e apoio. Ao Prof. Dr. Antonio Ramirez e ao Conrado, pertencentes ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron.

Ao CNPq pela bolsa e à Fapesp, pelo auxílio financeiro.

Uma boa colheita depende de muita força, trabalho em grupo,
perseverança, paixão e de um bom cultivo.

Resumo

LOURENÇATO, Luciano Augusto, Tixoformabilidade e Tixoforjamento de Ligas Al-Xwt%Si-0,5wt%Mg em Prensa Excêntrica com Matriz Aberta, Campinas,: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2008. 156 p. Tese (Doutorado).

Este trabalho apresenta uma análise da viabilidade do emprego de quatro ligas Al-Si-Mg como matéria-prima tixoconformável, e a utilização destas em tixoforjamento em prensa do tipo excêntrica em matriz do tipo aberta. As quatro ligas Al-Si-Mg, com 1, 2, 4 e 7wt%Si e 0,5wt%Mg, foram produzidas por ultra-refino (adição de Al-5wt%Ti-1wt%B), e a avaliação da tixoformabilidade foi efetuada em quatro etapas distintas: ensaios de globularização sob duas frações sólidas e quatro tempos distintos; ensaios de viscosidade nas mesmas condições; ensaios de tixoforjamento e ensaios de tração da peça tixoforjada. Uma das principais inovações do trabalho é a execução do tixoforjamento em prensa excêntrica com a matriz do tipo aberta. Os resultados mostraram o melhor efeito do refino para ligas com teores de Si inferiores a 4%. A avaliação morfológica realizada, baseada nos valores de RQI, mostrou que não há grande variação morfológica para os distintos tempos de globularização, sugerindo que a liga Al-4,0wt%Si-0,5wt%Mg é a condição mais adequada para o tixoforjamento. A morfologia da fase sólida é o principal fator para o controle do comportamento viscoso. Ligas com menores fs e morfologia globulares apresentam menores valores de viscosidade aparente. Os ensaios de tixoforjamento mostraram que a força necessária em sua execução é praticamente constante, independentemente do tempo de globularização e fração sólida. O maior tempo de tratamento induziu à peça maior quantidade de rebarbas, além de tornar mais difícil a execução. Ligas com 45% de fração sólida apresentaram um melhor preenchimento de matriz. Resultados também mostraram que as ligas tixoforjadas a um menor tempo de

globularização em menor fração sólida apresentaram melhores limites de escoamento. A liga 4wt%Si submetida ao tratamento de globularização com o tempo de 0s para a fs 45% apresentou a melhor morfologia (RQI-0,58), a melhor viscosidade ($1,7 \cdot 10^5$ Pa.s), a melhor tixofornabilidade e bom limite de escoamento (115MPa).

Palavras Chave

- Tixofornamento, Semi-sólido, Ligas de Al-Si-0,5wt%Mg, Propriedades Mecânicas

Abstract

LOURENÇATO, Luciano Augusto, Thixoformability and thixoforming of Al-Xwt%Si-0,5wt%Mg in an eccentric press with matrix-type open alloys. Campinas,: Mechanical Engineering Faculty, State University of Campinas, 2008. 156 p. Thesis (PhD).

This thesis presents an analysis of the feasibility of employment of four Al-Si-Mg alloys as thixoforming raw material, and the use these alloys in thixoforging in an eccentric press using a matrix-type open. The four Al-Si-Mg alloys, with 1, 2, 4 and 7wt% Si and 0.5 wt% Mg, were produced by ultra-refining (addition of Al-5wt% Ti-1wt% B), and the evaluation of the thixoformability was made in four distinct stages: testing the globularization under two solid fractions and four different times; trials of viscosity under the same conditions; thixoforging tests and tension tests of the thixoforged piece. One of the main innovations of the work is the implementation of thixoforging in an eccentric press with the matrix-type open. The results showed the best effect of refining for alloys with lower levels of Si to 4%. The morphological evaluation performed, based on values of RQI, showed that there is little morphological variation to the different times of globularization used, suggesting that Al-4,0wt% Si-0,5wt% Mg is the best condition for thixoforging. The morphology of the solid phase is the main factor for the control of the viscous behavior. Alloys with lower f_s and globular morphology presents lower values of viscosity. Thixoforging tests showed that the force required for its implementation is almost constant, regardless globularization and solid fraction. The longest time of treatment led to a greater overflow in the piece, and more difficult to implement the thixoforging operation. Alloys with 45% of solid fraction had better filling behaviour in the matrix. Results also showed that the thixoforged pieces with lower globularization time and lower solid fraction had higher yield strain. The 4wt% Si alloy subjected to the globularization treatment at time of

Os for 45% fs presented the best morphology (RQI-0.58), the best viscosity ($1.7 \cdot 10^5 \text{Pa.s}$), the best and good thixoformability behaviour and the a good yield strain (115MPa).

Key Words

- Thixoforming, Semi-solid Materials, Aluminium-Silicon Alloys, Mechanical Properties.

Índice

Dedicatória:	iv
Agradecimentos.....	v
Resumo.....	vii
Abstract	ix
Índice.....	xi
Lista de Figuras	xiv
Lista das Tabelas	xviii
Lista das Equações	xx
Nomenclatura	xxii
Capítulo 1 - Introdução e Objetivos	1
Capítulo 2 - Fundamentos Gerais.....	4
2.1 - Mecanismos de solidificação tradicionais	6
2.1.1 - Nucleação.....	7
2.1.2 - Crescimento	8

2.2 - Macroestrutura de solidificação de produtos fundidos	9
2.2.1 - Zona coquilhada.....	9
2.2.2 - Zona colunar	10
2.2.3 - Zona equiaxial.....	11
2.3 - Ligas Al-Si	11
2.3.1 - Microestruturas de solidificação	14
2.3.2 - Segregação: microsegregação e macrossegregação	15
2.3.3 - Solidificação em equilíbrio	16
2.3.4 - Solidificação fora do equilíbrio	18
2.3.5 - Solidificação no estado semi-sólido.....	19
2.4 - Refino de alumínio.....	19
2.4.1 - Teorias para adição do titânio	22
2.4.2 - Refino por adição de boro.....	27
2.4.3 - Refino por adição de titânio + boro	30
2.4.4 - Resultados experimentais sobre refino de grãos com a utilização ligas-mãe e outros elementos.....	35
2.5 - Tecnologia utilizada para produção do material semi-sólido	41
2.5.1- No decorrer da solidificação	43
2.5.2 - Por refusão parcial	46

2.5.3 - Caracterização de estruturas reofundidas.....	48
2.6 – Processos de conformação do material semi-sólido.....	56
Capítulo 3 - Procedimento Experimental	60
3.1 - Produção das ligas.....	61
3.2 - Caracterização da fração sólida e tratamento de globularização	67
3.3 - Teste de compressão a quente - caracterização da viscosidade	74
3.4 - Projeto e execução da matriz - montagem e aferição da matriz para tixoforjamento.....	76
3.5 - Tixoforjamento e execução dos ensaios de tração	84
Capítulo 4 - Resultados e Discussão	87
4.1 - Produção das ligas.....	87
4.2 - Resultados da caracterização da fração sólida e tratamento de globularização.....	92
4.3 - Resultados dos ensaios compressão a quente - caracterização da viscosidade.....	110
4.4 -Pré-ensaios de tixoforjamento - Validação do projeto e matriz executada.....	122
4.5 - Resultados dos ensaios de tixoforjamento e de tração.....	128
Capítulo 5 - Conclusões	140
5.1 - Conclusões	140
5.2 - Sugestões para trabalhos futuros.....	143
Referências Bibliográficas	144

Lista de Figuras

Figura 2.1 - Estrutura dendrítica colunar e dendrítica equiaxial (Goulart, 2005).	7
Figura 2.2 - Estruturas de solidificação em fundição.....	9
Figura 2.3 - Diagrama de fases Al-Si (Warmuzek, 2004).....	13
Figura 2.4 - Tipos de morfologias eutéticas binárias (Kurz, 2002).....	15
Figura 2.5 - Representação esquemática do crescimento dendrítico apontando direções de movimentação do soluto (Garcia, 2001).	16
Figura 2.6 - Diagrama de fase de um sistema eutético binário $k = C_S / C_L$ (Garcia, 2001).	17
Figura 2.7 - Diagrama Al-Ti (MacCartney, 1989).....	23
Figura 2.8 - Esquemática representação do processo de solidificação em corpos de provas de alumínio refinado com silício (“Os estágios do 1° ao 7° representam a progressão da solidificação durante o resfriamento”) (Guzowski, 1987).	25
Figura 2.9 - Análise do tamanho de grão no refino de grão de uma liga Al-7Si com diferentes níveis de adição de Ti e B usando ligas mãe após um tempo de retenção de a) 5 e b) 120 min (Kori, 2000).....	36
Figura 2.10 - Efeito do silício sobre o refino de grão em uma liga refinada Al-Si - 0,2 wt% Al-5wt%Ti-1wt%B, com tempo de retenção 10 min (Abdel-Reihin, 1987).....	37

Figura 2.11 - Tamanho de grão nas ligas em função da composição: C= Grosso; MC= Grosso-Médio; M= Médio; MF= Médio-Fino; F= Fino; VF= Verdadeiramente-Fino (Mancantonio e Mondolfo, 1971).	39
Figura 2.12 - Efeito do nível do Mg no tamanho de grão de uma liga Al-7wt%Si refinada com 0,2wt% de Al-5wt%Ti-1wt%B (Murty, 1999).....	40
Figura 2.13 - Dispositivos de agitação mecânica: a) Reator Tipo Viscosímetro; b) Reator com Rotor; c) Reator com Propulsor (Flemings, 2000; Prasad, 1982; Mehrabian, 1975).....	45
Figura 2.14 - Diagrama esquemático do processo <i>thixomolding</i> (JSW, 2008)	48
Figura 3.1 - Fluxograma esquemático da seqüência adotada para execução do procedimento experimental.....	62
Figura 3.2 - Forno resistivo do tipo poço (A); vazamento da liga (B).....	66
Figura 3.3 - Equipamento de polimento VibroMet.....	69
Figura 3.4 - Microscópios adotados para caracterizações metalográficas.	71
Figura 3.5 - Exemplo da hipótese assumida para o relacionamento entre glóbulo e grão: a) até e) evolução morfológica (Flemings, 1991); f), g) e h) esquema de possíveis estruturas finais; AA' até EE' cortes para a caracterização metalográfica; i), j) e k) cortes contendo o número de glóbulos contados na microestrutura e o número de grãos contados na macroestrutura...73	73
Figura 3.6 - Ilustração da amostra antes e após a realização do ensaio de compressão a quente. .76	76
Figura 3.7 - Peça idealizada para tixoforjamento.....	78
Figura 3.8 - Esquema do conjunto de matrizes produzidas para tixoconformação.....	79
Figura 3.9 - Conjunto de equipamentos utilizados para a realização do experimental.....	81
Figura 3.10 - Resistência elétrica empregada no aquecimento das matrizes.	82

Figura 3.11 - Célula de carga, sensor de deslocamento e grampo metálico.	82
Figura 3.12 - Curva de calibração da célula de carga.	84
Figura 3.13 - Equipamento MTS e fixação do corpo de prova de tração.	86
Figura 4.1 - Curvas de resfriamento das ligas Al-Si-0,5wt%Mg.	88
Figura 4.2 - Microestrutura e macroestrutura de fundição.	90
Figura 4.3 - Curvas de transformação obtidas pelo software Thermo-Calc.	93
Figuras 4.4 - Curvas apresentadas pelo equipamento DSC.	94
Figura 4.5 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 1wt%Si com 45%fs.	98
Figura 4.6 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 2wt%Si com 45%fs.	99
Figura 4.7 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 4wt%Si com 45%fs.	100
Figura 4.8 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 7wt%Si com 45%fs.	101
Figura 4.9 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 1wt%Si com 60%fs.	102
Figura 4.10 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 2wt%Si com 60%fs.	103
Figura 4.11 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 4wt%Si com 60%fs.	104

Figura 4.12 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 7wt%Si com 60%fs.	105
Figura 4.13 - Tamanho de glóbulo e de grão em função do tempo de globularização.	107
Figura 4.14 - Valores de RQI em função dos tempos de globularização.	110
Figura 4.15 - Curvas de tensão versus deformação para a fs de 45% em diferentes t_{GL}	112
Figura 4.16 - Curvas de tensão versus deformação para a fs de 60% em diferentes t_{GL}	114
Figura 4.17- Curvas de Viscosidade Aparente versus Taxa de Cisalhamento para 45%fs nos diferentes tempos de globularização.	118
Figura 4.18- Curvas de Viscosidade Aparente versus Taxa de Cisalhamento para 60%fs nos diferentes tempos de globularização.	119
Figura 4.19 - Viscosidade aparente em função do parâmetro RQI para 50 e 60%fs nos diferentes tempos de tratamento para cada liga estudada.	121
Figura 4.20 - Gráfico do efeito do Tempo de Globularização sobre a Viscosidade Aparente.	122
Figura 4.21 - Peças iniciais tixoforjadas para determinação das dimensões do tarugo de tixoforjamento.	125
Figura 4.22 - Microestrutura da liga Al-7.0wt%Si-0.5wt%Mg apresentada na posição esquerda (a), na área perto da curva (b), na área central (c), e na área transversal (d)	127
Figura 4.23 - Peças tixoforjadas com 45% e 60%fs com t_{GL} de 0s.	131
Figura 4.24 - Peças tixoforjadas com 45% e 60%fs com t_{GL} de 210s.	132
Figura 4.25 - Curvas tensão versus deformação para as distintas interações entre tipos de liga, fração sólida e tempos de globularização.	135

Lista das Tabelas

Tabela 3.1 - Composição química de cada liga segundo seu fabricante.	63
Tabela 3.2 - Equacionamento para a produção de 6 [kg] de liga.	64
Tabela 3.3 - Quantidade necessária em massa de cada liga para compor as ligas produzidas.	64
Tabela 3.4 - Faixa de composição química aceitável para cada liga.	67
Tabela 3.5 - Hipotético número de grãos e número de glóbulos obtido pelo uso do método dos interceptos.	74
Tabela 3.4 - Especificações técnicas da célula de carga e do sensor de deslocamento.	83
Tabela 4.1 - Composição química das ligas.	89
Tabela 4.2 - Tamanho de grão e de glóbulo das ligas fundidas.	91
Tabela 4.3 - Parâmetros adotados para cálculo das f_s por Scheil.	93
Tabela 4.4 - Temperaturas de f_s obtidas da caracterização da fração sólida.	94
Tabela 4.5 - Caracterização morfológica das ligas estudadas.	97
Tabela 4.6 - Parâmetros de quantificação do efeito de globularização.	109
Tabela 4.7 - Resultados dos ensaios de compressão.	115

Tabela 4.8 - Resumo dos resultados da μ_p dos ensaios de compressão.....	120
Tabela 4.9 - Dimensões sugeridas do <i>blank</i> para tixoconformação.....	124
Tabela 4.10 - Dimensões estabelecidas para realização dos ensaios de tixoforjamento.....	128
Tabela 4.11 - Valor médio da força máxima ao decorrer do processo de tixoforjamento.....	129
Tabela 4.12 - Propriedades mecânicas das condições estudadas.....	136
Tabela 4.13 - Resumo dos resultados de propriedades mecânicas encontradas na literatura.....	139

Lista das Equações

Equação 2.1 13

Equação 2.2 17

Equação. 2.3 17

Equação 2.4 18

Equação 2.5 18

Equação. 2.6 18

Equação 2.7 18

Equação 2.8 18

Equação 2.9 19

Equação 2.10 19

Equação 2.11 50

Equação 2.12 50

Equação 2.13 50

Equação 2.14	51
Equação 2.15	51
Equação 2.16	51
Equação. 2.17	51
Equação 2.18	52
Equação 2.19	53
Equação 2.20	53
Equação 2.21	53
Equação 2.22	54
Equação 2.23	54
Equação 2.24	54
Equação 2.25	55
Equação 2.26	55
Equação 2.27	55
Equação 2.28	55
Equação 2.29	55
Equação 2.30	56

Nomenclatura

Letras Latinas

f_s	Fração sólida
wt%	Weight percent
°C	Graus Celsius
C_s	Composição de soluto no sólido
C_L	Composição de soluto no líquido
k	Coefficiente de distribuição no equilíbrio
D_s	Difusão ideal no sólido
D_L	Difusão ideal no líquido
C_0	Concentração inicial
T	Temperatura
T_{liq}	Temperatura <i>liquidus</i>
f_s	Fase sólida
f_l	Fase líquida
T_f	Temperatura de fusão do metal puro
mm	milímetros
rpm	Rotações por minuto
h	Altura
h_0	Altura inicial
h_f	Altura final
P	Pressão de compressão
F	Força aplicada
v	Volume da amostra

t	Tempo
m	Constante de proporcionalidade
n	Power-Law Index
F_g	Fator de forma
S_v	Área da superfície curva da fase primária
N_A	Número de grãos por unidade de área
A	Área
A_α	Área da fase sólida
$L_{\alpha 1}$	Soma do perímetro primário
F_α	Fração sólida
N_L	Número de interfaces sólido/líquido
R	Aspecto raio
P	Perímetro
d_α	Diâmetro equivalente
x	Elongation factor
a	Largura
b	Altura
z	<i>Surface Factor</i>
f_{sc}	Contigüidade
C_s	Contigüidade da fase sólida
g	Gramas
mV	MiliVolts
mA	MiliAmpère
kN	QuiloNewton
e	Deformação de engenharia
t_{GL}	Tempo de globularização
HRC	Rockel C
D_o	Diâmetro inicial
Pa.s	Pascal x Segundos
SF	<i>Fator de Forma</i>

Letras Gregas

μ	Mícron
σ	Tensão
μ_p	Viscosidade aparente
π	PI
γ_{av}	Taxa média de cisalhamento
γ	Taxa de cisalhamento
σ_e	Limite convencional de escoamento
σ_m	Tensão média
ε	Alongamento
σ_{max}	Tensão máxima

Abreviações

SSM	Material sob o estado semi-sólido
ABAL	Associação Brasileira do Alumínio
FF	Fator de forma
CSF	Circularity Shape Factors
SEM	Eletromagnetic stirring
RQI	<i>Rheocast Quality Índice</i>
GLS	Tamanho de glóbulo
GS	Tamanho de grão
ATD	Análise térmica diferencial
MTS	Machine Testing System
LRT	Limite de resistência à tração

Capítulo 1

Introdução e Objetivos

Atualmente, as indústrias possuem um grande interesse em desenvolver novos processos de fabricação, sempre com o objetivo de reduzir as etapas produtivas e a quantidade de matéria-prima para obtenção do produto final. As exigências para fabricação de produtos ficam cada vez mais severas, devido à complexidade geométrica das peças, assim como o nível de qualidade desejada. Reduzir o peso do produto acabado, para obtê-lo mais próximo de sua geometria final (*near net shaping*), eliminando etapas posteriores de usinagem, vem auxiliando a indústria na redução do custo final do produto. Conseqüentemente, esse processo gera um considerável lucro, de forma que indústria continue motivada a competir, ou, pelo menos, continue sobrevivendo de forma crescente no mercado competitivo dos dias atuais. Com o objetivo de atender às necessidades dos mercados, pesquisas vêm sendo desenvolvidas para aperfeiçoar os antigos processos de produção ou, até mesmo, para criar novos processos de fabricação.

Os antigos ou clássicos processos de fabricação podem ser divididos em:

- Processos mecânicos - são aqueles que modificam as propriedades dos materiais sob o estado sólido, por intermédio de tensões externas (forjamento, extrusão, laminação, usinagem e outros).
- Processos metalúrgicos - são aqueles que modificam as propriedades do material, sob o estado líquido ou não, a partir do emprego de altas temperaturas (fundição, tratamentos térmicos, sinterização e outros). Dentre os processos que se destacam nesta tecnologia, temos o processo denominado de tixoconformação que é uma nova tecnologia dentro do campo de processos metalúrgicos de fabricação, desenvolvida inicialmente pela equipe de Merton Flemings

(Flemings, 1974; Flemings, 1976; Spencer, 1972) por volta de 1970. Esse processo de fabricação, inicialmente denominado de reofundição, permite a obtenção de componentes a partir do material sob o estado semi-sólido (SSM). Dentre um dos processos que se destacam nesta tecnologia, temos o processo denominado de tixoforjamento.

O tixoforjamento oferece possibilidades promissoras de conformação quando utilizada a matéria prima com altas frações sólidas ($f_s \geq 55-60\%$). Esse processo é similar ao forjamento, porém possui algumas vantagens sobre o processo convencional de forjamento a quente, tais como: baixa carga de conformação; possibilidade de utilização de equipamento de pequena escala para conformação; diversificada seleção de materiais; produtos com baixa ocorrência de defeitos e possibilidade de conformação em *near net shape* (Kang, 2004). No entanto, há poucos trabalhos na literatura especializada que tratam do assunto, assim como não foram encontrados trabalhos que relatassem o tixoforjamento em prensas excêntricas com a utilização de matriz aberta.

As ligas utilizadas para produção de peças com SSM são limitadas nas comumente em fundição convencional. Geralmente, conforme constatado na literatura, as ligas de alumínio amplamente empregadas e estudadas como SSM são: A356 e A357 (Fan, 2002; Atkinson, 2005; Figueredo, 2001). Constata-se que existe uma grande lacuna no mercado referente a tipos de ligas disponíveis para utilização em processos que utilizem SSM. Grandes esforços vêm sendo realizados para desenvolver e testar diferentes tipos de ligas de alumínio com o intuito de expandir a gama de ligas possíveis de serem utilizadas em processos que já empregam o SSM como matéria-prima. Dessa forma, procurou-se contribuir neste trabalho com o desenvolvimento de novas ligas para o emprego em tixoconformação.

Assim, esta tese possui como objetivo contribuir com o desenvolvimento tanto do processo de tixoforjamento em matriz aberta, utilizando uma prensa excêntrica, como na técnica de obtenção de novas ligas, o que possibilitará a utilização dessas ligas para outros processos da linha de SSM. Para realizar o tixoforjamento foi necessário executar todo o projeto da matriz, sendo necessário construir, otimizar o experimental e aferir todo o conjunto de execução do trabalho. Testes preliminares foram executados, visando a eliminação de fontes inerentes de

dispersão nos ensaios, para garantir a linearidade e repetibilidade de todas as condições ensaiadas.

A primeira etapa de execução do trabalho foi a escolha das ligas e sua fabricação. Adotou-se para este estudo avaliar o comportamento de quatro novas ligas distintas Al-Si, fabricadas em nosso próprio laboratório via fundição convencional seguida da técnica de ultra-refino. As ligas avaliadas, foram:

- Al-1,0wt%Si-0,5wt%Mg;
- Al-2,0wt%Si-0,5wt%Mg;
- Al-4,0wt%Si-0,5wt%Mg;
- Al-7,0wt%Si-0,5wt%Mg.

Na segunda etapa do trabalho, avaliaram-se essas ligas quanto à sua evolução morfológica, sob a fração sólida de 45% e 60%, em quatro tempos distintos de globularização, ou sejam: 0s, 30s, 90s e 210s.

Sob as mesmas condições de evolução morfológica, foi executada a terceira etapa do trabalho, na qual foram realizados ensaios de compressão a quente, para avaliar o comportamento viscoso das ligas.

Após os ensaios de viscosidade, executou-se a quarta parte do trabalho, que teve como objetivo aferir e determinar as condições finais para a execução do tixoforjamento, em cujo processo foram adotados somente os tempos extremos da evolução morfológica, de 0s e 210s.

Para finalizar, na quinta etapa, foram executados ensaios de tração nos corpos de prova tixoforjados, com o objetivo de caracterizar algumas propriedades mecânicas dos produtos obtidos no tixoforjamento.

Capítulo 2 - Fundamentos Gerais

Nesta última década, a indústria automobilística tem sido a principal patrocinadora do desenvolvimento de novos processos de produção de peças via SSM. Milhões de componentes são anualmente fabricados. A utilização do alumínio nos automóveis, primariamente sob a forma fundida, aumentou drasticamente devido à necessidade de se produzir componentes com alta resistência mecânica, baixo peso e alta confiabilidade. Assim, é neste nicho de mercado que o desenvolvimento de tecnologias de produção de peças via SSM tem-se tornado importante (Figueredo, 2001; Atkinson, 2005).

Como na maioria dos processos de fabricação, os SSMs apresentam certas vantagens e desvantagens. No caso da tixotomização, comparado com o processo de fundição em matriz, são elas (Atkinson, 2005):

➤ **Vantagens:**

a) Eficiência energética - O metal não permanece sob o estado líquido por longos períodos de tempo, diminuindo assim o consumo de energia.

b) Alta produtividade - é similar ou superior ao processo de fundição por pressão.

c) Facilidade no preenchimento - essa característica é devido ao seu comportamento viscoso, o qual auxilia na ausência de aprisionamento de ar (*air entrapment*) e na diminuição da porosidade causada pela contração, permitindo o emprego desta tecnologia na produção de peças de alta integridade e em processos que necessitam de ligas tratáveis termicamente de alta resistência.

d) Baixa temperatura no processamento - a utilização de baixa temperatura no processamento reduz o choque térmico sob a matriz. Isso promove um aumento na vida útil da matriz e permite o emprego de materiais não tradicionais em sua confecção, tais como o

processamento de ligas com altos pontos de fusão, como os aços e estilita, que são difíceis de se conformar por outros meios.

e) Confecção de matrizes de forma mais simples - devido as matrizes trabalharem em menor temperatura é possível fabricá-las por intermédio de uma rápida prototipagem.

f) Formação da microestruturas - são finas e uniformes, sob a forma equiaxial ou de rosetas que auxiliam no aumento das propriedades mecânicas.

e) Redução de defeitos - redução de trincas de solidificação e porosidade.

f) Otimização do acabamento superficial.

➤ **Desvantagens:**

a) Alto custo do material primário - devido ao reduzido número de fornecedores e ao emprego de um complicado e sofisticado processo para obtenção da liga primária de SSM.

b) Pouco conhecimento do processo - isso ajuda a potencializar os altos custos do desenvolvimento do processo.

c) Necessidade de mão-de-obra especializada - inicialmente, embora em menor parcela, requer pessoal com alto nível de treinamento e habilidade, se comparado com os processos tradicionais de fabricação.

d) Controle de temperatura - a fração sólida e viscosidade são diretamente dependentes da temperatura. Ligas com uma estreita faixa de temperatura sob o estado semi-sólido requerem um cuidadoso controle na temperatura e sofisticado equipamento para seu aquecimento.

Conforme a abordagem feita anteriormente, uma das grandes desvantagens do processo de tixoconformação, considerada um fator limitador para o emprego desta tecnologia, é a difícil obtenção do material sob o estado semi-sólido. Entretanto, conforme a literatura apresentada posteriormente neste capítulo, há uma ampla variedade de processos que possibilitam a obtenção do material sob o estado semi-sólido. Dentre esses, o processo por refusão parcial, realizado com a utilização de refino de grãos combinada com a técnica de resfriamento contínuo, é o processo mais simples para se obter material sob estado semi-sólido desejado. Assim, este trabalho tem como objetivo avaliar o comportamento de ligas de alumínio, obtidas somente por intermédio da técnica de ultra-refino em vazamento convencional, sem utilizar-se a técnica de resfriamento contínuo. No próximo capítulo será abordada toda a literatura sobre essa técnica, que abrange as seguintes etapas:

- Mecanismos de solidificação tradicionais.
- Ligas Al-Si.
- Mecanismos de refino de grão em alumínio.
- Tecnologia de produção do material semi-sólido e sua caracterização.

2.1 - Mecanismos de solidificação tradicionais

A solidificação é um campo complexo que envolve vários aspectos da Físico-Química, da Termodinâmica e da Cristalografia (Kondic, 1973). A estrutura que se forma imediatamente após a solidificação determina as propriedades do produto final, não somente no caso de peças de fundição que já apresentam essencialmente a forma definitiva, mas também naqueles produtos que serão trabalhados para a produção de chapas, fios ou forjados. As características mecânicas desse produto dependem do tamanho de grão, espaçamentos dendríticos, espaçamentos lamelares ou fibrosos, das heterogeneidades de composição química, do tamanho, forma e distribuição das inclusões, das porosidades formadas, etc. Uma vez fixada a composição química da liga metálica, a dinâmica do processo de solidificação é que se encarregará de determinar a microestrutura resultante (Garcia, 2001).

A microestrutura resultante de uma solidificação convencional é a estrutura dendrítica que se desenvolve a partir de duas grandes fases: primeiramente ocorre nucleação de partículas sólidas no líquido e, posteriormente, o crescimento dos núcleos. A estrutura pode ser mais ou menos refinada dependendo da taxa de resfriamento empregada para sua obtenção. Quanto mais rápido for o resfriamento, mais refinada será a estrutura (caso o número de núcleos aumente). Sua formação começa com a instabilidade na interfase sólido/líquido.

Conforme as condições de solidificação, a morfologia dendrítica pode ser coquilhada, colunar ou equiaxial. A razão da variação da morfologia das dendritas, como apresenta-se na Fig. 2.1, requer algumas considerações. Kurs (2002) descreve que inicialmente há o surgimento de um núcleo sólido no líquido, ou na parede do molde. Em curto tempo, eles aumentam seu tamanho e formam uma zona equiaxial externa (ou coquilhada). Em seguida, essas dendritas da zona equiaxial externa podem crescer paralelamente e opostamente à direção do fluxo de calor, qual avança mais rapidamente. Outras orientações tendem ser excessivamente grandes, devido à mútua competição, ajudando na formação da zona colunar. Além desse estágio de crescimento

das dendritas colunares, há o crescimento dos braços dendríticos que se destacaram e crescem independentemente. Estes tendem a ter o formato equiaxial devido seu calor latente ser extraído diretamente no superesfriamento do metal. Essa região solidificada é denominada de zona equiaxial interna. A transição do crescimento de colunar para equiaxial é dependente do grau de convecção no líquido. Nos tópicos apresentados a seguir, é possível entender como ocorre esses mecanismos de solidificação no metal.

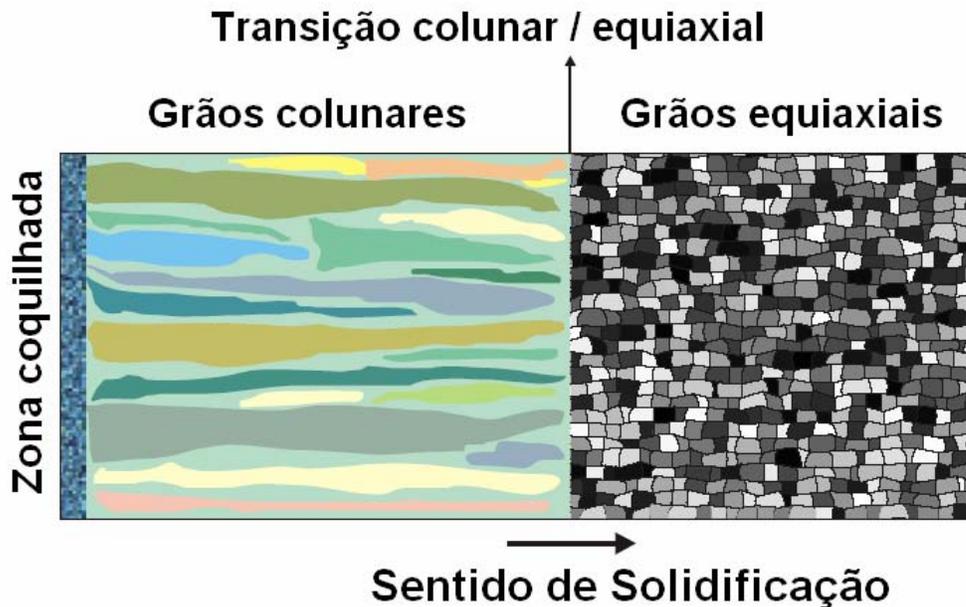


Figura 2.1 - Estrutura dendrítica colunar e dendrítica equiaxial (Goulart, 2005).

2.1.1 - Nucleação

A nucleação pode ser definida como a formação de uma nova fase a partir de outra, em posições específicas, caracterizada por contornos bem definidos que a separam do meio que a gerou. No caso da solidificação, a nucleação envolve a formação de partículas de sólido envolvidas pelo material líquido. As condições que favorecem a ocorrência da nucleação dependem dos aspectos termodinâmicos e das condições cinéticas da transformação. Existem dois tipos de nucleação:

- Homogênea.
- Heterogênea.

Quando o sólido é formado dentro do próprio líquido sem o auxílio de nenhum estimulante energético externo, diz-se que a nucleação é homogênea. No caso dos metais, pode ocorrer o surgimento de regiões de ordenação cristalina de curto alcance, mesmo a temperaturas acima do ponto de fusão. Essas regiões constituem-se de embriões da fase sólida, não são estáveis e podem continuar instáveis mesmo a um certo nível de temperatura abaixo do ponto de fusão (Kurs, 2002, Amauri, 2001).

A formação de um núcleo de tamanho crítico pode sofrer uma ação catalizadora por meio da presença, no volume de líquido, de superfícies adequadas e de natureza diversa no líquido. O agente catalizador da nucleação pode ser tanto partículas sólidas em suspensão no líquido, paredes de molde, uma película de óxido na superfície do líquido ou elementos ou compostos inseridos propositadamente (como os refinadores de grão). Nessas condições, a nucleação tem início exatamente nessas partículas estranhas ao sistema e é denominada de nucleação heterogênea. Esses agentes atuam como facilitadores energéticos do processo de nucleação (Garcia, 2001; Kurs, 2002).

2.1.2 - Crescimento

Os núcleos sólidos são criados no decorrer da fase de nucleação que irão crescer. Sua morfologia esférica inicial torna instável e se transforma em morfologia dendrítica. As dendritas crescem até se tocarem.

O desenvolvimento da microestrutura durante a solidificação é fortemente dependente da estabilidade na interface sólido-líquido. Após iniciar a fase de crescimento, uma instabilidade local, na frente de solidificação, desenvolve-se originando as dendritas. Assim, se o gradiente de temperatura imposto pelo resfriamento à interface sólido-líquido for inferior ao gradiente de temperatura do líquido, sobre uma certa distância, tem-se a presença de uma zona chamada de zona de super-resfriamento constitucional. De fato, a temperatura do líquido é inferior à temperatura *liquidus*. Há, portanto a formação de perturbações ou protuberâncias locais. A obtenção de uma estrutura dendrítica ocorre a partir de duas etapas:

- No crescimento de perturbações sob a forma de células.
- Na passagem da morfologia celular para a morfologia dendrítica, em que há o crescimento de dendritas segundo as direções cristalográficas preferenciais e a evolução para uma geometria

mais ramificada. As dendritas podem ser de diversos tipos: orientadas ou ramificadas (Rouff, 2003).

2.2 - Macroestrutura de solidificação de produtos fundidos

A estrutura bruta de solidificação de uma maneira geral pode ser discutida a partir das macroestruturas observadas em lingotes. Essa macroestrutura do produto fundido pode ser composta por três zonas distintas mais ou menos desenvolvidas conforme o material e as condições de fundição. Neste caso, pode haver a formação de uma zona coquilhada, uma zona colunar e uma zona equiaxial, dependendo das condições de resfriamento. A Figura 2.2 ilustra as macroestruturas de solidificação num lingote de Al-Si sem refinador vazado em molde de areia no laboratório da UNICAMP.

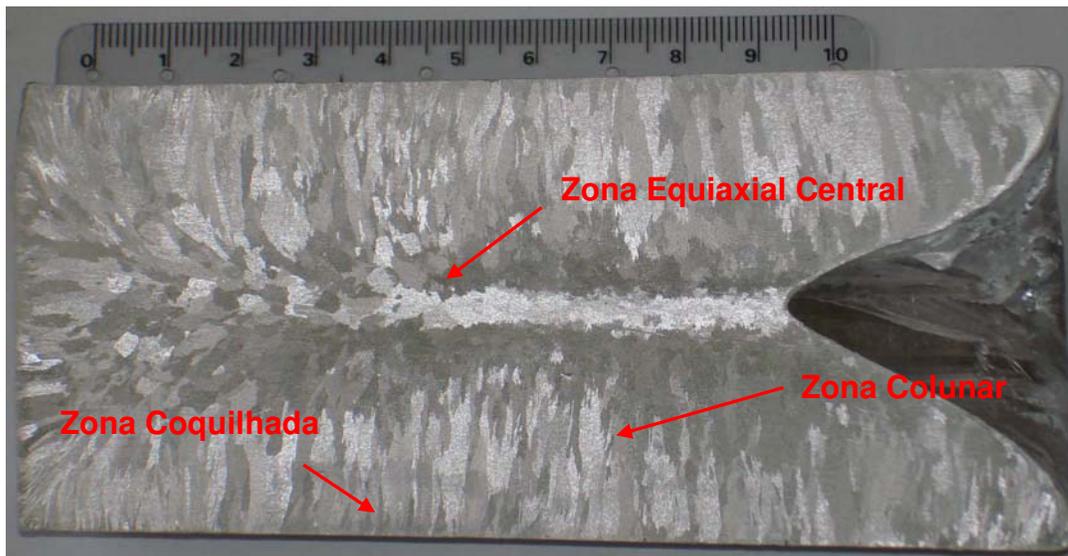


Figura 2.2 - Estruturas de solidificação em fundição.

2.2.1 - Zona coquilhada

Quando o metal líquido é vazado em uma lingoteira, a parte que entra em contato com as paredes frias da lingoteira é rapidamente super-resfriada, e, nessa fina camada de líquido super-resfriado, ocorre uma nucleação intensa de grãos cristalinos de orientação aleatória. Esta zona não ocupa, em geral, mais do que uma espessura de milímetros formada por pequenos grãos com orientações cristalina aleatória, situada geralmente na parede do molde. O tamanho desta zona depende de uma série de fatores dentre os quais podem-se citar as propriedades termofísicas do

material do molde, o coeficiente de transferência de calor metal/molde e a temperatura de vazamento do molde. Quando o metal é vazado com um alto grau de superaquecimento e as paredes do molde estão frias, somente uma camada fina de líquido consegue atingir temperaturas abaixo da temperatura de nucleação e conseqüentemente só ocorre a formação de uma pequena zona coquilhada. Com o vazamento do líquido bastante próximo da temperatura de transformação, já se consegue uma zona coquilhada maior, mas, se o molde sofre um pré-aquecimento antes do vazamento, essa zona poderá ser imperceptível ou inexistente. Da mesma forma se o superaquecimento do metal líquido for excessivo a ponto de provocar a refusão de grande parte dos cristais nucleados, não ocorrerá a formação da zona coquilhada. Quando o molde apresentar uma alta difusividade de calor, o calor é extraído mais rapidamente provocando a formação de uma maior densidade de núcleos em um volume maior de líquido. Se o metal líquido apresentar baixa difusividade térmica haverá um efeito similar, já que levará mais tempo para que o líquido, super-resfriado pelo contato inicial com as paredes frias, sofra um aquecimento decorrente do calor latente liberado na transformação. O efeito da composição deve também ser considerado, já que a rejeição de soluto diminui a velocidade de crescimento dendrítico para um determinado super-resfriamento, e, em conseqüência da maior presença de soluto, ocorre uma maior tendência de formação de núcleos. Se a parede do molde não for um nucleante eficiente e o líquido tiver partículas que se constituam em substratos nucleantes eficazes, então a nucleação ocorrerá somente no líquido e não nas paredes do molde (Garcia, 2001, Ferreira, 1999, Kurs, 2002).

2.2.2 - Zona colunar

O calor latente de solidificação liberado, associado ao calor que flui do líquido aquecido em direção ao molde, remove o super-resfriamento do metal líquido inicialmente existente nas proximidades das paredes do molde, e a taxa de resfriamento diminui rapidamente. Como o líquido no centro da lingoteira está a temperaturas acima da temperatura de transformação (temperatura de fusão ou temperaturas *liquidus*), não poderá ocorrer a formação de grãos nessa região nesses instantes iniciais, portanto, os únicos grãos que se desenvolverão são aqueles que estão crescendo a partir das paredes do molde e em direção ao líquido. Desses grãos, aqueles que tiveram direções de crescimento mais coincidentes com a direção de extração de calor, ou seja, perpendicularmente à parede do molde, crescerão mais rapidamente porque a direção preferencial

de dendrítico é próxima dessa direção, e têm sua secção transversal aumentada à medida que a frente de solidificação vai se afastando do molde. Os grãos que não tiverem direções favoráveis de crescimento serão bloqueados e impedidos de continuar a crescer, dando origem a uma região denominada de zona colunar. No caso de solidificação de ligas, essa região é caracterizada por um crescimento de dendritas orientadas em equilíbrio térmico com o líquido que as envolvem, e crescem tão rapidamente quanto o calor latente possa fluir para as paredes do molde.

Uma comparação entre os tamanhos da zona coquilhada e equiaxial pode ser vista na Figura 2.2 para o caso de uma liga de alumínio. O tamanho da zona colunar aumenta à medida que maiores temperaturas de vazamento são utilizadas, e, como regra geral, diminui com o aumento do teor de soluto da liga. O aquecimento prévio do molde antes do vazamento do metal líquido pode provocar um efeito semelhante ao do superaquecimento (Garcia, 2001).

2.2.3 - Zona equiaxial

O crescimento dos cristais colunares em direção ao centro do lingote continua enquanto o calor é progressivamente retirado por condução por intermédio do sólido conduzido ao molde. Por outro lado, o líquido na região central do molde também pode tornar-se super-resfriado tanto por efeito térmico quanto constitucional, e isso ocorrendo qualquer embrião sólido que surgir pode crescer aleatoriamente, na forma de cristais conhecidos como equiaxiais. Dessa forma o crescimento da zona colunar pode ser bloqueado pela formação de uma zona equiaxial central (Garcia, 2001).

A zona equiaxial poder ser totalmente ausente em produtos fundidos de pequena secção. É uma região composta de pequenos grãos no centro do molde como resultado da nucleação de cristais ou da migração de fragmentos de braços dendríticos (arrastados para o centro por correntes de convecção do líquido). Essa é a zona mais propícia para a formação de uma estrutura dita globular devido a geometria das dendritas de solidificação. Essa é considerável a zona mais segregada (Rouff, 2003).

2.3 - Ligas Al-Si

Ligas binárias Al-Si são largamente utilizadas industrialmente, seja para fundição em areia ou em moldes permanentes, por gravidade ou compressão, ou pelos processos de

tixoconformação. A adição do silício no alumínio puro tem como objetivo dar alta fluidez no metal líquido, melhorando assim a alimentação no molde e, ao diminuir a contração, sua resistência ao surgimento de trincas de contração. Essas ligas industriais baseadas neste sistema binário se dividem em 3 grupos: hipoeutéticas, eutéticas e hipereutéticas.

As ligas binárias simples são constituídas por cristais de alumínio endurecidos por átomos de silício em solução sólida e por micro-dispersão de uma segunda fase, essencialmente formada por cristais duros e frágeis de silício. Ligas eutéticas são amplamente utilizadas em decorrência de suas boas propriedades de fundição e boa combinação de resistência e outras propriedades funcionais. A resistência de uma liga eutética é, em grande parte, controlada pela fina dispersão de partículas de silício numa matriz dúctil, havendo, portanto, a necessidade do refino do silício por adição de sódio e/ ou resfriamento rápido. As ligas hipoeutéticas contêm menor número de cristais de silício, mas a matriz pode ser envelhecida se a liga contém uma pequena porção de magnésio. Magnésio e silício podem formar uma fase intermetálica de endurecimento de Mg_2Si que precipitam na matriz de α -alumínio aumentando o limite de escoamento. O composto intermetálico Mg_2Si pode ser dissolvido e dispersado na matriz pelo tratamento de solubilização seguido de envelhecimento, constituindo, assim, uma liga mais resistente que quaisquer das ligas binárias, preservando ainda boas propriedades de fundição. A máxima quantidade de magnésio que pode ser dissolvido na presença simultânea de α -alumínio e Mg_2Si é entre 0,45 wt% e 0,75 wt% em 555°C. Pequenas quantidades de magnésio podem ser adicionadas à liga eutética a fim de obter uma liga tratável termicamente similar à liga hipoeutética. Por outro lado, pequenas adições de níquel e cobre transmitem características de baixa expansão no aquecimento. Ligas Al-Si que não contém adições de cobre são usadas quando se deseja melhor fundibilidade e boa resistência à corrosão. O magnésio pode agir como um substituto do cobre (Kondic, 1973, Ogris, 1975).

Makhlouf (2001) descreve que o diagrama de fase Al-Si foi recentemente revisado por Muray e McAlister. O sistema é um simples eutético binário com limitada solubilidade do alumínio no silício e limitada solubilidade do silício no alumínio. A solubilidade do silício no alumínio atinge no máximo 1.5 at.% na temperatura eutética, e a solubilidade do silício aumenta com a temperatura para 0,016 wt% Si em 1190°C (Makhlouf, 2001). A solubilidade sólida do

silício no alumínio diminui para 1.3 wt% em 550°C, 0,8 wt% em 500°C, 0,29 wt% em 400°C e 0,05-0,008 wt% em 250°C. A Figura 2.3 ilustra o diagrama de fases Al-Si.

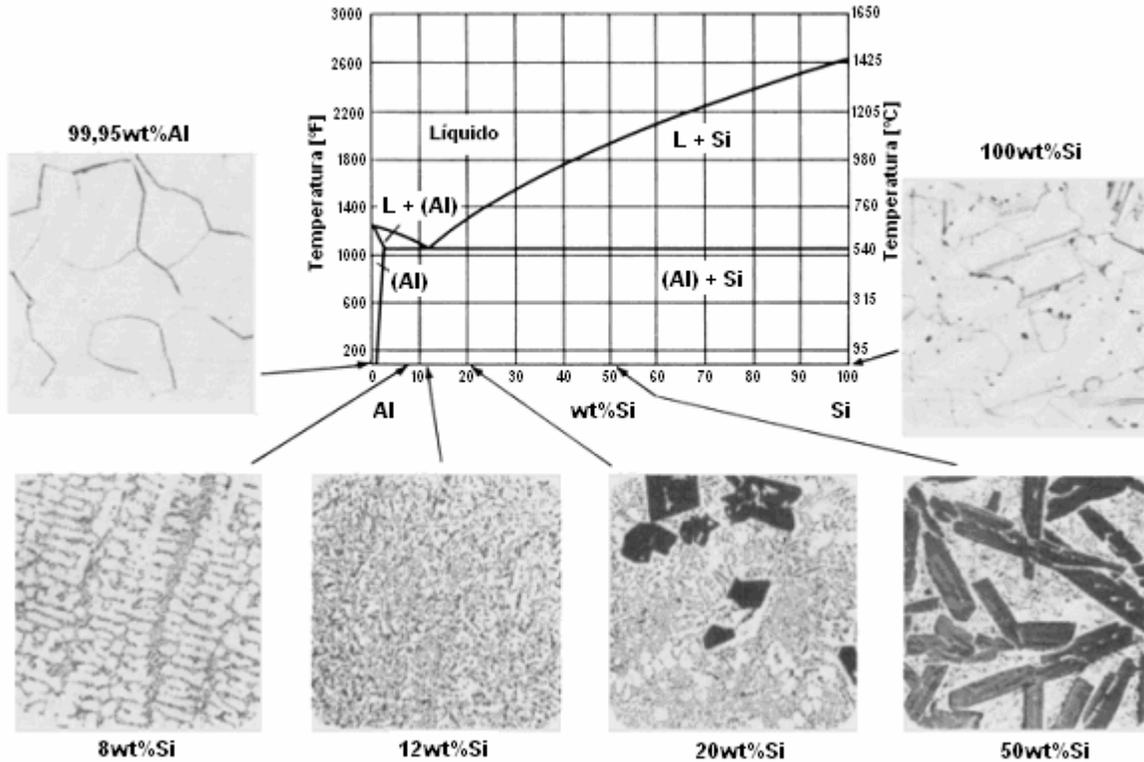


Figura 2.3 - Diagrama de fases Al-Si (Warmuzek, 2004).

Os sistemas eutéticos são caracterizados pela reação eutética, isto é, decomposição isotérmica de uma fase líquida em duas sólidas durante a solidificação e reação inversa na fusão. Há, portanto, somente uma constante reação neste diagrama, denominada:



Equação 2.1

Na equação 2.1, L é a fase líquida, α é predominantemente o alumínio, e β é predominantemente o silício. Como se constata no diagrama de fases, a reação eutética ocorre em 577°C e com a porcentagem de silício de 12,6 wt%. No diagrama ilustrado pela Figura 2.3 se constata que o eutético Al-Si pode formar da seguinte forma:

- Do estado sólido diretamente para o estado líquido, no caso de uma concentração de 12,6 wt% Si (para liga eutética);

- Na presença de alumínio primário no caso de conteúdos de silício < 12,6 wt% (para ligas hipoeutéticas);
- Na presença dos cristais primários de silício no caso de conteúdos de silício > 12,6 wt% (para ligas hipereutéticas).

2.3.1 - Microestruturas de solidificação

Tipicamente as estruturas de ligas binárias se formam pelo crescimento simultâneo de duas fases no líquido; desta maneira elas podem exibir variadas microestruturas que podem ser classificadas de acordo com dois critérios (Makhlouf, 2001):

- Morfologia lamelar versus fibrosa de fases individuais, e;
- Crescimento regular versus irregular de fases individuais.

A Figura 2.4 ilustra os tipos de morfologias eutéticas em ligas binárias, fibrosa ou lamelar, regular ou irregular. Em geral, quando há igualdade de fração ambas fases ($f \approx 0,5$); situação que é favorecida pela simetria no diagrama de fase, há marcante preferência para formação de estruturas lamelares (como no Pb-Sn). Por outro lado, se uma das fases presentes apresenta pequena fração de volume, há uma tendência de formação de uma fase fibrosa nesta fração (como Cr em NiAl-Cr). Como uma regra prática, unicamente pode-se supor que quando o volume de fração de uma fase estiver entre 0 e 0,25, o eutético será provavelmente fibroso; especialmente se ambas as fases são do tipo não-facetada. Se ele estiver entre 0,25 e 0,5, o eutético tenderá a ser lamelar. Se ambas as fases possuírem uma baixa entropia de fusão, seu crescimento será fácil ao longo e todas as direções cristalográficas e a estrutura resultante será regular (não facetada/não-facetada eutética). Fibras podem tornar-se facetadas se uma fase possuir uma alta entropia de fusão ou quando a interface tiver uma mínima energia existente entre as duas fases. Quando a fase de baixo volume de fração possui uma alta entropia de fusão, como no Fe-C e Al-Si, os eutéticos são do tipo não-facetado/facetado e sua microestrutura será geralmente irregular. Igualmente quando o volume de fração de silício em binária Al-Si é menor que 0,25, o típico eutético Al-Si tenderá a ter uma estrutura lamelar do que uma fibrosa. Atribuí-se isto usualmente a forte anisotropia de crescimento de silício e a relativa baixa energia na interface entre o silício e alumínio (Kurz, 2002).

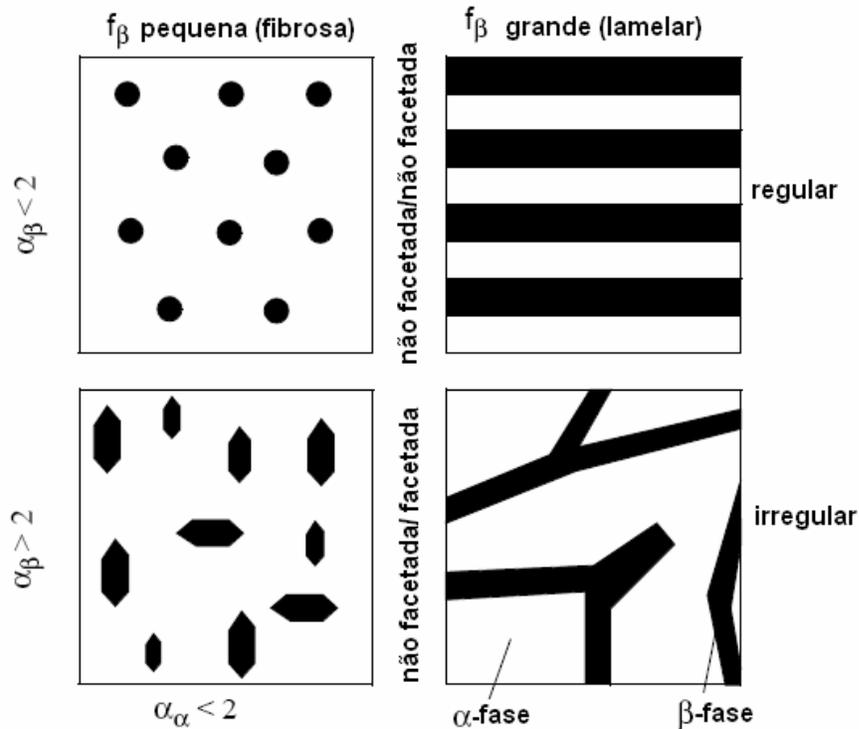


Figura 2.4 - Tipos de morfologias eutéticas binárias (Kurz, 2002).

2.3.2 - Segregação: microsegregação e macrosegregação

A segregação na solidificação pode ser entendida como qualquer diferença de concentração produzida em relação a uma distribuição uniforme de elementos químicos. Ela manifesta-se em uma liga ou em um componente impuro como resultado da rejeição de soluto na fronteira sólido/líquido, seguida por sua redistribuição durante a evolução do processo de solidificação por intermédio de mecanismos de transporte de massa. O líquido enriquecido de soluto pode movimentar-se por diferentes efeitos, tais como: movimento do líquido durante o preenchimento do molde; convecção causada por diferenças de densidade provocadas pela presença de diferenças de temperatura; convecção causada por diferenças de densidade decorrentes de diferenças de composição no líquido; flutuação ou decantação de cristais em crescimento no líquido e movimento do líquido provocado por contrações térmicas ou volumétricas que acompanham a transformação líquido/sólido. Como na grande maioria das ligas de interesse prático a interface de solidificação é dendrítica, o movimento do soluto rejeitado por intermédio da rede dendrítica torna bastante complexa a análise da segregação. Nesse sentido, é conveniente analisar este fenômeno dividindo-se em duas partes distintas: a microsegregação e a macrosegregação.

A microsegregação refere-se a diferenças de concentração de curto alcance, como aquelas que se verificam entre células, ramificações dendríticas e grãos cristalinos, enquanto a macrosegregação envolve diferenças de composição de longo alcance como as verificadas entre a superfície e o centro de peças fundidas ou lingotes. O esquema da Figura 2.5 mostra que morfologia dendrítica provoca tanto a rejeição de soluto lateral quanto longitudinal a partir do sólido formado. O transporte de soluto longitudinal ocorre de forma paralela as ramificações ou eixos dendríticos primários provocará a macrosegregação, enquanto a rejeição lateral de soluto em direção perpendicular a esses eixos é responsável pela microsegregação. Alguns tipos de segregação de importância industrial também têm causa no movimento do líquido por intermédio dos canais interdendríticos que podem se formar durante o processo (Garcia, 2001).

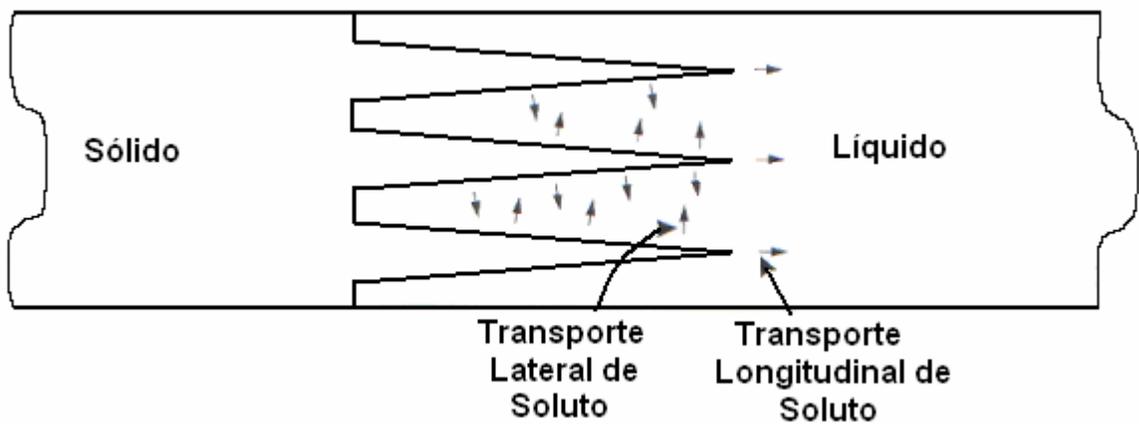


Figura 2.5 - Representação esquemática do crescimento dendrítico apontando direções de movimentação do soluto (Garcia, 2001).

2.3.3 - Solidificação em equilíbrio

A solidificação ocorre em equilíbrio quando o avanço da fronteira sólido/líquido é suficientemente lenta para permitir que o soluto rejeitado seja uniformemente misturado ao volume de líquido por difusão e por movimentação do fluido, e que o movimento de soluto no sólido formado seja capaz de manter sua composição uniforme e em equilíbrio com a composição do líquido. Esta situação só pode ocorrer na prática se a cinética de avanço da interface sólido/líquido é de menor intensidade quando comparada à cinética de difusão de soluto no sólido e se a distância de difusão for pequena (Garcia, 2001).

Em um processo de solidificação em condições de equilíbrio, a composição de soluto no sólido, C_S , e de líquido, C_L , variam ao longo da linha *solidus* e *liquidus*, respectivamente (Figura

2.6). No caso de soluções que apresentem fases com estado de agregação sólido e líquido em equilíbrio a uma determinada temperatura, pode-se definir o coeficiente de distribuição no equilíbrio, k , como sendo a relação entre C_S / C_L (Garcia, 2001; ASM,1988).

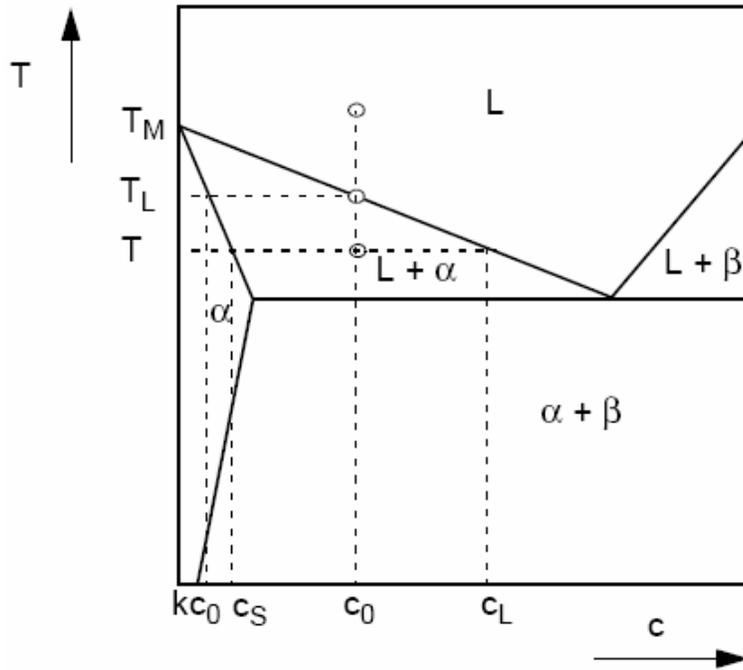


Figura 2.6 - Diagrama de fase de um sistema eutético binário $k = C_S / C_L$ (Garcia, 2001).

Em condição de equilíbrio, há uma difusão ideal no sólido e uma completa mistura no líquido ($D_S = \infty$, $D_L = \infty$). O líquido com concentração inicial, C_0 , se solidifica na $T = T_{liq}$ com uma fração sólida de $k \cdot C_0$. O balanço de massas considerando que não haja nenhum tipo de perda de massas durante a solidificação, pode ser descrito como:

$$C_S \cdot f_S + C_L \cdot f_L = C_0 \quad \text{Equação 2.2}$$

Sendo que f_S e f_L indica a fração na fase líquida e sólida. Com $f_S = 1 - f_L$ para uma determinada solidificação unidirecional e $k = C_S / C_L$, pode-se determinar com o auxílio da equação 2.2 a fórmula que relaciona a concentração de soluto com a fração sólida formada:

$$C_S = \frac{kC_0}{1 - (1 - k)f_S} \quad \text{Equação. 2.3}$$

Com base no diagrama de fase da Figura 2.3, o relacionamento entre a fração líquida, f_L , e a temperatura, T , pode ser descrita por:

$$f_L = 1 - f_S = 1 - \frac{C_L - C_0}{(1-k)C_L} = 1 - \frac{T_{liq} - T}{(T_f - T)(1-k)} \quad \text{Equação 2.4}$$

2.3.4 - Solidificação fora do equilíbrio

Neste caso, como a velocidade de deslocamento da interface sólido/líquido (v) não é suficientemente baixa para permitir a solidificação em equilíbrio, haverá a formação de uma camada enriquecida de soluto na interface. Durante a solidificação, o primeiro sólido a se formar terá composição kC_0 , e até que o sólido atinja composição C_0 , o processo passa por um transiente inicial (Garcia, 2001). Executando-se um balanço de massas, para um determinado volume solidificado df_S , tem-se:

$$C_L df_S - C_S df_S = (1 - f_S) dC_L \quad \text{Equação 2.5}$$

Onde, ao lado esquerdo da solidificação, tem-se a diferença de soluto existente antes da solidificação e depois da solidificação. Esta diferença é segregada e homogeneamente distribuída no líquido, conforme expressa o lado direito da equação. Utilizando-se o equilíbrio entre as concentrações na interface sólido/líquido dada por $k = C_S/C_L$, a expressão 2.5 pode ser rearranjada na forma:

$$C_L(1-k)df_S = (1-f_S)dC_L \quad \text{Equação. 2.6}$$

ou agrupando-se as variáveis comuns e estabelecendo um intervalo de integração do início de solidificação até determinada fração solidificada ,tem-se:

$$\int_{C_0}^{C_L} \frac{dC_L}{C_L} = (1-k) \int_0^{f_S} \frac{df_S}{(1-f_S)} \quad \text{Equação 2.7}$$

e integrando:

$$C_S = kC_0(1-f_S)^{(k-1)} \quad \text{Equação 2.8}$$

A equação 2.9 é conhecida na literatura como equação de Scheil (Scheil, 1942) e permite quantificar o perfil de concentração de soluto no sólido formado para o caso da mistura completa no líquido e ausência de difusão no sólido. A equação de Scheil pode ser apresentada em termos de temperatura do diagrama de fases. Considerando-se retas as linhas liquidus e *solidus*, a uma temperatura T do intervalo de solidificação, deverão coexistir em equilíbrio as concentrações C_S e C_L , dadas respectivamente por estas linhas de transformação. Nessas condições, por meio da observação dos triângulos que se formam no diagrama de fases e por suas semelhanças, pode-se obter a outra forma de apresentação Equação de Scheil, sendo:

$$f_S = 1 - \left(\frac{T_f - T}{T_f - T_{liqu.}} \right)^{\frac{1}{k-1}} \quad \text{Equação 2.9}$$

Onde, T_f a temperatura de fusão do alumínio puro, T a temperatura de trabalho, $T_{liqu.}$ a temperatura *liquidus* e k o coeficiente de partição da liga.

2.3.5 - Solidificação no estado semi-sólido

Uggowitzer (2000) fixou uma nova condição de contorno de equilíbrio para a equação 2.5 para o estado semi-sólido em $f_S = 0,5$: $C_0 = (C_L + C_S)/2$. Integrando-se a equação 2.5 com a condição de contorno anterior obtém-se a seguinte equação:

$$f_S^{0,5Scheil} = 1 - 0,5 \left[\frac{(T_f - T)(k + 1)}{2m_L C_0} \right]^{\frac{1}{1-k}} \quad \text{Equação 2.10}$$

Onde, f_S = fração sólida; T_f = temperatura de fusão do componente puro; m_L = inclinação da linha *liquidus*, k = coeficiente de distribuição; C_0 = concentração inicial. Este modelo pode ser utilizado para estimar a quantidade inesperada de eutético devido à solidificação ocorrer fora de equilíbrio no estado semi-sólido. Desta forma, o modelo somente funciona na linearidade da linha *solidus* e *liquidus* (Ogris, 1975).

2.4 - Refino de alumínio

As ligas Al-Si são amplamente empregadas como matéria prima em fundições. O seu amplo emprego como liga de fundição é devido a suas boas propriedades apresentadas durante o

processo de fundição ou após o processo, tais como, alta fluidez, baixa susceptibilidade ao trincamento, alta resistência à corrosão, boa soldabilidade, fácil brasagem e baixo coeficiente de expansão térmica. Estas ligas possuem um amplo campo de aplicação, sejam elas em indústrias marítimas, automobilísticas, elétricas, alimentícias ou pela aviação, sendo usadas para confecção dos mais diversos produtos, desde a produção de blocos de motor até a produção de peças estruturais, sempre com grande grau de exigência em confiabilidade (Kori, 2000).

Grande quantidade de alumínio e suas ligas são transformadas anualmente do estado líquido para o sólido, onde o processo de solidificação ocorre da forma mais variada. No Brasil, entre os meses de janeiro e julho deste ano, foram produzidas 844,1 mil toneladas de alumínio primário, sendo que no ano de 2003 o consumo total no mercado interno de produtos transformados de alumínio foi da ordem de 485,1 mil ton (ABAL, 2004).

Ligas hipoeutéticas de Al-Si possuem uma ampla fração primária de α -Al em sua microestrutura. Assim, a qualidade do metal fundido pode ser melhorada pelo emprego do refinamento de grãos, que reduz o tamanho dos grãos primários α -Al no material, melhorando sua macroestrutura (Kori, 2000).

Devido à grande importância comercial e interesse científico, as técnicas e os fenômenos ligados ao refinamento de grãos em alumínio vêm sendo amplamente estudados nos últimos 50 anos (MacCartney, 1989; Mohanty, 1995; Geoffrey, 1996; Easton, 1999).

Por intermédio da adição da liga refinadora Al-5wt%Ti-1wt%B, é possível a obtenção de grãos tipicamente equiaxiais com tamanho variando de 100-150 μ m em lingote de alumínio puro comercial (Kashyap, 2001, McCartney, 1989). A redução do tamanho de grão é assunto de grande interesse de pesquisadores da área de fundição, uma vez que sua redução contribui no melhoramento das propriedades mecânicas dos materiais.

Diversas teorias têm sido propostas para explicar as observações experimentais, assim como inúmeras controvérsias associadas ao assunto foram estabelecidas. A literatura é volumosa e intrigante. Algumas teorias foram consolidadas e outras contraditas. Algumas das postulações que foram descartadas, ao passar dos anos reaparecem devido ao avanço tecnológico na área de pesquisa. Como exemplo, Cibula (1951) sugere que partículas de TiB_2 agem como nucleantes no

metal quando adicionada a liga-mãe Al-Ti-B. Posteriormente, em 1987, Guzowski et al. produziu um crítico argumento contra a então chamada teoria de boreto, baseando-se em observações de partículas de TiB_2 no contorno de grão das ligas com Al-Ti-B, sugerindo que estas partículas são pobres nucleantes. Mais recentemente, Johnsson et al. (1993) utilizando a técnica de análise térmica sensitiva reporta a partícula de TiB_2 como sendo o nucleante mais ativo, contradizendo assim seu trabalho anteriormente publicado.

Na solidificação de ligas de fundição tem-se a possibilidade de formação de três morfologias diferentes de grãos, as chamadas equiaxiais, colunares e coquilhada. Nas indústrias, é comum adicionar-se inoculantes para suprimir a morfologia colunar e coquilhada em lingotes, trefilados ou peças fundidas, objetivando-se a formação de uma morfologia equiaxial. A morfologia de grão equiaxial proporciona aos produtos transformados melhores propriedades mecânicas, ou seja, reduzido risco ao trincamento, uma melhor alimentação de moldes que contribui para a eliminação da porosidade devido à contração, uma melhor distribuição de segunda fase, menor ocorrência de microporosidade, e a melhor usinabilidade (Mohanty, 2001).

Inúmeras técnicas de refino de grão foram desenvolvidas ao longo destes anos. Dentre essas técnicas algumas são baseadas sobre princípios térmicos, mecânicos ou termomecânicos e químicos. As técnicas baseadas no princípio químico, mais especificamente, são aquelas que se baseiam na adição de elementos de liga ou naquelas por adição de substratos de nucleação heterogênea. Devido a grande amplitude relativa às técnicas de refino de grão, neste trabalho serão apresentadas teorias que tentam explicar a ação de elementos químicos no refino de grãos, e posteriormente alguns resultados encontrados sobre a ampla literatura.

O refino de estruturas de alumínio pode ser obtido, na prática, pela adição de elementos que atuem como substratos de nucleação heterogênea, isto é, sobre os quais, preferencialmente, ocorre a formação do sólido, ou ainda pela adição de elementos que dêem origem, via reações químicas com o líquido, aos substratos de nucleação.

A princípio, os mecanismos de refinamento de grão são bastante simples. Primeiramente, potentes núcleos de nucleação heterogênea em grande quantidade são introduzidos dentro do metal e secundariamente, algumas condições são criadas, sejam elas de forma constitucional, no aquecimento ou fluxo de metal, de forma a forçar a ativação do maior número dos núcleos

formados e assim nuclear o sólido. Porém, o crescimento e a nucleação dos grãos não deve ser tão rápida, caso contrário os primeiros núcleos formados crescerão rapidamente e irão consumir os outros núcleos, assim não promovendo a desejável nucleação de novos grãos (MacCartney, 1989).

Inúmeros trabalhos foram e vêm sendo realizados, com o propósito de determinar eficientes refinadores para o alumínio comercial. Dentre estes trabalhos, destacam-se o excelente trabalho de Robert (1983), de Davies (1989) e de MacCartney (1989). Assim sendo, como a literatura sobre o assunto é extensa, a revisão sobre refino de alumínio se baseará nos trabalhos dos autores descritos anteriormente, principalmente no de Robert.

Dentre os elementos químicos mais utilizados para proporcionar o refinamento de grão, o titânio é tido como o principal elemento refinador de grão, sendo adicionado só ou em conjunto com o elemento boro. Um grande volume de trabalhos evidenciam o relacionamento do efeito das ligas-mãe Al-Ti e Al-Ti-B sobre o refinamento de grão. Quando as ligas-mãe são adicionadas ao metal de alumínio, a matriz de alumínio dissolve-se e libera partículas intermetálicas dentro do metal. Assim, há uma ampla discussão para tentar entender de forma exata quais partículas são formadas, assim como quais são suas características física e química, e sua subsequente reação com o metal (McCartney, 1989). O primeiro e extensivo trabalho que abordou o mecanismo de refino de grãos foi apresentado por Cibula em 1949. Crossley e Mondolfo em 1951 publicaram outro trabalho abordando o mesmo assunto, que teve uma contra-resposta por Cibula em 1952. As teorias que tentam explicar o mecanismo de refino de grãos, baseadas no princípio químico, podem ser distribuídas nos seguintes três grupos:

- Teorias para adição do Titânio.
- Teorias para adição do Ti + Boro.
- Teorias para adição do Boro.

2.4.1 - Teorias para adição do titânio

A simples adição de titânio, em teores da ordem de 0,1% em peso do líquido e nas mais diversas formas, como por exemplo, na forma de sais de fácil dissociação, ligas-mãe, pastilha de pó compactada, etc, pode produzir uma drástica redução na dimensão dos grãos. Algumas

explicações têm sido dadas com intuito de esclarecer os mecanismos de atuação do titânio no processo de solidificação. As teorias que tentam explicar o mecanismo de refino de grão pela adição do titânio são as seguintes:

- A) Teoria do Peritético (conhecida também como teoria do diagrama de fase);
- B) Teoria do Carboneto TiC;
- C) Teoria do Superesfriamento Constitucional.

A) Teoria do Peritético

A teoria do peritético foi desenvolvida por Crossley e Mondolfo em 1951. Esta teoria baseia-se na reação peritética do diagrama de fase Al-Ti, a 665°C, para teores de titânio tão reduzidos quanto 0,12-1,2wt% em peso. A solidificação do alumínio líquido contendo titânio em tal faixa de composição ocorre em condições de equilíbrio, da seguinte maneira: para altas temperaturas (acima da linha *liquidus*), todo o titânio está dissolvido no líquido. Ao atingir a linha *liquidus* ou curva de limite de solubilidade do titânio no alumínio líquido, o primeiro elemento, em excesso, se separa numa fase rica (37,2wt%) em titânio, formando o intermetálico sólido TiAl₃, detalhado no diagrama Al-Ti apresentado na Figura 2.7.

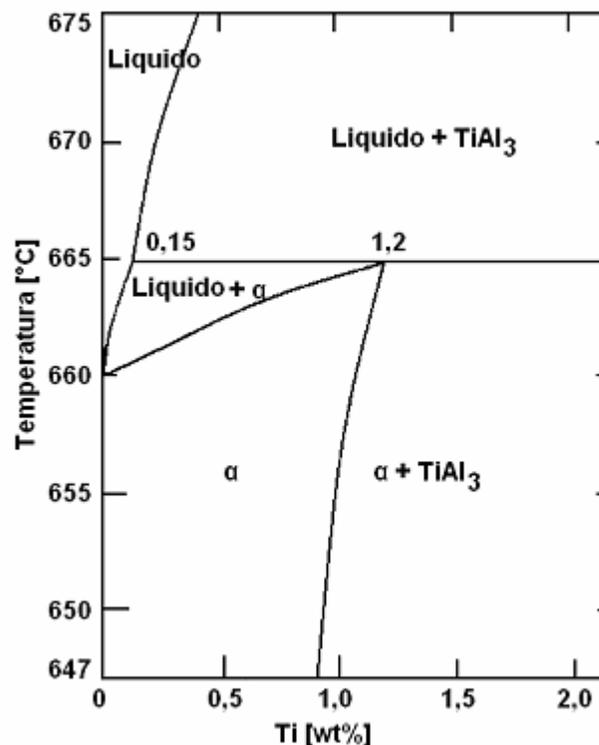
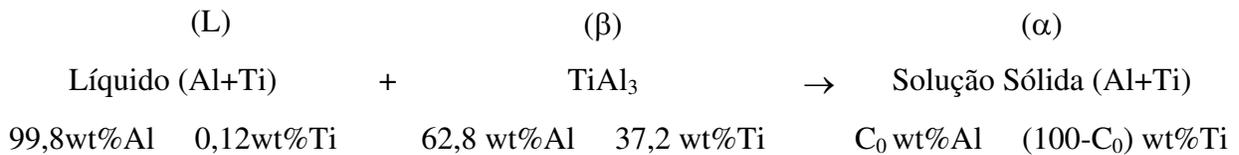


Figura 2.7 - Diagrama Al-Ti (MacCartney, 1989).

À medida que o sistema é resfriado, é alterada a composição do líquido segundo a linha liquidus, e também alterada a quantidade relativa de TiAl_3 presente; esta situação prossegue até que o líquido atinja a composição peritética (a qual significa o limite de solubilidade do titânio no alumínio líquido). Neste modo, o líquido combina-se com a fase primária TiAl_3 , originando uma nova fase, caracterizada como uma solução sólida de alumínio-titânio. Tal reação, chamada de peritética, ocorre, no sistema alumínio-titânio, a 665°C , e é indicada:



A teoria de refino via reação peritético proposta por Crossley e Mondolfo estabelece que a fase α , isto é, alumínio sólido contendo pequenos teores de titânio em solução, é formada na reação peritética, sobre os cristais primários TiAl_3 ; tais cristais agem, portanto, como nucleantes do alumínio. Ao adicionar, na forma de liga-mãe (liga Al-Ti, com teores 4 - 5wt% Ti, geralmente), e em diversos teores (de 0,05 a 0,1wt% Ti, em peso), o elemento titânio ao alumínio líquido, observa-se que o grau de refino obtido aumenta drasticamente quando a reação peritética é atingida. A partir desses dados, e após comprovar o mesmo efeito em outros sistemas peritéticos (Al-W, Mo, Zr, Cr), Crossley e Mondolfo associam a obtenção de refino à reação peritética: o grau de refino produzido é função do número de cristais primários presentes no instante da solidificação do líquido com composição peritética. Para teores de titânio abaixo da solubilidade máxima, isto é, em condições desfavoráveis à existência de TiAl_3 , não se observa efeito de refino. Os autores afirmam ainda que a presença por si, de cristais primários no líquido, não implica no refino da estrutura, este somente ocorre na presença, também, da reação peritética. Para ilustrar FeAl_3 não atuam como nucleantes do alumínio.

A atuação de cristais TiAl_3 como nucleantes do alumínio é confirmada ainda por Crossley e Mondolfo por observação da microestrutura de grãos refinados: os cristais TiAl_3 presentes se situam em centros de grãos. Davies et al. (1970) e Maxwell et al. (1975) também observaram a presença de partículas de TiAl_3 no centro de grãos α de alumínio.

Crossley e Mondolfo afirmam ainda que a presença de cristais primários no final da solidificação não é obrigatória: o intermetálico $TiAl_3$ pode ser consumido totalmente na solidificação. Tal afirmação é correta se o processo de solidificação ocorrer em equilíbrio; neste caso as fases presentes em cada situação de temperatura e composição, são as indicadas pelo diagrama de equilíbrio.

Curvas de resfriamento publicadas por Arneberg et al. (1982) ilustram que a nucleação não ocorre no superesfriamento ou em temperaturas acima do ponto de fusão do metal. Esta observação confirma que a nucleação ocorre pela reação peritética na temperatura peritética ($665^\circ C$), cuja temperatura é alta comparada ao ponto de fusão do alumínio puro.

A esquemática representação do processo de solidificação em amostras de alumínio refinada por Ti é apresentada na Figura 2.8. Os estágios de 1 a 7 representam o progressivo estágio de solidificação durante o resfriamento (Guzowski, 1987).

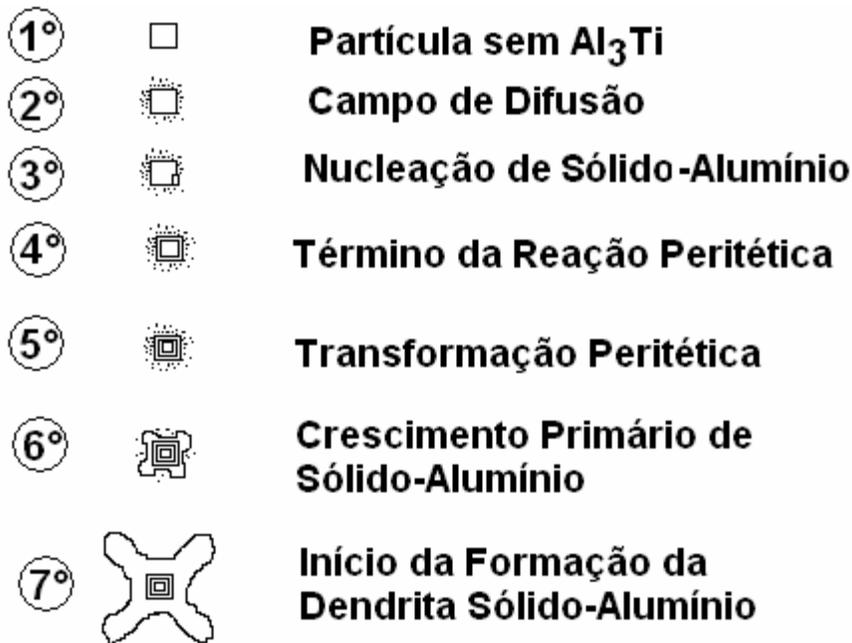


Figura 2.8 - Esquemática representação do processo de solidificação em corpos de provas de alumínio refinado com silício (“Os estágios do 1° ao 7° representam a progressão da solidificação durante o resfriamento”) (Guzowski, 1987).

B) Teoria do Carboneto TiC

Cibula em 1949/50 propôs a teoria do carboneto de titânio. Cibula (1949 e 1951) e Jones et al. (1976) postularam a teoria do carboneto de titânio como: a adição nominal de liga-mãe Al-Ti promove a formação de TiC pela reação com o residual carbono presente no metal do alumínio. Com a adição da liga-mãe Ti-Al-B, partículas de TiB₂ são dispersas no metal, e como TiB₂ e TiC presentes no metal são verdadeiramente insolúveis no alumínio fundido, estas agem como nucleantes heterogêneos.

Em seus experimentos, Cibula (1949/50) não detecta o superesfriamento do líquido na ocasião da nucleação, para o alumínio inoculado com titânio e outros elementos (nióbio, zircônio e boro), o que indicaria a presença de eficientes substratos de nucleação, como partículas sólidas estáveis no líquido. Por centrifugação do líquido inoculado, Cibula (1951-52), ao encontrar grande número de partículas de carboneto TiC, principalmente para teores de titânio no líquido abaixo da composição peritética, sugere que tais carbonetos são os agentes nucleantes. Para justificar tal proposição, Cibula mostra que o cristal TiC possui características semelhantes ao alumínio: mesmo tipo de estrutura cristalina (o TiC é uma solução sólida de titânio contendo carbono intersticial, com estrutura cúbica); valor da distância entre átomos mais próximos na rede (3,06 Å) próximo ao do alumínio (2,86 Å). Tais semelhanças sugerem a possibilidade de epitaxia entre esses dois tipos de estruturas cristalinas e, portanto, a possibilidade de nucleação de alumínio por TiC. Além disso, tais carbonetos apresentam alto ponto de fusão e alta estabilidade no alumínio líquido a alta temperatura.

Segundo Cibula, no entanto, a presença de partículas TiC no líquido não é condição suficiente para a ocorrência de um eficiente efeito de refino. Para a obtenção de uma estrutura equiaxial fortemente refinada é necessário também que o elemento inoculado provoque suficientes gradientes de composição no líquido após o início da solidificação. Tais gradientes restringem o crescimento dos cristais nucleados inicialmente, e cria condições para nova nucleação ocorrer em substratos ainda presentes. Assim, o autor explica a obtenção de estruturas refinadas pela adição de teores da ordem de 0,04% em peso de titânio ao alumínio líquido.

Embora as teorias e os estudos experimentais sobre os carbonetos sejam extensas, muitas informações não são praticáveis com respeito da ação do TiC. Cissé et al (1972) sugere que, em

partículas de TiC, a epitaxia ocorre sobre todas as faces de um só grão de alumínio obtendo uma só orientação. Ainda que isto torne o processo de nucleação como possível do ponto de vista cristalográfico, não é claramente estabelecido se TiC é estável no metal de alumínio, o que vem a resultar muitas controvérsias sobre este ponto quando aprofundado sobre a literatura (Yokokawa, 1991, Mohanty, 1994). Mais recentemente, Mohanty et al. (1994) demonstraram de forma experimental que partículas de TiC são instáveis no metal de alumínio, e assim a chamada a teoria de carboneto pode ser uma inválida proposição.

C) Teoria do Superesfriamento

O titânio adicionado ao alumínio com o objetivo de produzir uma estrutura de grão finos, pode se apresentar, no líquido, totalmente dissolvido (para teores menores que a composição peritética, em condições de equilíbrio) ou parte dissolvido e parte combinado como intermetálico diversos, tais como TiC, TiAlx.

Na solidificação, o titânio dissolvido no líquido possibilita a ocorrência de superesfriamento constitucional na frente da interface sólida (no caso do sistema alumínio-titânio, o soluto é incorporado ao sólido à medida que a solidificação progride, de modo que o líquido da frente da interface sólida é empobrecida no teor de soluto).

A ocorrência de tal superesfriamento constitucional pode interferir na eficiência do refino a ser obtido, por possibilitar a atuação de dois diferentes mecanismos:

- Mecanismo de separação Ohno.
- Mecanismo de sucessivas nucleações.

2.4.2 - Refino por adição de boro

Apesar da teoria peritética explicar bem a ação de ligas-mãe Al-Ti no refino de grão, ainda não possui um claro consenso criado para explicar a performance do acréscimo de refinadores de grão de ligas mãe contendo Ti e B. Cuidadas análises e hipóteses sobre a teoria não são satisfatórias. As proposições sobre a teoria peritética sugerem que a melhor performance de ligas-mãe contendo boro é devido à mudança da composição peritética para 0,15% de Ti, próxima ao fim do diagrama de fase do alumínio, desta maneira então, garantindo a estabilidade termodinâmica da $AlTi_3$ em baixos níveis de adições de Ti ($\approx 0,02\%$) (Crossley, 1951). Esta

proposição, desta forma, mostra ser incompatível com o diagrama de fases Al-Ti-B, como predito por vários pesquisadores (Maxwell, 1975; Abdel-Hamid, 1987) tão bem como por experimentos de segregação de Finch (1972). Todas relações de fase calculadas mostram que a solubilidade do $TiAl_3$ é inafetada pela presença do boro. Assim sendo, de forma contraditória a esta pré-descrição termodinâmica, Mondolfo apud Kashayap 2001 tem obtido dados experimentais de forma clara que indicam que o boro tem efeito no deslocamento do peritético. Isto também sugere que todo boro se reage para formar o TiB_2 , sendo ao cessar esse efeito o refinamento diminui imediatamente. Em geral a aceitabilidade destas proposições é questionável, uma vez que existem pouquíssimos suportes experimentais.

A interferência provocada no grau de refino de estruturas de alumínio inoculadas com titânio, pela adição de boro, levou à pesquisa da possibilidade da obtenção de refino pela adição somente deste último elemento. A maioria dos trabalhos desenvolvidos com tal possibilidade apresenta o boro como apenas um razoável modificador da estruturas. As teorias que tentam explicar o efeito do elemento boro como refinador de grãos são:

A) Teoria do Boreto AlB_2 .

B) Teoria do Boro como modificador da tensão superficial do líquido.

A) Teoria do Boreto AlB_2

Ao se analisar um diagrama de equilíbrio Al-B, constata-se que o eutético apresenta uma limitada solubilidade do boro tanto no alumínio líquido como sólido, havendo, em condições de equilíbrio, a fácil precipitação de uma fase sólida AlB_2 a partir dos líquidos contendo teores de boro iguais ou superiores a 0,01 wt% em peso.

Tais fatos são utilizados por Cibula (1948, 1951) em sua formulação da teoria do boreto AlB_2 como nucleante do alumínio. Cibula observa um crescente, embora apenas razoável efeito, de refino pela adição crescente do boro (0,01 a 0,04 wt% em peso) ao alumínio líquido. Nota ainda que para teores acima de 0,02 wt% a eficiência do refino aumenta. Tentando isolar, por centrifugação, as partículas sólidas existentes no líquido, as quais poderiam agir como substratos de nucleação, Cibula encontra boretos AlB_2 para teores maiores que 0,02 wt% B.

Com auxílio de análises cristalográficas o autor verificou que tais partículas, apesar de apresentarem estrutura cristalina diferente do alumínio (hexagonal x CFC), as distâncias interatômicas no plano mais compacto são muito semelhantes às distâncias correspondentes do alumínio. Assim, segundo o autor, partículas AlB_2 estruturalmente parecem capazes de nuclear o alumínio. O apenas razoável efeito obtido pela adição desse elemento é atribuído por Cibula a dois fatores:

- Os teores adicionados de boro são suficientes para a formação de um grande número de partículas.
- Tais reduzidos teores são insuficientes para promover significativo superesfriamento constitucional (solubilidade de B no Al muito limitada: $< 0,01\%$), o qual estimularia o mecanismo de sucessivas nucleações. Esta última justificativa é fortalecida pela observação, pelo autor, do aumento da eficiência do boro como refinador, quando utilizado em ligas alumínio cobre (neste caso o cobre forneceria o superesfriamento necessário à atuação do mecanismo de sucessivas nucleações).

Kori (2000) e Mohanty (1996) em seus trabalhos reportam que o B não possui efeito como refinador de grão. Eles também postulam que o refinamento de grão em Al não ocorre pela heterogênea nucleação do Al sobre $TiAl_3$ ou TiB_2 , mas sobre pré-existentes α -Al. No caso do sistema Al-Ti, α -Al formam pela reação peritética a $665^\circ C$, acima do ponto de fusão do metal de Al puro. Já no caso da liga Al-B, α -Al formam pela reação peritética em $659,7^\circ C$, qual está abaixo do ponto de fusão do Al, antes de iniciar a solidificação no caso de uma liga Al-7wt%Si ($613^\circ C$).

B) Teoria do boro como modificador da tensão superficial do líquido

Ohno (1975) observou em seus experimentos que há apenas um efeito razoável de refino em alumínio inoculado com boro, sem a presença de titânio. Para o autor, o melhor contato líquido/parede do molde ocasionado pela presença do boro só se reverterá num efeito de refino se os cristais aí formados forem facilmente arrastados, o que por sua vez requer a presença, no líquido, de solutos que provoquem o “necking” (quebra) desses cristais. O razoável efeito de refino em alumínio comercial é, portanto, atribuído a presença de impurezas.

2.4.3 - Refino por adição de titânio + boro

A presença de boro e titânio no alumínio líquido, intencionalmente adicionado ou na forma de impureza, reduz significativamente o teor de titânio necessário à promoção de refino, que passa a ser obtido para teores de titânio bem inferiores à composição peritética.

As teorias que explicam o efeito do refino pelo elemento titânio + boro são as seguintes:

- Teoria do Boreto TiB_2 (conhecida também como teoria das partículas).
- Teoria do Boro como modificador do $TiAl_3$ nucleado por TiB_2 .
- Teoria do $TiAl_3$ nucleado por TiB_2 .
- Teoria do Boro como modificador da tensão superficial do líquido.
- Teoria da Hipernucleação.

A) Teoria do Boreto TiB_2

Cibula (1951), após proposição de sua teoria do carboneto, tenta melhorar o efeito do refino obtido pelo titânio, adicionando intencionalmente carbono ao alumínio líquido. Em seus resultados, não obtém sucesso devido à dificuldade de dissolução de carbono no alumínio líquido. Diante de tal resultado adiciona o elemento boro, o qual apresenta característica semelhante ao carbono (vizinhos na Tabela periódica) e ao alumínio líquido, juntamente com o titânio, e em diferentes teores.

Cibula observa que o boro rapidamente se dissolve no alumínio, dando como resultado um significativo aumento na eficiência de refino pelo titânio, para teores de 0,01 wt% em peso de boro e 0,03 wt% em peso de titânio (isto é, teores bem inferiores à composição peritética).

Por centrifugação do líquido assim inoculado, Cibula tenta separar os possíveis substratos de nucleação e observa a presença de cristais de boretos de titânio, numa certa faixa de composições. Análises por difração de raio-x revelaram tratar-se de cristais de TiB_2 e a faixa de composições apresentada é explicada por Cibula como sendo devida à presença de titânio ou boro dissolvidos na rede cristalina do diboreto. O autor ainda observa que TiB_2 apresenta estrutura hexagonal, diferente, portanto, da cúbica de face centrada do alumínio; no entanto, certa similaridade, que poderia propiciar epitaxia entre sólido alumínio e o cristal TiB_2 , é notada devido às semelhanças nas distâncias interatômicas nos planos mais compactos dos dois tipos de

cristais. Assim, a presença de boro, em baixos teores, aumenta o efeito de refino do titânio pela fácil formação de partículas TiB_2 , as quais atuam como substrato de nucleação do alumínio.

Baseado sobre a teoria de boreto, como descrito na literatura de Mohanty (1994), inúmeros problemas podem ser levantados. Comumente, três fases do boreto são discutidos dentro do contexto de refinamento de grão; nomeados de TiB_2 , AlB_2 e $(Al, Ti)B_2$. Marcantonio e Mondolfo (1971) e Cibula (1949) demonstraram que o AlB_2 é um fraco refinador de grão em alumínio puro, sendo ativo somente em composições hipereutéticas. Se TiB_2 é nucleador de fase, as curvas de refino de grão sugerem o TiB_2 como sendo mais efetivo nucleante do que o $TiAl_3$ (se a Temperatura de nucleação \leq ponto de fusão), mas há evidência contrária (temperatura de nucleação \geq temperatura de fusão) (Arnberg, 1982). A taxa Ti/B ($X_{Ti} > X_B$), e em particular a taxa estequiométrica (2.22) tem uma crítica significância no refinamento de grão, conforme estabelecido tanto em laboratório como em experiência industrial. Ti em excesso, a taxa estequiometria do TiB_2 é muito mais eficiente no refinamento de grão (Cornish, 1975).

Observações sobre a fases complexas $(Al, Ti)B_2$ conduziram pesquisadores a proporem uma outra teoria, teoria denominada teoria metaestável do boreto (Cornish - 1975, Backerud - 1971). A fase $(Al, B)B_2$ tem sido conceituada como sendo uma fase metaestável de boreto, sendo que esta fase desaparece em longos tempos de retenção. Tem-se proposto que a fase $(Al, Ti)B_2$ ajuda no refinamento de outro grão pela ação direta como nucleante ou pela nucleação de cristais de $TiAl_3$ durante o resfriamento. Tanto o AlB_2 como o TiB_2 possuem estrutura hexagonal e são isomorfos, com parâmetro de rede $a = 0,3009$ nm, $c = 0,3252$ nm e $a = 0,30311$ nm, $c = 0,3229$ nm respectivamente (Mohanty, 1994). Entretanto, como o TiB_2 e AlB_2 são fases de equilíbrio estáveis, mas não é claro se $(Al, Ti)B_2$ é estável ou metaestável. Kiusalaas et al. (1987, 1986) realizaram um extensivo estudo sobre a natureza desses cristais e sugeriram que durante o aquecimento de ligas-mãe (no estado líquido) ocorre as seguintes reações: $(Al, Ti)B_2 \rightarrow TiB_2$, que cessa após alcançar a pura composição de TiB_2 .

A teoria metaestável do boreto também não é livre de problemas. O exato papel da natureza das fases do boreto não é totalmente solucionada, visto que há similaridade no AlB_2 e TiB_2 , e potencial nucleação do $(Al, Ti) B_2$ sendo considerada como similar.

B) Teoria do boro como modificador do diagrama de equilíbrio Al-Ti

Davies et al. (1970) contestam a teoria de Cibula: analisando os constituintes de ligas Al-Ti-B verificam a presença de partículas $TiAl_3$ em centros de grãos, apresentando alta epitaxia com o alumínio sólido vizinho, e de partículas ricas em titânio e boro em contornos do grão e sem orientação preferencial com o alumínio vizinho.

Diante de suas observações, Davies et al. afirmam que partículas TiB_2 não atuam como substrato para a nucleação do alumínio, a qual ocorre sobre partículas $TiAl_3$. A presença de boro, no entanto, tem importância significativa: segundo os autores este elemento altera o diagrama de equilíbrio Al-Ti, reduzindo a solubilidade do titânio no alumínio (levando a linha *liquidus* ou linha de solubilidade do titânio no líquido para menores teores de titânio), de modo a permitir a precipitação de cristais $TiAl_3$ para teores de titânio inferiores à composição peritética. Desse modo os autores justificam o alto grau de refino obtidos para teores tão baixos quanto 0,03 wt% em peso de titânio inoculados. Os autores ainda descrevem que as partículas de TiB_2 são improváveis de se dissolverem completamente, exceto em baixas concentrações de boro e/ou em elevadas temperaturas. Marcantonio e Mondolfo (1971) descrevem a significativa influência do boro da seguinte maneira:

- O boro, ao reduzir a solubilidade do titânio no alumínio líquido, expande o campo da precipitação desse intermetálico para pequenos teores de titânio.
- O boro aumenta a inclinação na linha *liquidus*, de modo que a supersaturação do líquido necessária para formação do $TiAl_3$ ocorre somente a temperaturas muito próximas da peritética, assim sendo, no instante da nucleação do alumínio, partículas finas e dispersas estão presentes. A formação do intermetálico a maiores temperaturas, o que ocorre em sistemas Al-Ti sem a presença do boro, onde a linha *liquidus* é mais abrupta, torna possível a sua aglomeração durante o resfriamento do líquido até atingir a temperatura de solidificação. Assim sendo, segundo os autores a presença de boro facilita a formação de partículas $TiAl_3$ finas e dispersas no líquido, para teores de titânio inferiores a 0,12 wt% em peso da composição peritética; produzindo, conseqüentemente, um aumento na eficiência do titânio como refinador.

C) Teoria do $TiAl_3$ nucleado por TiB_2

Cornish (1975) concorda com o mecanismo proposto por Marcantonio e Mondolfo indo, no entanto, mais além em seus estudos, afirma que o intermetálico $TiAl_3$ é formado sobre partículas de TiB_2 , e esse complexo atua como substrato de nucleação do alumínio. Para o autor, teores tão baixos quanto 1 ppm de boro, presentes como impureza no líquido do alumínio, pode interferir no efeito do refino produzido pela inoculação de titânio.

Também Backerud, segundo citação de Cornish, observa a nucleação do alumínio por uma fase complexa $(Al, Ti)B_2$, por sua vez formada a partir da reação entre partículas de TiB_2 e alumínio líquido.

D) Teoria do boro como modificador da tensão superficial do líquido

O aumento na eficiência do titânio ao promover refino do alumínio, pela adição de pequenos teores de boro ($0,01wt\%B+0,004wt\%Ti$), é também observado por Ohno (1975). O autor verifica que o boro tem efeito positivo quando adicionado até determinados teores ($0,01wt\%B$), acima dos quais seu efeito é negativo, isto é, provoca redução no grau de refino produzido.

Ohno (1975) explica tais resultados sugerindo que o boro, reduzindo a tensão superficial do alumínio líquido, melhora seu contato com a parede do molde, promovendo, assim, nucleação intensa nesse local. Os cristais inicialmente formados na parede do molde são facilmente retirados, uma vez que a presença do titânio dissolvido no líquido provoca seu necking, possibilitando nova nucleação e o arraste, resultando numa estrutura altamente refinada.

E) Teoria da Hipernucleação

MacCartney (1989) descreve a teoria da hipernucleação, inicialmente desenvolvida por Jones (1983, 1985). Esta teoria tenta explicar o refino de grãos de alumínio pela adição de ligas mãe Al-Ti-B em baixos conteúdos. Baseado sobre a segregação de soluto na interface substrato/metálico, Jones criou esta teoria para explicar a hipernucleação. Pelo cálculo da ação do Ti juntamente no metal e no TiB_2 , Jones demonstra que os átomos de Ti segregarão na interface TiB_2 /metal devido o nível de Ti dissolvido exceder um crítico valor. Essa segregação que se

manifestou pode ajudar na formação de uma estável camada de átomos sobre a superfície do TiB_2 . A camada, bem como a solução sólida de Ti no Al, permanece estável acima do ponto de fusão do Al puro, sendo pré-existente antes da fundição. Desta maneira, quando a temperatura cair, a camada possibilitará mais facilmente o crescimento do primário α -Al, em um determinado tamanho, sem a presença da nucleação por superesfriamento. O autor também demonstra que o relativo tamanho atômico do relativo elemento soluto para o Al é o fator chave para este modelo de hipernucleação. Sendo que, solutos de similares tamanhos ao Al ajudam na hipernucleação, e solutos com tamanhos diferentes tenderão a extinguir o processo de hipernucleação. O tamanho atômico do Ti é similar para o Al e isto então ajuda a promover a hipernucleação conforme postulado pela teoria de Jones. Similarmente, Zr e Cr possuem tamanhos atômicos diferentes ao Al, e observam-se seus efeitos negativos em ligas mãe Al-Ti-B, apesar de se ajustarem bem a este modelo.

A hipótese de Jones se mostra, em alguns aspectos, verdadeiramente atrativa uma vez que é capaz de explicar com coerência certas observações que retratam o refino de grãos com Al-Ti-B. Porém, certos aspectos são necessários de serem colocados sobre uma base teórica conhecida, particularmente com respeito a estabilização de camadas de átomos na interface TiB_2 /metal. Claramente, há necessidade de realizar pesquisas dentro do aspecto interfacial do modelo.

Sigworth (1996) descreve certas discordâncias do trabalho publicado por Mohanty e Gruzleski (1995), apontando que a teoria da hipernucleação não parece ser uma teoria viável de refino de grão em ligas de alumínio contendo Ti dissolvido. Isto é, não conforme simples considerações termodinâmicas, não podendo explicar similares resultados baseados sobre ligas fundidas de Al-Si, Al-Cu e Al-Si-Cu. A remota e mais provável explicação é que o Ti auxilia na restrição do crescimento do grão, por causa de um constitucional superesfriamento durante o resfriamento. De qualquer modo, a fase $TiAl_3$, que pode ser criada sobre a superfície dos boretos em ligas hipoperitéticas de Al-Ti, é provavelmente causada por um processo de envelhecimento no estado sólido.

2.4.4 - Resultados experimentais sobre refino de grãos com a utilização ligas-mãe e outros elementos

Kori em dois trabalhos publicados em 2000 relata o efeito de ligas mãe no refino de grãos em ligas hipoperitéticas (Al-7 wt%Si e LM-25). As ligas-mãe adotadas foram as binárias Al-Ti, Al-B e ternárias Al-Ti-B com diferentes taxas de Ti-B. Em ambos os trabalhos o autor também estudou, de forma separada, o efeito do Sr (elemento de modificação) conjuntamente com ligas-mãe no refino de grão e propriedades mecânicas. As ligas-mãe utilizadas em seu trabalho foram preparadas nas seguintes formulações: Al-3wt%Ti-1wt%B, Al-1wt%Ti-3wt%B, Al-3wt%Ti-3wt%B, Al-5wt%Ti-1wt%B e Al-1wt%Ti-5wt%B. Seus resultados sugerem que a liga-mãe ternária Al-1wt%Ti-3wt%B é a mais eficiente no refino de grão para a liga Al-7Si, conforme mostra a Figura 2.9. Como observado pelo autor, obteve-se o melhor efeito de refino com o tempo de retenção acima de 120 min com adição de B em níveis da ordem de 0,02wt% a 0,03wt% e de Ti em níveis de 0,03 a 0,06wt%, respectivamente com 1:3, 1:5, 3:3, e 5:1, 3:1 de liga-mãe. O autor observa, ao comparar ligas comerciais de refino (Al-5wt%Ti-1wt%B e Al-3wt%Ti-1wt%B contendo alta porcentagem de Ti) com suas previamente preparadas para o ensaio (Al-3wt%B e Al-1wt%Ti-3wt%B), que a liga Al-7wt%Si possui melhor resposta relativa ao refino grão quando se emprega a liga refinadora contendo alta % de B. Porém, o autor descreve que deve-se ter cuidado com a excessiva quantidade de B, uma vez que ligas mãe Al-B e Al-Ti-B ricas em boro de forma excessiva não são capazes de refinar o grão de Al. As ligas de Al-7wt%Si mostram melhor resposta ao refino de grão se adicionados somente o Ti ou o B, e ainda que o boro possui melhor efeito do que o Ti, adicionados em proporções similares. Segundo o autor, em seu trabalho a liga-mãe binária Al-B com alta % de boro teve insatisfatória eficiência no refino de grão, caso comparada com a liga contendo 3wt%B. Este fato, o autor atribuiu em último caso, à presença de grande quantidade de finas partículas AlB_2 . Com relação à adição do Sr (0,02% na temperatura de 720°C), Kori (2000) relata que este elemento causa a modificação no eutético quando em combinação com o refinador de grão, melhorando se suas propriedades mecânicas.

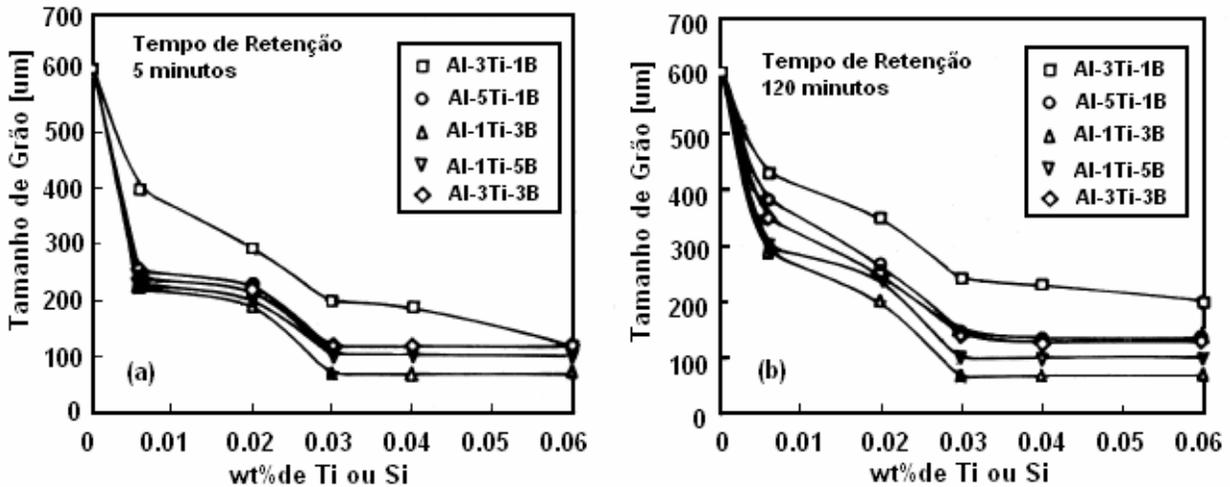


Figura 2.9 - Análise do tamanho de grão no refino de grão de uma liga Al-7Si com diferentes níveis de adição de Ti e B usando ligas mãe após um tempo de retenção de a) 5 e b) 120 min (Kori, 2000).

Lee et al. em 1999 estudaram o efeito de diferentes porcentagens de Ti (0,01 a 0,15 wt%Ti) no refinamento de grão (pela adição da liga-mãe Al-5wt%Ti-1wt%B) de ligas hipoeutéticas com diferentes % de silício (1 a 8wt%Si). Seus resultados demonstraram que há um ponto de transição, no qual o tamanho de grão diminui ou aumenta segundo a variação da porcentagem do Si. Este ponto de transição, para ligas hipoeutéticas não refinadas, é em torno da concentração de Si de 3wt%, sendo que o tamanho de grão diminui antes desse ponto e aumenta após esse ponto. Para ligas refinadas, esse ponto é indicado como sendo entre a 2 a 3wt%Si. Após esse ponto de transição, o tamanho de grão aumenta independentemente da porcentagem do refinador. Esta observação, referente do ponto de transição, também é referenciada por Abdel-Reihim et al. (1987). Segundo esse autor, quando a porcentagem de Si varia de 0,5 a 3% (em liga Al-Si refinada pela adição da liga-mãe na proporção de 0,2wt % de 5/1 Al-5wt%Ti-1wt%), o tamanho de grão permanece constante. Porém, acima de 3 wt%Si o tamanho de grão aumenta de forma demasiada. A explicação dada pelo autor a este fenômeno, é que a liga Al-Si possui uma faixa limite de máxima solubilidade do soluto, tendo um tamanho mínimo de grão dentro desta faixa limite de solubilidade. Este efeito pode ser visualizado na Figura 2.10, para uma liga Al-Si refinada com 0,2 wt% de Al-5wt%Ti-1wt%B (com tempo de retenção 10 min.).

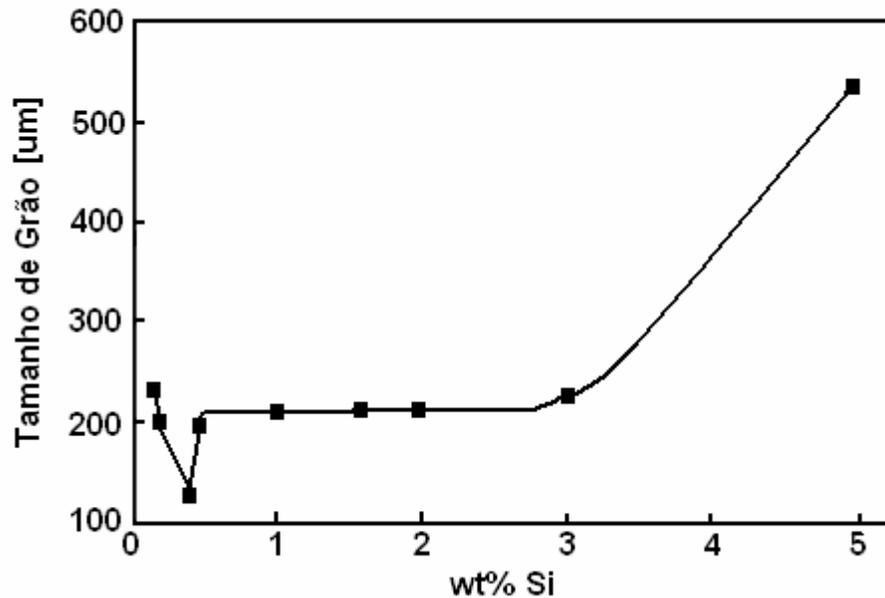


Figura 2.10 - Efeito do silício sobre o refino de grão em uma liga refinada Al-Si - 0,2 wt% Al-5wt%Ti-1wt%B, com tempo de retenção 10 min (Abdel-Reihin, 1987).

Lee et al. (1999) observou em micrografias realizadas em ligas com 3% Si, que conforme o tamanho de grão diminui devido ao aumento da wt%Ti, há uma mudança na morfologia do grão, de maneira a se formar mais globular. Há também mudanças no crescimento da morfologia dos primários cristais equiaxiais. Conforme o autor observa, baixas concentrações de Si (1, 2 e 3 wt% Si) mostram os grãos mais compactos, e acima de 4 wt% de Si o tamanho do grão aumenta e as pontas das dendritas são mais visíveis. Com 5wt% de Si os grãos são ainda compactos, e até 8wt% de Si as dendritas são bem desenvolvidas com braços secundários bem visíveis. O autor ainda afirma que até 3wt%Si os grãos possuem morfologia globular.

Marcantonio et al. (1971) descreve por intermédio do trabalho de Crossly et al. (1951), Marcré et al. (1967) e Nishimura et al. (1967), que o pronunciado refinamento de grão pode ser obtido em ligas contendo cristais primários de $TiAl_3$, $ZrAl_3$, e outros elementos, que reagem de forma peritética com o alumínio. Porém o refinamento não é possível de ser obtido pelo $FeAl_3$, devido este elemento formar eutético com o alumínio. Ainda o autor descreve que grandes adições de carbono em ligas Al-Ti reduzem o refinamento do grão e que a adição TiC em alumínio não é capaz de refinar o grão, a menos que a fusão seja finalizada ao ar. Eles especulam que TiN é formado, refinando o grão. Os autores concordam, de certa forma, que não podem excluir o fenômeno da reação existente entre o TiC com o oxigênio, que libera uma certa

quantidade de titânio, e agir para formar o $TiAl_3$ que é considerado um excelente elemento nucleador de grão.

Quando o refinador de grão é adicionado na liga, há um tempo crítico de retenção, que estabelece o menor tamanho de grão. Passado o tempo crítico de retenção, o tamanho do grão aumenta. Este efeito é conhecido como envelhecimento.

Binney et al. (2003) estudou o efeito do refino de grão pela adição de diferentes quantidades de refinadores (liga-mãe Al-5wt%Ti-1wt%B) em três tipos diferentes de ligas: a liga A356, a liga P319 (adição de 3 wt%Cu na liga A356) e a liga P319 (adição combinada de cobre com outros elementos na forma de impureza - Cr, Fe, Mn e Zn). Segundo o autor, os tamanhos de grão nas ligas A356 e P319 se mostraram equivalentes para cada nível de refino. Notou-se que a adição de cobre não teve o efeito desejado sobre o superesfriamento para a nucleação, mas diminuiu a temperatura de nucleação em 7-10°C. Baseado no diagrama de fases da liga ternária Al-Si-Cu, e no cálculo da adição de 3wt%Cu sobre o sistema binário Al-7wt%Si, o autor observou que a temperatura *liquidus* diminuiu aproximadamente 10%. Desta forma, ele notou que a liga utilizada em seu trabalho não era pertencente ao sistema ternário simples, indicando ainda por intermédio do cálculo, que o decréscimo na temperatura de nucleação observado quando adicionado o Cu era resultante da mudança da temperatura *liquidus* e não do efeito de partículas nucleantes. O autor concluiu que a adição de 3wt%Cu na liga A356 pode prejudicar o efeito de refino. Referente à adição de impurezas ao metal, o autor presenciou aumento de grão. Pois estas impurezas reduzem a temperatura de nucleação, aumentam o superesfriamento necessário para nuclear os grãos, assim levando ao aumento do tamanho de grão. A razão para a redução na eficiência da nucleação é provavelmente devido a nucleação de complexas fases intermetálicas, a qual cresce sobre as partículas TiB_2 , diminuindo assim a possibilidade da nucleação.

Mancantonio e Mondolfo (1971) em seu estudo a respeito do refinamento de grão de ligas Al com B e Ti, exploraram com grande amplitude o diagrama ternário Al-B-Ti. Baseado em seus resultados, o autor ilustra no diagrama ternário Al-B-Ti os diferentes tamanhos de grão em função dos elementos, conforme pode ser visto na Figura 2.11. Como pode ser visto no diagrama, quando se tem uma relação de baixa porcentagem de titânio por uma mais baixa porcentagem de boro, não ocorre o refinamento do grão. Somente quando a parcela do titânio é mínima, cerca

quatro vezes superior a do boro, alcançando-se o contorno entre o campo primário de $TiAl_3$ e $(Al, Ti)B_2$, é que há um apreciável refino de grão. O refinamento do grão é máximo na taxa de $Ti/B = 5$, que decresce significativamente com o aumento desta taxa. Os autores sugerem que o refinamento do grão é obtido unicamente quando $TiAl_3$ é primário, contudo tanto o $TiAl_3$ como os boretos podem nuclear o alumínio. Ainda, eles sugerem que a diferença básica relativa a nucleação entre os dois tipos de cristais é que: o $TiAl_3$ pode nuclear a solução sólida do alumínio sem superesfriamento e em muitos casos (terminada a reação peritética) em temperaturas acima da temperatura de ponto de resfriamento do alumínio, já os cristais AlB_2 , TiB_2 e $(Al, Ti)B_2$ requerem um superesfriamento inferior ao ponto de resfriamento do alumínio para nuclear o Al.

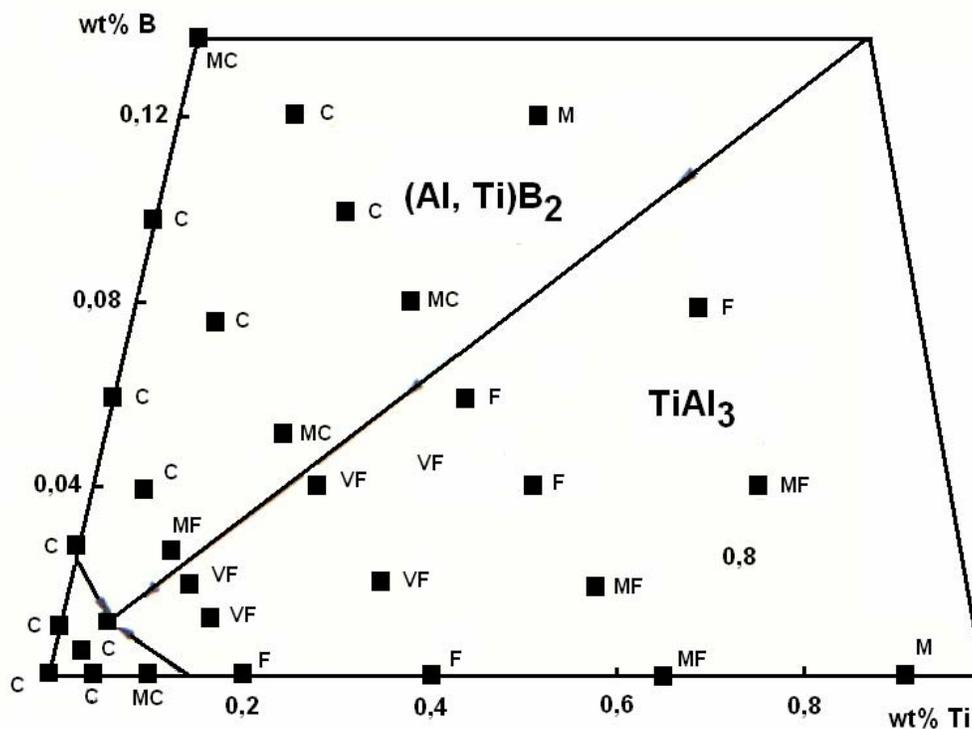


Figura 2.11 - Tamanho de grão nas ligas em função da composição: C= Grosso; MC= Grosso-Médio; M= Médio; MF= Médio-Fino; F= Fino; VF= Verdadeiramente-Fino (Mancantonio e Mondolfo, 1971).

Murty et al. (1999) baseado no trabalho de Birch (1985), descrevem a influência do Mg em uma liga Al-7wt%Si. Eles mostram que adição de Mg ajuda a melhorar a resposta relativa ao refinamento de grão no Al, além de ajudar a reduzir a tensão superficial no metal. Baseados nos argumentos acima, os autores sugerem que o Mg possa agir contra o efeito do envenenamento do Si em ligas Al-Si, ou seja, na diminuição do efeito do refinamento devido à alta porcentagem de

Si. No trabalho, o Mg foi adicionado na liga Al-7wt%Si sob a forma de liga-mãe na proporção de Al-3wt%Mg. O resultado referente ao melhoramento no refinamento de grão por intermédio da adição de diferentes quantidades de Mg (0,1-0,6%wt%) pode ser visto na Figura 2.12. Conforme constatado, a melhor resposta referente ao refinamento é obtida com 0,2% de Mg, o que sugere que este seja o nível ótimo de Mg, o qual é desejado para superar o efeito do envenenamento do Si nesta concentração de Si. Os autores ainda comentam que em altas quantidades de Mg, esse elemento reage com o Si, aumentando a possibilidade da formação do Mg_2Si . Neste caso, há perda de Mg no metal de Al. Também, a formação de Mg_2Si causa uma diminuição no conteúdo de Si no metal, porém é insignificante para causar qualquer redução no efeito do envenenamento do Si.

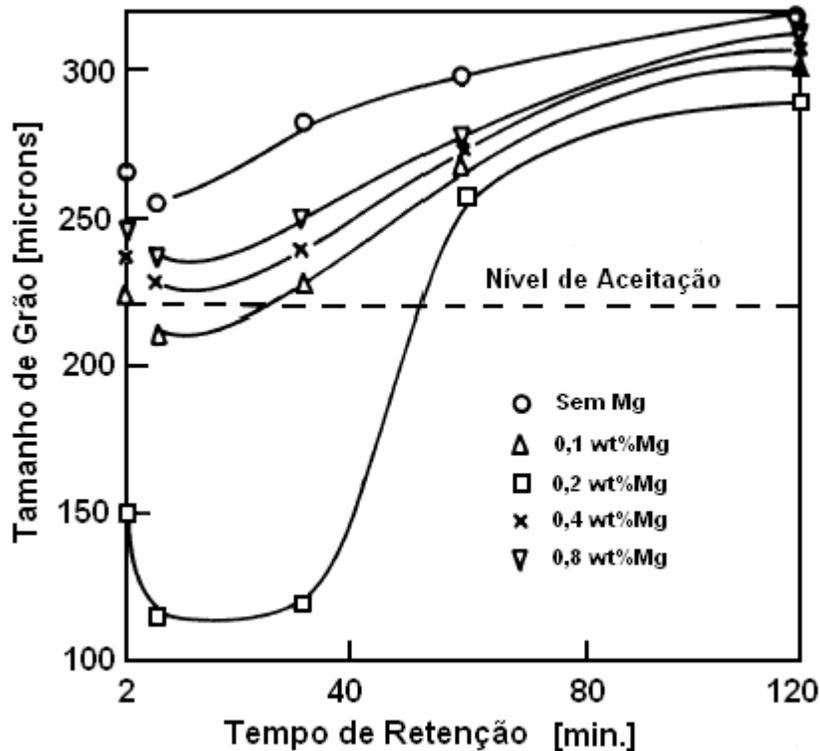


Figura 2.12 - Efeito do nível do Mg no tamanho de grão de uma liga Al-7wt%Si refinada com 0,2wt% de Al-5wt%Ti-1wt%B (Murty, 1999).

Boot et al. (2002) estudou o efeito da adição de diferentes refinadores de grão e da adição do Sr, em uma liga Al-Si do tipo A 356 (0,1 wt%Ti) produzida em uma fundição. Em seu estudo também foi observada a susceptibilidade de defeitos, tais como o trincamento a quente, casca de fundição, porosidade e a trinca de contração. O autor observou um efeito negativo sobre o refino

de grão, quando adicionou mais 0,1% de titânio na liga fundida A356. Pois, a liga A356 que já possui 0,016wt% de Ti, mostra ter o titânio em excesso suficientemente, capaz de se promover uma boa performance referente ao refino de grão. A adição de StroblolyTM (5wt%Sr-1,5wt%Ti-1,3wt%B) na liga de fundição, causou uma melhor aparência externa e um aumento na quantidade de porosidade interna da amostra, reduzindo o desenvolvimento de tensões de contração durante a solidificação. Já a adição de TiBAlloyTM ((1,6wt%Ti-1,4wt% B) 0,1 wt% Ti)) conjuntamente com o Sr, produziu amostras com menor quantidade de porosidade. A adição de forma separada do Sr na liga com TiBAlloyTM e Al-5wt%Ti-1wt%B mostraram um efeito negativo no refinamento de grão. Porém a ocorrência do trincamento a quente foi eliminada, igualmente ao resultado obtido com a adição de StroblolyTM. O autor também relaciona que na ausência de Sr, na produção de amostras refinadas com Al-5wt%Ti-1wr%B, há uma maior quantidade de porosidade interna, inferior ocorrência de trincamento a quente, menor que o ocorrido na amostra produzida com o refinador TiBAlloyTM. Para o autor, a causa disto é desconhecida.

2.5 - Tecnologia utilizada para produção do material semi-sólido

O processamento de ligas com o material no estado semi-sólido, ou seja, na forma de pastas com fases sólidas e líquidas, apresenta diversas vantagens devido ao caráter reológico que o material possui nessas condições (Flemings, 1991). Em geral, os processos como injeção, forjamento e extrusão com pasta reofundida ou tixofundida, são realizados em temperatura inferior à de fusão do metal, com alto grau de deformação, e com uma menor carga devido às boas características tixotrópicas do material semi-sólido. Por esses motivos, é que se prefere trabalhar com uma microestrutura não dendrítica, denominadas globular ou tixotrópica pela literatura.

Para se obter esta microestrutura, há a necessidade de ocorrer uma fusão parcial ou solidificação parcial no material. Em comum, a metodologia utilizada para produção do material semi-sólido tem como objetivo produzir uma microestrutura com finas partículas na fase primária (de preferência inferior à 100µm de diâmetro), cristais circulares, designados também de rosetas ou globulares, dependendo se sua morfologia final for esférica (Apelian, 2002).

Diferentes tecnologias para a obtenção do material no estado semi-sólido já foram desenvolvidas e são apresentadas na literatura. Existem basicamente dois caminhos opostos que permitem a obtenção do material no estado semi-sólido:

- Pela solidificação parcial (partindo do estado líquido).
- Pela fusão parcial controlada (partindo do estado sólido).

Para se obter o material sob estado semi-sólido por solidificação parcial, o material é resfriado de forma contínua da temperatura superior a linha *liquidus* até uma temperatura intermediária ao intervalo *solidus-liquidus*. Atingida a temperatura correspondente a fração semi-sólida, o material é mantido sob essa temperatura durante um determinado tempo de forma a permitir a globularização do material. Atingido o tempo de globularização desejado segundo a fração sólida desejada, o material é utilizado para a produção do produto final. A microestrutura característica do material semi-sólido obtido estará diretamente ligada: à velocidade e às condições de resfriamento, à temperatura adotada para o estado semi-sólido (fração de sólido) e ao tempo de permanência nesta temperatura. O processo de fabricação utilizado para obtenção deste semi-sólido é denominado de reofundição (*rheofforming; rhéoformage*). De forma resumida, a rota da reofundição envolve a preparação da pasta semi-sólida a partir do material líquido, que durante sua solidificação sofre um cisalhamento para alteração da microestrutura, e ainda na condição pastosa é utilizada para produção do produto final.

A refusão parcial é realizada em duas etapas, sendo que primeiramente o material é fundido e estocado. Posteriormente o material é reaquecido até o intervalo *solidus-liquidus*, onde é mantido durante um pré-determinado tempo para produção da pasta, que será usada para confecção do produto final.

Em ambos os caminhos, o principal objetivo é modificar a morfologia da microestrutura em formação, ou já formada, de dendrítica para as chamadas globulares ou tixotrópicas.

No caso da refusão parcial, há parâmetros que poderão influenciar na microestrutura final do produto obtido pelo processo:

- As condições iniciais de solidificação.
- Os tratamentos termomecânicos eventualmente submetidos (recozimento, envelhecimento, encruamento mecânico).

- As condições de reaquecimento.
- A temperatura e tempo de permanência no intervalo *solidus-liquidus*.

2.5.1- No decorrer da solidificação

Flemings, ou mesmo Spencer mostraram que a estrutura dendrítica cede lugar para uma estrutura esferoidal sob ação de um cisalhamento (Spencer, 1972, Flemings, 1976). O crescimento da dendrita é suprimido e os braços da dendrita sofrem uma fragmentação se houver uma agitação no líquido durante a solidificação. Os movimentos do líquido induzido por uma agitação agirão sob os braços da dendrita e os farão dobrar-se, submetendo então as dendritas a movimentos de flexão. Uma recristalização fará aparecer os contornos de grão com forte desorientação, se criando em seguida uma certa deformação plástica. O contorno de grão é em seguida dissolvido pelo líquido, a condição que sua energia seja suficientemente elevada, sendo aproximadamente duas vezes superior à energia da interface sólido-líquido, e os braços das dendritas se destacam do tronco (Vogel, 1979, Doerty, 1984).

Existem diferentes processos que possibilitam a obtenção de uma estrutura semi-sólida globular no decorrer da solidificação parcial:

- **“Agitação Mecânica”** (*Mechanical stirring*) que Flemings et al. (1976) utilizaram em seus estudos de semi-sólido. Seu princípio consiste na aplicação de agitação mecânica forçada no líquido em solidificação que leva à ruptura da estrutura dendrítica em formação e incentiva a globularização. Para tanto, podem ser utilizados uma extensa gama de equipamentos :

a) **Reator Tipo Viscosímetro**: Foi o primeiro equipamento utilizado para obtenção de reofundidos, utilizado por Flemings (Flemings, 1976; Spencer, 1972) e extensamente empregado por outros pesquisadores (Prasad, 1982; Lozano, 1990), é representado na Figura 2.18 a). O equipamento nada mais é do que um reator do tipo Viscosímetro de Couette e consiste de um cadinho refrigerado contendo em seu interior um eixo cilíndrico concêntrico, sendo que entre ambos existe um pequeno espaço anular, 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. Com este tipo de equipamento pode-se executar agitação contínua ou isotérmica. 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 anular varia de 3 a 9 mm, para garantir a homogeneidade de cisalhamento, e portanto da estrutura obtida; a velocidade de rotação reportada (Flemings, 1976; Apaydin, 1982; Assar, 1982) varia de 0,04 a 200 rpm, sendo que bons resultados obtidos para faixas entre 700 e 1100 rpm, para reatores estanques. Este tipo de reator deu origem a novos equipamentos.

b) **Reator com Rotor:** reatores com rotor são variações do *viscosímetro de Couette*. Um modelo típico é mostrado na Figura 2.13 b). Consiste em utilizar o cadinho fixo adicionando-se um eixo central rotativo. Esse rotor pode ser retirado para o descarregamento do material, originando um processo intermitente ou ainda pode-se ter um rotor fixo com uma abertura na parte inferior o que possibilita a produção contínua da pasta. Estes equipamentos são conhecidos como sistemas de câmaras duplas, onde a câmara superior serve como reservatório do metal líquido, (que é mantido a uma temperatura pouco superior à temperatura *liquidus*), conectado à câmara inferior onde se processa a agitação do material semi-sólido. Para facilitar o descarregamento esta segunda câmara pode ser cilíndrica ou cônica. Para estes equipamentos, as partes internas da câmara de reofundição são também revestidas de materiais refratários e resistentes à abrasão. Os espaços anelares são da ordem de 4 a 9 mm, e utiliza rotações da entre 600 e 1000 rpm. Valores inferiores a 600 rpm implicam em não formação da estrutura reofundida e acima de 1000rpm observa-se a formação de estruturas porosas (Flemings, 1976; Mehrabian, 1975). Movimentos relativos entre o rotor e cadinho 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. Porém deve-se ressaltar que este foi o primeiro equipamento capaz de produzir matéria prima reofundida em quantidade suficiente para caracterizar uma escala piloto.

c) **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 a princípio para a fabricação de compósitos metal-cerâmico, pois o pequeno espaço anular dos equipamentos com rotores impede a adição de particulados ou fibrados cerâmicos à pasta reofundida. Os propulsores utilizados vão desde pás simples a sistemas complexos de pás, que ficam mergulhadas no líquido. Estas pás são acionadas por um tempo determinado numa temperatura intermediária à temperatura *solidus* e *liquidus*. A Figura

2.13 c) ilustra um destes equipamentos (Prasad, 1982). Com relação ao descarregamento, este pode ser contínuo, sem a retirada das pás do líquido ao intermitente, com a retirada das pás e vazamento da pasta, ou ainda pode-se fazer o resfriamento do material no próprio cadinho. Em todos os casos 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 esforços adicionados, melhorando a qualidade do campo-fundido obtido.

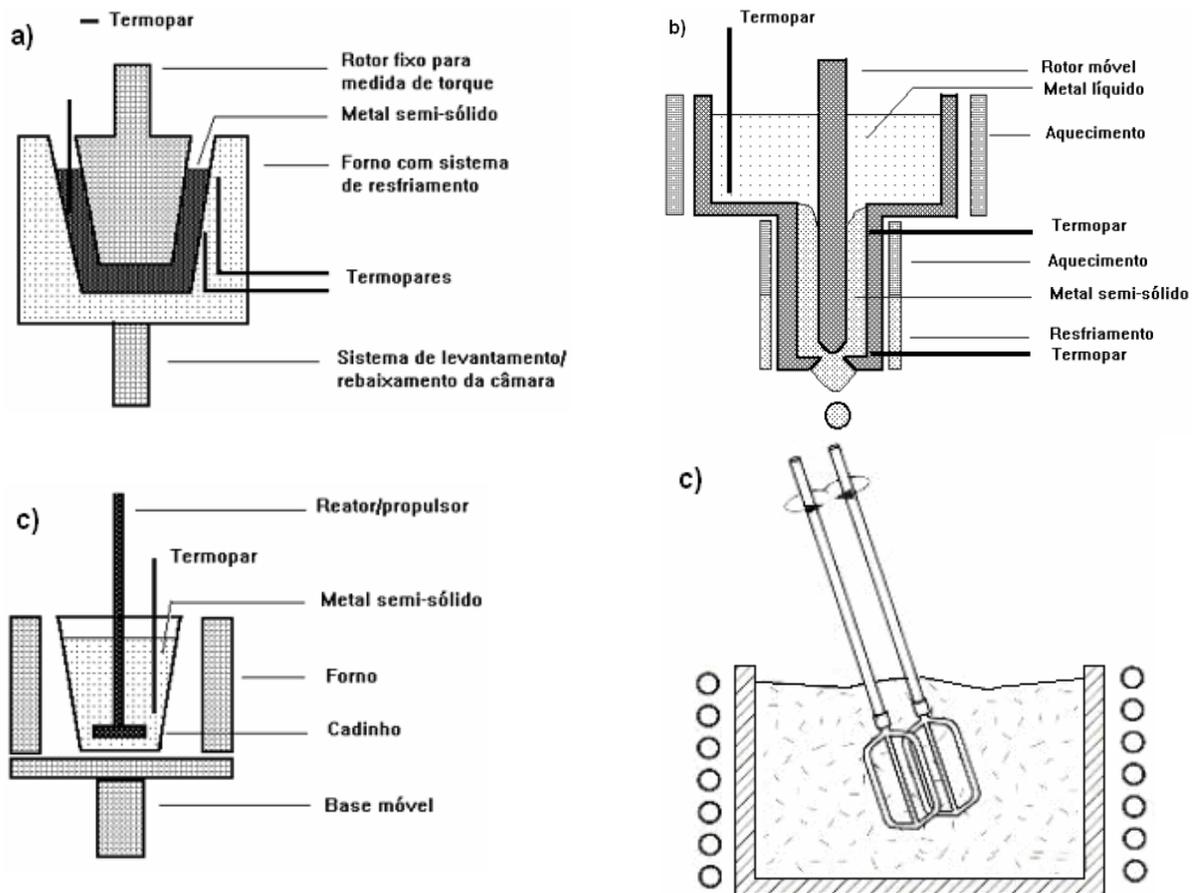


Figura 2.13 - Dispositivos de agitação mecânica: a) Reator Tipo Viscosímetro; b) Reator com Rotor; c) Reator com Propulsor (Flemings, 2000; Prasad, 1982; Mehrabian, 1975).

A agitação mecânica não é empregada comercialmente por diversas razões: devido as grandes dificuldades técnicas como a produtividade baixa, aprisionamento de gás, contaminação do banho, química reação com o sistema de agitação e erosão do sistema de agitação pelos metais líquidos (Fan, 2002).

➤ Agitação Eletromagnética (*Electromagnetic stirring* - SEM): utiliza o fenômeno de corrente induzida. Neste caso uma agitação eletromagnética 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 conseqüente globularização. Estes equipamentos podem ser utilizados para produção estanca ou contínua de pastas. O equipamento é constituído de uma câmara superior, que contém o metal a uma temperatura acima da temperatura *liquidus*, e outra inferior, onde se contém o metal a uma temperatura acima da temperatura *liquidus*, e outra inferior, onde se processa a reofundição. As câmaras inferiores, construídas em um material não magnético (em geral cobre ou aço inoxidável austenítico) são refrigeradas e desta maneira elas obtêm a redução da temperatura aos níveis necessários a se obter uma determinada fração sólida. 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 (Desmain, 1988; Vives, 1992; Furui, 1993). 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 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 devido à dificuldade de penetração do campo magnético por intermédio da massa metálica, sendo ainda que o campo magnético não é uniforme através da secção da peça (máximo na superfície e mínimo no centro), ocorrendo uma agitação mais intensa junto à parede do molde. Desta maneira, a estrutura reofundida pode não ocorrer no centro do lingote. Porém o reduzido volume produzido é compensado pela possibilidade do processo contínuo. Outro fator limitante é o alto custo do equipamento (Winter, 1980; Furui, 1993)

2.5.2 - Por refusão parcial

O estudo dos mecanismos de obtenção de reofundidos por intermédio do uso da agitação levou a observação dos fenômenos responsáveis pela formação da estrutura pastosa globularizada. Alguns autores descrevem a formação de uma estrutura globular a partir de uma estrutura dendrítica a partir de uma refusão parcial. O aquecimento acima da temperatura *solidus* de estruturas convencionais dendrítica promove fusão parcial do material, isto é, inicialmente fases eutéticas em ligas hipo e hipereutéticas. A fase primária remanescente, envolta de líquido,

tende naturalmente a globularizar, devido a fenômenos de redução de energia superficial. A manutenção do material a uma temperatura e tempo adequados resulta em estruturas globulares (Reeves, 1971; Robert, 1987; Robert, 1989; Kattamis, 1991; Zoqui, 2001).

Existem diferentes processos que permitem obter uma estrutura globular mais facilmente e sobretudo mais rapidamente:

➤ Um dos processos é a utilização de refinadores de grãos compostos por titânio e boro para produção de pastas para tixofundição. Este conceito foi desenvolvido por Laxmanan na General Motors em 1980 (Figueredo, 2001). Utilizando técnicas especiais de refinamento de grãos, combinada com a técnica de resfriamento contínuo, é possível impedir a formação de grãos colunares, e assim produzir tarugos com tamanho de grãos menores que $150\mu\text{m}$ e com a forma equiaxial ou de rosetas. Assim, na hora da refusão, a evolução da estrutura para uma estrutura globular será rápida. Uma das desvantagens deste procedimento é que os agentes nucleadores de grão são unicamente efetivos para algumas ligas, outra é que em alguns casos estes aditivos permanecem presentes no produto sob a forma de inclusões não-metálicas, que podem afetar tanto no processamento do material semi-acabado como nas propriedades mecânicas do produto final (Fan, 2002).

➤ O processo *SIMA* (*Strain Induced Melt Activation*) desenvolvido por D. H. Kirkwood e colegas da Universidade de Sheffield na Inglaterra (Figueredo, 2001), utilizado para produção de barras de forma industrial, consiste em submeter o material antes da refusão parcial à uma deformação plástica de tal forma que seja suficiente para promover a recristalização dos grãos. Durante o reaquecimento do material para o regime de semi-sólido, primeiramente o material deformado recristaliza na temperatura abaixo da linha *solidus* formando novos grãos minúsculos, que posteriormente tornam-se grosseiros e começam novamente a globularizar numa curta fração de tempo no regime da temperatura de semi-sólida.

➤ A obtenção de uma estrutura globular pode ser ainda a partir da refusão parcial de dois tipos de ligas sob a forma de pó com granulometria fina compactados (Young, 1986). A idéia é que ao aquecer este pó, somente uma liga venha a fundir-se de maneira a conservar outra no estado semi-sólido.

➤ O processo *thixomolding* desenvolvido por Dow Chemical já é um processo industrializado utilizado para ligas de magnésio. Seu princípio, como esquematizado Figura 2.14

é idêntico à injeção de polímeros, consiste em aquecer o material e injetá-lo dentro de um molde. Um cisalhamento intenso e constante imposto ao material, no estado semi-sólido durante todo seu deslocamento, permite quebrar as dendritas e favorecer a formação de partículas sólidas finas e esféricas (Figueredo, 2001).

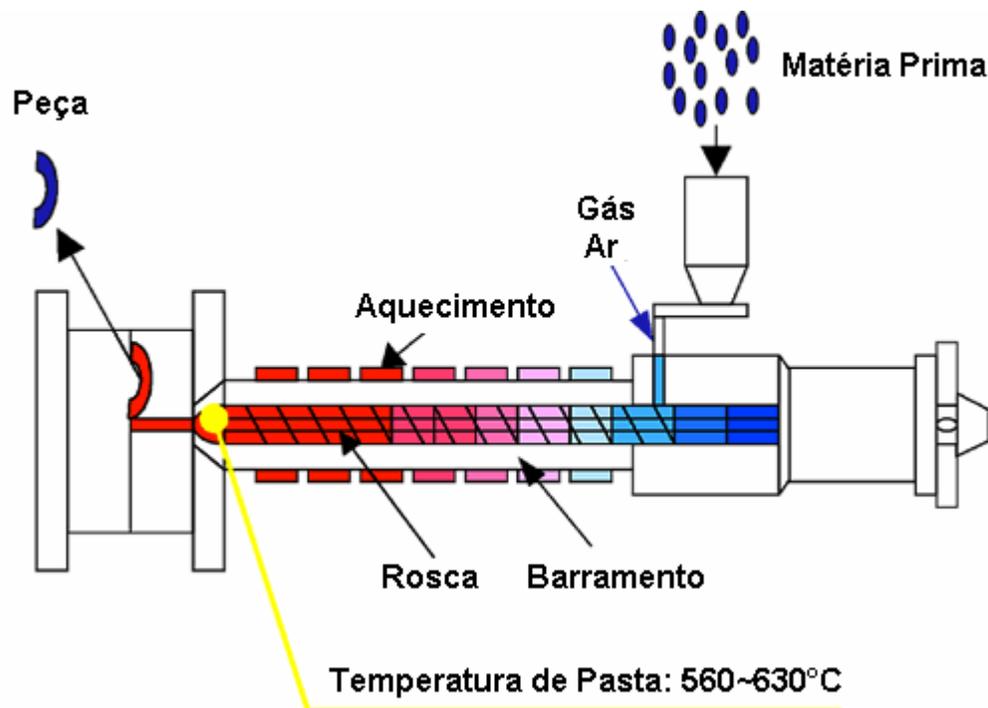


Figura 2.14 - Diagrama esquemático do processo *thixomolding* (JSW, 2008)

2.5.3 - Caracterização de estruturas reofundidas

Como se constata em inúmeros trabalhos da literatura, existem duas formas de se caracterizar uma estrutura reofundida:

- Por sua Viscosidade.
- Por sua Estrutura Metalúrgica.

A viscosidade é considerada um parâmetro reológico essencial em materiais semi-sólidos e possui um papel importante, equivalente ao conceito de fluidez para materiais líquidos e o módulo de resistência para materiais sólidos. Viscosidade é uma indicação da capacidade do material semi-sólido em preencher o molde e auxilia na determinação da força necessária para deformação e fluxo do material (Lashakari, 2007).

Spencer, em 1972, foi o primeiro a observar o comportamento reológico de pastas reofundidas, quando estudava o aparecimento de trincas de solidificação na liga Sn-15%Pb. Spencer (1972) submeteu a liga Sn-15%Pb a agitação contínua durante a sua solidificação, utilizando um equipamento provido de uma câmara cilíndrica rotativa contendo em seu interior um eixo fixo capaz de promover diferentes valores angulares de deformação. O metal líquido era submetido ao resfriamento no interior desta câmara em movimento, durante sua solidificação. O autor observou que a estrutura da liga solidificada nestas condições não era a convencional dendrítica, mas sim, que a fase primária apresentava uma morfologia com discretas partículas esféricas. Em testes posteriores, Spencer observou que a estrutura obtida apresentava em seu escoamento o comportamento parecido ao 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 no escoamento um comportamento de não linearidade no decorrer da deformação sob a aplicação de tensão, como ocorre em fluidos Newtonianos (viscosidade constante para qualquer tensão). Esta relação é dada pela tensão de cisalhamento entre camadas do fluido e o gradiente de velocidade entre elas. Para fluidos não-Newtonianos, o parâmetro comumente utilizado para definir seu comportamento é a viscosidade aparente. O comportamento de escoamento, representado pela viscosidade aparente, é, portanto dependente da tensão aplicada. Além disso, as pastas reofundidas apresentam escoamento tixotrópico, significando que a viscosidade aparente além de depender da tensão aplicada depende também do tempo de aplicação da tensão. A partir de então, a caracterização de um material por intermédio de sua viscosidade passou a ter um papel importante em materiais semi-sólidos.

Os trabalhos de Spencer utilizaram o viscosímetro do tipo Couette, assim como muitos outros autores utilizaram a mesma técnica para se entender o comportamento viscoso dos materiais semi-sólidos. Porém, este tipo de viscosímetro é complexo e permite verificar a viscosidade em condições muito particulares, muitas vezes distantes da aplicação prática necessária ao desenvolvimento e aplicação destes materiais (Spencer, 1972).

Surgiram outros ensaios mais simples para caracterização do material semi-sólido, como o ensaio por compressão (Laxmanan,1980), ensaio por compressão rápida (Yurko, 2001), ensaio por indentação (Bigot, 2005), extrusão direta e indireta (Lashakari, 2007). Porém, dentre estes

ensaios um dos mais empregados é o por compressão, no caso para frações sólidas superiores a 0,4%.

Laxmanan e Flemings em 1980 publicaram o primeiro trabalho completo a respeito da utilização dos testes de compressão entre placas paralelas a quente para caracterização reológica deste material (Laxmanan, 1980). As equações utilizadas serão reproduzidas aqui, pois são consideradas como a base para análise da viscosidade das estruturas obtidas por este trabalho, assim como para o grupo de pesquisa do DEF da UNICAMP.

Em um ensaio de compressão em placas paralelas realizado em uma amostra cilíndrica de altura inicial (h_0), num dado tempo (t) em compressão para um instantâneo deslocamento durante a compressão (h), a curva deslocamento pelo tempo pode ser convertida em deformação de engenharia (e), que é dada por:

$$e = 1 - \frac{h}{h_0} \quad \text{Equação 2.11}$$

A pressão instantânea de compressão (P) é dada por:

$$P = \frac{Fh_0}{v(1-e)} \quad \text{Equação 2.12}$$

Onde, o volume da amostra é constante (v) e F é a força aplicada.

Supondo que o volume (v) seja constante durante todo o ensaio de compressão, e que a amostra seja comprimida entre duas placas cuja área é maior que a maior área ocupada pelo material deformado, a tensão (σ) num determinado tempo (t) de ensaio será dada por:

$$\sigma = \frac{Fh_0}{v}(1-e) = \frac{Fh}{v} \quad \text{Equação 2.13}$$

Para o caso de um fluido viscoso do tipo Newtoniano a relação entre viscosidade (μ) e a força aplicada (F) para a deformação (e), utilizando-se também o ensaio de compressão em duas placas paralelas é dada por:

$$\frac{1}{h^4} - \frac{1}{h_0^4} = \frac{8\pi F t}{3\mu v^2} \quad \text{Equação 2.14}$$

Desta maneira é possível se obter a viscosidade aparente (μ) ao se montar um gráfico de $(1/h^4 - 1/h_0^4)$ no tempo (t). Mas como será visto adiante que a carga utilizada neste trabalho não permaneceu constante, é então necessário isolar a viscosidade aparente (μ) em função do tempo. Neste caso tem-se:

$$\mu = \left(\frac{8\pi F}{3v^2} \right) \left(\frac{1}{h^4} - \frac{1}{h_0^4} \right)^{-1} t \quad \text{Equação 2.15}$$

Além dos cálculos para obtenção da viscosidade, Laxmanan propôs uma maneira simplificada para se obter a taxa média de cisalhamento ($\dot{\gamma}_{av}$) dada por:

$$\dot{\gamma}_{av} = - \left(\sqrt{\frac{v}{\pi}} \right) \left(\frac{dh/dt}{2h^{2.5}} \right) \quad \text{Equação 2.16}$$

Onde: dh/dt é a taxa de compressão (mm/s); h a altura (m).

Tem-se, portanto, que é possível obter a viscosidade em função do tempo, assim como a taxa média de cisalhamento. O objetivo da obtenção de ambos é se estabelecer meios para analisar o comportamento não Newtoniano do material semi-sólido, uma vez que o material reofundido não se comporta como um material Newtoniano e sim como um fluido tixotrópico.

Lashakari (2007) realizou uma revisão a respeito da reologia de materiais semi-sólidos, onde conclui que os parâmetros metalúrgicos que mais influenciam na viscosidade do material são: a fração sólida, a forma, o tamanho e distribuição da partícula na microestrutura, a composição química e temperatura de vazamento.

Laxmanan e Flemings (Laxmanan, 1980) utilizam então o modelo *Ostwald-de-Waele* ou *Power-Law*:

$$\mu = m \dot{\gamma}^{(n-1)} \quad \text{Equação. 2.17}$$

Onde m é conhecida como constante de consistência ou proporcionalidade e n é conhecido como *Power-Law Index*. Estas constantes aumentam com o acréscimo na fração sólida, onde m aumenta de forma exponencial e n por intermédio de uma relação linear. Os parâmetros *Power-Law*, m e n , podem ser obtidos diretamente da análise da curva tensão versus tempo. Quanto menor o valor n , maior é o comportamento pseudoplástico. Porém vários são os fatores a influenciar nestas medidas, como em altíssimas taxas de cisalhamento não há tempo para que ocorram os fenômenos de aglomeração dos glóbulos primários originando um valor baixo na viscosidade. Já para baixas taxas de cisalhamento a interação entre as partículas primárias é facilitada, originando valores altos para a viscosidade. Moon (1990) observou na liga Pb-15wt%Sn que m varia de $40000\text{Pa}\cdot(\text{s}^n)$, para n igual a 0,32 sob taxas de cisalhamento na ordem de $0,001\text{s}^{-1}$ a $30\text{Pa}\cdot(\text{s}^n)$ e n igual a 0,1 para taxas de cisalhamento na ordem de 200s^{-1} . Suery (1982) constatou que m é fortemente influenciada pela fração líquida presente no material semi-sólido.

A grande maioria dos trabalhos publicados que abordam a caracterização das estruturas reofundidas trata a caracterização metalúrgica da fase primária em termos de tamanho médio de glóbulos e do teor da fase secundária em termos relativos. Não houve grande preocupação nesta inovação de caracterização e raros trabalhos utilizam a caracterização da macroestrutura.

Os trabalhos iniciais de Apaydin demonstravam que os glóbulos reofundidos tinham uma estrutura complexa (Apaydin, 1980), mas Ito e Flemings (Ito, 1992) mostram como eram espacialmente tais glóbulos. Os mesmos autores idealizaram a primeira metodologia para avaliação da morfologia dos materiais reofundidos ao criar o índice “*Fraction Solid plus Entrapped Liquid*” - f_S , que nada mais é do que a somatória do volume relativo da fase primária (f_α) mais o volume relativo referente à quantidade de fase secundária presa dentro da fase primária (f_L), e que portanto, não auxiliará nos processos de tixotomização:

$$f_S = f_\alpha + f_L \quad \text{Equação 2.18}$$

Este índice apresenta vantagens e desvantagens. A vantagem é a simplicidade da idéia ao ser utilizada na caracterização de reofundidos, uma vez que a utilização de um equipamento para análises de imagens é suficiente para medir a fração volumétrica da ambos (f_S e f_L). A

desvantagem está na determinação da área efetiva para fazer esta medição, pois, apesar de Ito e Flemings terem demonstrado que existe uma correlação direta entre o f_s e a viscosidade aparente da pasta metálica, a delimitação das áreas depende da visualização por intermédio do software de análise de imagens, o que implica em análise subjetiva por parte do operador.

Em 1995 Loué criou um índice adimensional que leva em conta a existência de interconexões de fases primária, denominado por Fator de Forma - F_g como sendo o quadrado da média da área de interface sólido/líquido (na realidade fases primária e secundária) por grão.

$$F_g = \frac{1}{6\pi f_\alpha} \frac{S_v^2}{N_A} \quad \text{Equação 2.19}$$

Onde S_v é a área da superfície curva da fase primária em (mm^2) pelo volume total desta fase primária em (mm^3), N_A é o número de grãos por unidade de área e f_α é a fração sólida, ou seja, a fração volumétrica da fase primária. Na observação por intermédio de um sistema de análise de imagens de imagens S_v pode ser obtido da seguinte relação:

$$S_v = \frac{4}{\pi} \frac{L_{\alpha 1}}{A} \quad \text{Equação 2.20}$$

onde $L_{\alpha 1}$ nada mais é do que a soma do perímetro da fase primária e A , a área total analisada. A fração sólida da fase primária é dada por:

$$F_\alpha = \frac{A_\alpha}{A} \quad \text{Equação 2.21}$$

Onde A_α é a área relativa a fase primária. Desta maneira, consegue-se um índice adimensional que pode ser utilizado para a plena caracterização das pastas reofundidas. A grande dificuldade, no entanto é determinar o índice N_A uma vez que devidos as interconexões, uma partícula que aparentemente está desconectada em uma das dimensões pode estar conectada em três dimensões. Nesse caso a metalografia convencional originaria um número excessivo de contagens originando um alto valor no N_A . Loué optou por fazer uma contagem utilizando técnicas de metalografia colorida, em que pressupõe que partículas as quais apesar de separadas, estejam lado a lado e as que apresentem a mesma coloração são na realidade parte de um mesmo

aglomerado. Desta maneira se evitaria a dupla ou tripla contagem de um mesmo aglomerado. Ainda em 1995, Salvo simplificou o trabalho de Loué (Loué, 1995; Salvo, 1995) ao utilizar o fator de forma F_g como sendo:

$$F_g = \frac{8}{3\pi f_\alpha} \frac{N_L^2}{N_A} \quad \text{Equação 2.22}$$

Onde N_L é o número de interfaces sólido/líquido (fase primária/fase secundária) por mm.

Supostamente, o valor de F_g para estruturas completamente globulares envoltas pela fase secundária seria 1 dada às características deste fator, porém, muitas vezes o valor atinge níveis inferiores a 1 como mostrado pelo próprio autor pouco tempo depois (Salvo, 1995).

Liu (2002) em seu trabalho avaliou a tixoconformabilidade de ligas de alumínio pelo teste de compressão. O autor determinou o fator de forma (FF) adotando a seguinte equação proposta por Witulshi em 1998:

$$FF = \frac{4\pi(\text{Área})}{(\text{Perímetro})^2} \quad \text{Equação 2.23}$$

Sendo que, quando o valor apresentar 1, indica que a partícula é completamente esférica.

Bartos-Tausig utilizou três características metalográficas para caracterização: a) o tamanho médio da partícula em termos da média do mais longo eixo na partícula, associado a; b) Fator de Forma para Circularidade (*Circularity Shape Factors - CSF*) e o c) *Aspect ratio - R* dado pela relação entre a média do comprimento mais longo pelo menor comprimento da partícula primária (Bartos-Tausig, 1996; Basner, 2000):

$$CSF = \frac{P^2}{A} \quad \text{Equação 2.24}$$

Onde P é somatória do perímetro da fase primária, ou seja, exatamente o L_{a1} descrito anteriormente por Loué, e A é a área total referente à fase primária.

Tzimas utiliza outras três caracterizações para a fase primária : a) o diâmetro equivalente (d_α), como sendo o diâmetro médio de um círculo que possui a mesma área média das partículas da fase primária; b) o fator de alongamento (Elongation Factor - x), que nada mais é do que a relação média entre os comprimentos larguras (a) e altura (b) de hipotéticos retângulos ao redor das partículas da fase primária e c) o tradicional Fator de Forma ou “Surface Factor” - z , como a relação entre o perímetro médio e a área da partícula. Neste caso a esfera perfeita possui fator de forma igual a 1 (Tzimas, 1998):

$$d_\alpha = 2\sqrt{\frac{A_\alpha}{\pi}} \quad \text{Equação 2.25}$$

$$x = \frac{a}{b} \quad \text{Equação 2.26}$$

Onde, a é a largura do retângulo sobre a fase primária e b é a altura do retângulo hipotético.

$$z = \frac{P_\alpha^2}{12,6A_\alpha} \quad \text{Equação 2.27}$$

Porém, deve-se tomar cuidado para não se confundir z com o fator de forma clássico (*Shape Factor* - SF). Na realidade z é o inverso de SF , que pode ser descrito como:

$$SF = \frac{4\pi A_\alpha}{P_\alpha^2} \quad \text{Equação 2.28}$$

Outra forma de se avaliar a distribuição da partícula no material semi-sólido é por intermédio da determinação contigüidade (Fan, 2002), desenvolvida por Gurland e Lee e pode ser definida pela seguinte equação:

$$f_{SC} = C_s f_s \quad \text{Equação 2.29}$$

Onde, f_{SC} é a contigüidade por volume e C_s é a contigüidade da fase sólida. A contigüidade nada mais é do que a uma medida da coesão entre as partículas da fase primária na estrutura semi-sólida, e é obtida da fração média de superfície compartilhada por um glóbulo com todos os

glóbulos ao seu redor. A contigüidade por volume seria este valor multiplicado pela quantidade relativa desta fase sólida. Resultados experimentais mostram que a contigüidade por volume não excede os valores 0,3 para materiais tixotrópicos de boa fluidez; porém, em outro caso, o valor abaixo de 0,1 não é bom para tixoconformação devido apresentar uma pior estabilidade da pasta por endurecimento.

Zoqui em 2000 criou uma ferramenta com o objetivo de analisar-se a estrutura reofundida denominada de *Rheocast Quality Índice*, qual permite analisar a eficiência do método de obtenção da matéria. Esta ferramenta é expressa pela seguinte equação:

$$RheocastQualityIndex(RQI) = \frac{GLS}{GS * SF} \quad \text{Equação 2.30}$$

Onde *GLS* é o tamanho de glóbulo ou tamanho de partícula primária, *GS* o tamanho de grão e *SF* é o fator de forma (Zoqui, 2000, 2004).

2.6 – Processos de conformação do material semi-sólido

Como apresentado anteriormente, no Item 2.5, existem diversas tecnologias para obtenção do material com as características tixotrópicas, ou seja, um material na forma de pasta com fases sólida e líquida com qualidade excelente para sua posterior tixofundição (injeção), tixolaminação, tixoestampagem, tixoforjamento e tixoextrusão.

A tixofundição por injeção foi o processo pioneiro no desenvolvimento e aplicação da tecnologia de conformação de metais em estado semi-sólido, sendo o processo de tixoconformação mais amplamente atualmente utilizado. O equipamento comumente utilizado na tixoinjeção é a máquina injetora do tipo horizontal, geralmente de capacidade maior do que as convencionalmente utilizadas para injeção de alumínio sob o estado líquido, tendo a ela associados fornos de reaquecimento de tarugos previamente reofundidos. Este processo é adotado por empresas de países desenvolvidos e fundamentalmente na fabricação de produtos para indústria automobilísticas, mais especificamente componentes de alumínio ou de magnésio.

Quanto às propriedades mecânicas das peças tixofundidas, já foi demonstrado que são melhores ou no mínimo similares às obtidas pelo processo convencional de fundição sob pressão

(Hirt, 2000). Sua grande vantagem é que a frente do avanço não turbulento permite um melhor preenchimento do molde, produzindo peças livres de poros e inclusões; também há melhor acomodação das tensões internas (sólido globular), o que reduz a ocorrência de trincas de contração, resultando em estruturas mais homogêneas com melhores propriedades mecânicas. Reportes de aplicação industrial da injeção semi-sólida podem ser encontrados em trabalhos tais como de: Garat et al. (2000), Kapranos (1994), Moschini (1995), Clauser (1996), Chiarmetta (1994), Carnahan (1994), entre outros mais.

A aplicação de matéria prima semi-sólida nos processos de tixolaminação e tixoextrusão tem sido testada ao nível de laboratório, principalmente para ligas de baixo ponto de fusão (chumbo e estanho) e ligas de médio ponto de fusão (ligas de alumínio).

A tixoextrusão no estado semi-sólido foi investigada por Kiuchi et al. (1994), em ligas de alumínio e cobre, e também em compósitos de metal-cerâmica. Os resultados obtidos podem ser resumidos da seguinte maneira:

- A pressão necessária para a extrusão no estado semi-sólido é muito baixa quando comparada com a pressão convencional da extrusão a quente. Observou-se que a pressão para a extrusão da pasta é de aproximadamente 1/4 até 1/5 da convencional quente;
- Devido à baixa pressão de extrusão, uma alta redução é conseguida, através de um passe simples;
- O líquido atua como um lubrificante;
- Materiais com baixa deformabilidade podem ser extrudados com mais facilidade no estado pastoso.

Quanto ao processo de tixoestampagem, só se conhecem dois trabalhos com estudos preliminares sobre a viabilidade da tixoestampagem com ligas de alumínio de microestrutura globular, sendo um realizado por Adamiak et al. (1999) e o outro por Pires (2005). Em ambos os experimentos, foi adotado a liga AA5052 para estudo. Adamiak et al. (1999) em seu experimento, a liga em duas diferentes condições, laminada e globularizada por fusão parcial em duas diferentes condições, é comparada em ensaios de Erichsen. Os resultados obtidos mostraram que a força necessária para um certo deslocamento com a estrutura globular pode ser reduzida em

50% em comparação com a laminada. Porém, a resistência à tração e ao escoamento apresentaram valores muito menores no material de microestrutura globular.

Quanto a laminação de ligas no estado semi-sólido, o processo tem sido investigado para aplicação na fabricação de barras e chapas. Kiuchi e Sugiyama (1994) estudaram o processo de laminação da liga AA7075 chegando as seguintes conclusões:

- Para altas frações de líquido e reduzida razão de deformação, a fase sólida da pasta mantém a sua forma globular durante a deformação pois não se produz contato intenso entre os glóbulos, permitindo a sua movimentação livre no líquido;
- Para elevada razão de deformação e/ou elevada fração sólida, os grãos não têm como passar pelos rolos laminadores sem entrar em contato entre si, provocando a deformação e gerando uma estrutura fibrosa. Esta deformação aumenta com a redução de área;
- A estrutura obtida pela laminação de semi-sólidos nem sempre é homogênea, em alguns casos o líquido é rejeitado para as bordas e extremidades do produto, enquanto a fase sólida concentra-se no centro da peça. Este tipo de heterogeneidade provoca variação nas propriedades mecânicas ao longo da secção transversal dos produtos;
- Os produtos tixolaminados apresentam bom alongamento, independente de apresentar ou não heterogeneidade estrutural; já sua tensão limite de escoamento é menor do que a de produtos laminados convencionalmente a quente, e o limite de resistência a tração é comparável ao de laminados convencionais;
- A heterogeneidade estrutural pode ser eliminada por tratamento térmico;
- Os valores de tensão na laminação de semi-sólidos são menores do que na laminação convencional, atingindo valores da ordem de (1,4 a 1,5) menores na conformação das chapas com fração sólida de 70%.

O forjamento de semi-sólidos, ou seja, o tixoforjamento é o segundo mais estudado dentre os processos de conformação de semi-sólidos, porém a complexidade dos estados tensionais envolvidos e diversidade de peças que podem ser obtidas por forjamento fazem com que o domínio de tecnologia esteja ainda deficiente e não preparado para sua transferência ao setor industrial.

O forjamento livre e o recalque mediante testes de compressão de semi-sólidos têm sido os tipos de forjamento mais estudados, segundo Kiuchi (1994), Chen et al (1996), Kang et al (1999), Chayong et al (2000).

Geralmente a matriz adotada para execução do experimental são as do tipo fechadas (Chang, 1999; Robert et al, 2000; Steinhoff, 2000; Kang, 2004).na maiorias dos casos, os ensaios têm sido feitos em peças com geometria em forma de disco.

O processo de fabricação de peças utilizando a técnica de tixoforjamento é composto basicamente de dois estágios: obtenção da matéria prima com especial morfologia (pasta reofundida) e a conformação em seguida. Conforme descrito no trabalho de Rovira (2001), para se obter uma operação de tixoforjamento com êxito, obtendo produtos com boa qualidade superficial e exatidão em suas dimensões, é preciso compreender a influência das seguintes variáveis:

- a) composição química e estrutura da matéria prima;
- b) temperatura de trabalho e tempo de permanência do material no estado semi-sólido;
- c) temperatura e material da matriz no tixoforjamento;
- d) velocidade de conformação.

Capítulo 3

Procedimento Experimental

Neste capítulo será apresentada de forma detalhada toda metodologia adotada para o desenvolvimento do trabalho. Para tanto, executou-se o trabalho em 5 etapas distintas, abrangendo desde a metodologia adotada para obtenção das ligas para a execução de todo experimental, até a execução dos ensaios de tração.

Na primeira etapa do trabalho foi realizado o vazamento das 4 ligas de Al-Si desejadas. Nessa etapa, certos cuidados foram tomados para se obter essas ligas, tal como o balanceamento de massas para se obter as desejadas composições, dentre outros descritos posteriormente.

Já na segunda etapa, foi executada toda caracterização metalúrgica das ligas, seja com o material sob estado semi-sólido ou fundido. Essa caracterização foi realizada sobre o material semi-sólido submetido aos tratamentos de globularização com frações sólidas de 45% e 60%, adotando-se os tempos de globularização de 0s, 30s, 90s e 210s.

A terceira etapa compreendeu os ensaios de compressão a quente e objetivou-se caracterizar nessa etapa a viscosidade para cada condição estudada. As frações sólidas e tempos de globularização foram idênticos aos da segunda etapa.

Na quarta etapa, que se encontra descrita cuidadosamente neste capítulo, a considerada a mais importante deste trabalho, executou-se toda a preparação referente à realização do processo de tixoforjamento na prensa do tipo excêntrica com matriz aberta. Esta fase descreve como

se executou o projeto da matriz, e se realizou sua montagem e a de todos equipamentos suplementares para permitir-se controlar e realizar o processo. A quinta e a última parte deste capítulo descreve a metodologia que foi empregada no decorrer dos experimentos de tixoforjamento, e também como foi realizada remoção dos corpos de prova de tração da peça obtida para sua avaliação, referente as suas propriedades mecânicas.

Como este trabalho foi uma continuação do projeto executado por Paes em 2001, projeto esse pertencente ao mesmo grupo de trabalho, as etapas do procedimento experimental, ou seja, da 1° à 3° etapas, possuem certas semelhanças ao trabalho de Paes. Porém, toda metodologia experimental diferenciou-se bastante da que foi empregada por Paes, uma vez que tomou-se o cuidado de aprimorá-la de forma a torná-la mais funcional, ou seja, fácil de ser executada por qualquer pessoa e com a possibilidade de rápida obtenção de resultados. A única fase idêntica ao trabalho de Paes foi a referente à execução dos ensaios de compressão a quente. Assim, pode-se afirmar que as duas últimas etapas descritas neste capítulo são totalmente inovadoras na área de tixoforjamento de alumínio, ainda mais quanto ao emprego de uma prensa excêntrica com matriz do tipo aberta.

No fluxograma ilustrado na Figura 3.1, pode ser vista a seqüência que se adotou para a execução do procedimento experimental.

3.1 - Produção das ligas

Quanto à produção da matéria-prima para o tixoforjamento (pasta reofundida), buscou-se otimizar neste trabalho o processo de obtenção da matéria-prima via a técnica de ultra-refino de grãos. O principal objetivo foi produzir, de forma mais simples e com menor valor agregado, ligas que apresentassem desde excelente qualidade quanto à sua homogeneidade morfológica, até qualidade dimensional quanto à sua estrutura, de forma a permitir-se realizar posteriormente um tixoforjamento, com matéria-prima de boa qualidade e com diferentes frações sólidas.

Para a realização do estudo, foram confeccionadas no laboratório de fundição da UNICAMP quatro ligas de Al-Si-Mg, com diferentes proporções de silício (1wt%, 2wt%, 4wt% e 7wt%Si) e com sua porcentagem de magnésio fixa (0,5wt%Mg). Foi fixada a porcentagem de magnésio em 0,5wt%, visto que as ligas com esta porcentagem apresentaram melhor evolução

morfológica em termos de globularização e viscosidade sob a forma de material semi-sólido, diante das ligas com 1wt% de Mg, conforme apresentado no trabalho de Paes (2004).

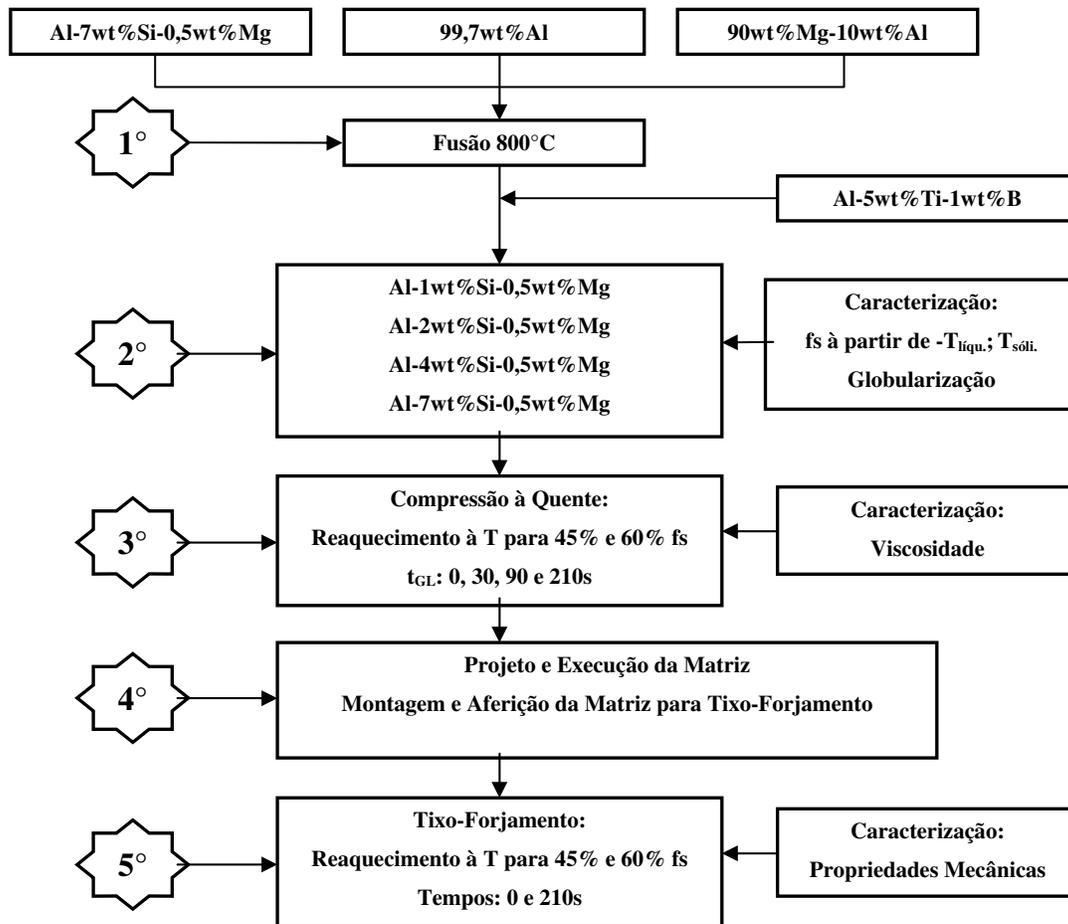


Figura 3.1 - Fluxograma esquemático da seqüência adotada para execução do procedimento experimental.

As ligas foram obtidas pelo processo de fundição convencional em molde metálico, com a técnica de ultra-refino de grãos. Somente a liga com 7wt%Si adotada é comercializada e amplamente utilizada na tecnologia de produção de peças com material semi-sólido. Assim sendo, adotaram-se para a realização do estudo três ligas não comerciais, de forma a contribuir-se para o entendimento do comportamento destas ligas como material semi-sólido, seja diante do processo de tixoforjamento, seja quanto ao preenchimento de molde, ou seja, ainda quanto à evolução morfológica e à sua viscosidade ou mesmo em relação às suas propriedades mecânicas.

Para produzir cada liga com a composição química desejada, houve a necessidade de realizar-se um balanço de massas por intermédio de três ligas comerciais, além do refinador de grão. As ligas comerciais utilizadas para obtenção das ligas, assim como suas respectivas composições químicas de cada fabricante, são apresentadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição química de cada liga segundo seu fabricante.

Liga	Fabricante	Composição química por elemento [wt%]						
		<i>Si</i>	<i>B</i>	<i>Mg</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Ti</i>
A356	Vista Azul-LTDA	7,20	-	0,45	0,50	0,09	0,17	0,05
90wt%Mg-10wt%Al	Metalur S/A	0,29	-	90,40	0,02	0,09	0,09	0,05
Al-Cp	Alcoa - LTDA	0,07	-	0,001	0,11	0,001	0,001	-
Al-5wt%Ti-1wt%B	FOSECO - LTDA	0,06	0,99	-	0,30	-	-	4,88

A partir das três ligas comerciais, realizou-se um simples equacionamento para determinar a quantidade exata de material necessário para produzir cada uma das ligas desejadas. Esse equacionamento baseou-se nas composições químicas das ligas pré-especificadas por seus fabricantes.

O equacionamento realizado para a obtenção da quantidade necessária de cada liga para compor uma carga de fusão de 6 kg, assim como as composições de cada liga-mãe, são apresentados na Tabela 3.2. A massa necessária da liga A356 é representada por “x”, “y” representa a liga 90wt%Mg10wt%Al e “z” a liga comercialmente pura. O índice ‘q’ representa a porcentagem de silício necessária para compor cada liga, como por exemplo, para liga de 1wt%Si o índice ‘q’ era de ‘0,01 * massa total de fusão’. Em razão de se considerar desprezível, não se levou em consideração no equacionamento a quantidade de refinador utilizado para a técnica de ultra-refino.

A Tabela 3.3 apresenta a quantidade necessária em massa de cada liga para compor cada liga produzida. Vale lembrar, que se acrescentou 10 % a mais da liga 90wt%Mg10wt%Al devido à sua alta reatividade com oxigênio, ao fundir-se no momento em que é incorporada ao banho.

Tabela 3.2 - Equacionamento para a produção de 6 [kg] de liga.

Ligas		Si [wt%]	Mg [wt%]	Peso [g]
A 356	7wt%Si	7,21	0,45	x
Magnésio	90wt%Mg- 10w%Al	0,29	90,4	y
Alumínio	99,7wt%	0,07	0,001	z
Massa Total				$x + y + z =$ 6000 [g]
Equações				
Quantidade de Silício		$0,0721 x + 0,0029 y + 0,0007 z = q$		
Quantidade de Magnésio		$0,0045 x + 0,904 y + 0,00001 z = 30$		

Tabela 3.3 - Quantidade necessária em massa de cada liga para compor as ligas produzidas.

Ligas	Massa da liga [g]		
	A356	90wt%Mg-10wt%Al	Al-CP
Al-1wt%Si-0.5wt%Mg	781	29	5190
Al-2wt%Si-0.5wt%Mg	1621	25	4354
Al-4wt%Si-0.5wt%Mg	3302	17	2681
Al-7wt%Si-0.5wt%Mg	5824	4	172

Para fundir as ligas adotou-se um forno do tipo poço com potência de 13.000W, ilustrado na Figura 3.1(A). A temperatura do forno estabelecida para fundir as ligas foi de aproximadamente 800°C. O material era aquecido no forno, dentro de um cadinho de Carbetto de Silício pré-isolado com cimento tipo QF180 (Carbolane), até alcançar a temperatura de 100 °C acima do seu ponto de fusão. Após atingir a fusão, o banho permanecia sob esta temperatura por cerca de 10 minutos, de forma a garantir a homogeneização da temperatura do banho. Porém, não se permitiu que o metal líquido ficasse por longo tempo no forno, evitando-se a perda do magnésio existente na liga por intermédio de sua reatividade com o oxigênio, além da excessiva oxidação do banho. Passado o tempo estabelecido, foi adicionada a liga refinadora Al-5wt%Ti-1wt%B com o objetivo de obter-se a liga com estrutura não dendrítica, por intermédio da técnica

de ultra-refino. Para isto, acrescentou-se 0,2 % de Ti à liga, para promoção da globularização da fase primária. Para os 6 kg fundidos no cadinho, adicionou-se a massa de 240 g da liga refinadora Al-5wt%Ti-1wt%B. Em razão da alta reatividade do magnésio e do rápido efeito da liga refinadora, tanto a liga 90wt%Mg-10wt%Al, como a refinadora Al-5wt%Ti-1wt%B eram adicionadas ao metal líquido em pequenos pedaços, em torno de 1 cm³, aproximadamente um minuto antes do vazamento, embrulhadas em papel alumínio.

Passado o tempo de inoculação da liga refinadora, foi retirada a liga do forno e realizou-se seu vazamento em lingoteiras de aço. Também, vazou-se uma pequena quantidade de material num pequeno cadinho posicionado ao lado das lingoteiras de aço. No cadinho pequeno, era montado um termopar do tipo K, ligado num sistema de aquisição e tratamento de dados. Este sistema possibilitou realizar-se posteriormente o levantamento da curva de resfriamento da liga. A montagem de todo sistema pode ser visualizada na Figura 3.2 (B). A curva de resfriamento de cada liga ajudou posteriormente a determinar-se a fração sólida que se adotou no trabalho.

Para realização dos vazamentos, primeiramente tomou-se o cuidado de construir apropriadas lingoteiras para realizar o vazamento de material suficiente em termos de quantidade para todo o experimental, ou no máximo somente dois vazamentos, assim evitando dispersões nos resultados. O material fundido foi vazado nas lingoteiras metálicas que possuíam o diâmetro interno cônico, variando de 30 até 32 mm, para facilitar a extração do material das mesmas lingoteiras, cujo diâmetro externo era 36 mm e altura 250 mm. Vale lembrar, que antes do vazamento as lingoteiras eram revestidas com alumina com o intuito de evitar a adesão do alumínio a elas, e posteriormente, antes de serem utilizadas eram aquecidas num forno elétrico até a temperatura de 150°C, com o objetivo de retirar-se toda sua umidade. Porém, o vazamento foi realizado com as lingoteiras em temperatura ambiente.

Para análise da composição química obtida na liga, reservou-se sempre o lingote correspondente à metade do vazamento. Em posse desse lingote, eliminou-se seu rechupe numa serra mecânica e, em seguida, usinou-se o lingote de forma a deixá-lo com diâmetro de 20mm. Para retirar duas amostras do lingote para análise química, foi necessário utilizar o equipamento serra abrasiva para seccioná-lo, retirando-se a primeira amostra de sua extremidade e a segunda do seu meio, ambas com altura de 10mm. As amostras assim obtidas foram preparadas em uma

politriz padrão, utilizando-se lixas de granulometria gradativamente menores (320-400-600-1000-1500 mesh). O acabamento final foi realizado com feltro e pasta de diamante com granulometria de apenas 6 microns, objetivando-se eliminar qualquer contaminação deixada pelo processo de lixamento.

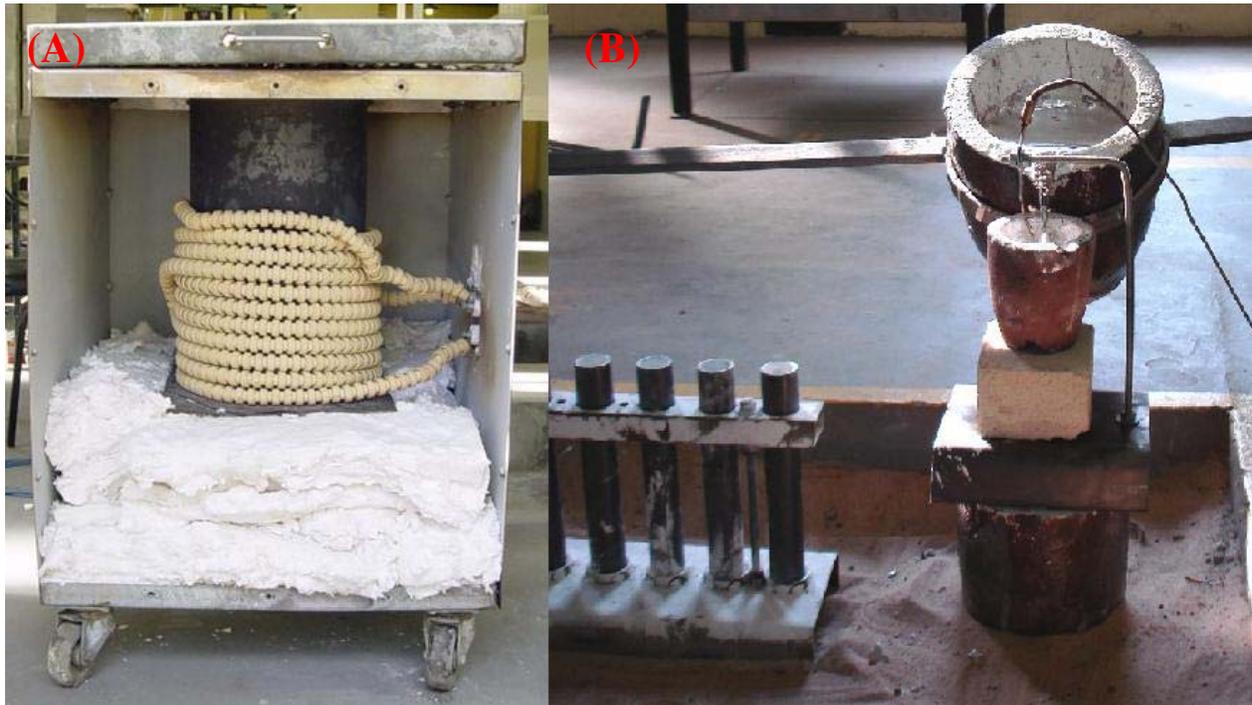


Figura 3.2 - Forno resistivo do tipo poço (A); vazamento da liga (B).

As amostras assim cuidadosamente preparadas foram analisadas num equipamento de fluorescência de raios-X por colaboradores do projeto. Nesta análise química, os teores de Si, Mg, Ti, Fe, Cu, Ni e outros elementos foram determinados e comparados com o esperado, segundo o nível de aceitabilidade descrito posteriormente.

Uma margem de aceitabilidade quanto à composição química final foi imposta devido a supostos erros que possam ter sido acumulados no decorrer de todo o processo de produção das ligas, desde a pesagem até a análise química final. Tolerou-se, então, uma faixa de erro de $\pm 0,5\%$ no caso do silício e de $\pm 0,1\%$ no caso do Mg. Na Tabela 3.4, pode ser vista a faixa de composição química na qual aceitou-se com relação a wt% de Si e Mg para cada uma das quatro ligas produzidas em laboratório.

Tabela 3.4 - Faixa de composição química aceitável para cada liga.

Liga	Si [wt%]	Mg [wt%]
Al-1wt%Si-0.5wt%Mg	0,5 - 1,5	0,4 - 0,6
Al-2wt%Si-0.5wt%Mg	1,5 - 2,5	0,4 - 0,6
Al-4wt%Si-0.5wt%Mg	3,5 - 4,5	0,4 - 0,6
Al-7wt%Si-0.5wt%Mg	6,5 - 7,5	0,4 - 0,6

3.2 - Caracterização da fração sólida e tratamento de globularização

A determinação do intervalo de temperatura entre a linha *solidus* e *liquidus*, zona onde a liga apresenta em equilíbrio as fases sólida e líquida, é fundamental para a determinação dos parâmetros do processo de conformação, isto é, obtenção da pasta semi-sólida com estrutura globular utilizada como material de partida nos processos de tixoconformação. Desta forma, a obtenção das temperaturas *solidus* e *liquidus* das ligas produzidas foram fundamentais para a execução deste trabalho, uma vez que elas auxiliaram na determinação da temperatura da fração sólida desejada. Vale lembrar que se trabalhou com frações sólidas de 45 % e 60%.

Para levantar-se as temperaturas *solidus* e *liquidus* em condições práticas de solidificação, próximas às condições experimentais, foi levantada a curva de resfriamento Temperatura x Tempo no decorrer dos vazamentos das ligas produzidas. Para tanto, foram monitoradas por intermédio do sistema de aquisição de dados formado por uma placa multiplexador analógica com 16 canais, uma placa de aquisição de dados e um microcomputador.

Para maior segurança dos valores de temperatura no intervalo de solidificação, a liga foi submetida à análise térmica diferencial (ATD), que permite estabelecer as temperaturas de transformação de fase, quando ocorre absorção ou liberação de energia durante o aquecimento e durante o resfriamento; neste caso as temperaturas de interesse foram as de início e fim da solidificação. Esta análise foi realizada utilizando-se equipamento para análise térmica diferencial marca NETZSCH modelo STA 409C; este equipamento é conectado num controlador modelo TASC 414/x, acoplado a uma placa analógica digital modelo IEEE 488, o que permite o processamento automático de dados fornecidos nas diferentes corridas experimentais, utilizando, para isso, o programa para Windows NETZSCH TA. Para a execução do ATD, foram cortadas amostras de forma a obter-se uma massa de 100mg para serem inseridas em cadinhos de alumina,

onde eram realizados os testes. Foram realizadas duas réplicas para cada liga com uma taxa de aquisição de dados de 10° C/min durante o aquecimento e resfriamento do material. Porém, como se tem muitos fatores que influenciam nas temperaturas de transformações de fase, deve-se tomar cuidado ao comparar as temperaturas das curvas fornecidas pelo ATD e de um vazamento via fundição realizado em produção.

Em posse da $T_{liquidus}$ e T_{olidus} obtidas no vazamento das ligas, utilizou-se a equação de Scheil para determinar-se a temperatura de trabalho correspondente tanto às frações sólidas de 45 % e 60 %. Porém, como a equação de Scheil não forneceu, tampouco, a apropriada temperatura correspondente à fração sólida desejada, adotou-se o software THERMO-CALC e o equipamento ATD para realizar-se o levantamento das temperaturas desejadas.

A etapa correspondente à caracterização da globularização da liga foi importante para avaliar-se a evolução morfológica das ligas produzidas, permitindo examinar-se de forma qualitativa e quantitativa sua evolução macro e microestrutural. Este estudo auxiliou, como será visto posteriormente, tanto na compreensão dos resultados decorrentes do ensaio de compressão a quente, como dos ensaios de tração.

Para o ensaio de globularização, foram confeccionados corpos de prova com as dimensões de 15mm de altura por 20mm de diâmetro. Os corpos de prova também tinham um furo com diâmetro de 1,6mm na metade de sua altura para permitir a introdução de um termopar do tipo K - Cromel - Alumel para o monitoramento do aquecimento durante o ensaio.

Em posse dos corpos de prova, realizou-se o reaquecimento de cada liga até sua temperatura correspondente à fs desejada, seja ela de 45% ou 60% fs. Quando a amostra atingia a temperatura correspondente à fs, ou deixava-se por mais um tempo a amostra nessa temperatura, ou resfriava-se instantaneamente a amostra em água, após atingir-se o tempo estabelecido, assim caracterizando uma espécie de *'tratamento térmico'* com objetivo de congelar a evolução morfológica da liga naquele instante. Para tanto, foram adotados quatro tempos de permanência da amostra sob a temperatura correspondente à fração sólida desejada, sendo de 0, 30, 90 e 210s. Para esse aquecimento, utilizou-se um forno do tipo "mufla", tomando o cuidado de manter a taxa de aquecimento próxima em todos os ensaios. Foram executadas 2 réplicas para a combinação entre a variação da fs e o tempo de permanência, o que fez um total de 64

ensaios. Procurou-se manter o mesmo tempo de aquecimento para a condição estabelecida entre fs e o tempo de permanência sobre a fração sólida desejada.

Após a execução do ensaio de globularização, as amostras foram seccionadas longitudinalmente ao meio num cut-off e posteriormente submetidas à preparação metalográfica para caracterização micro e macroestrutural.

Primeiramente preparam-se as amostras para a execução da caracterização microestrutural. Para isso, uma das partes anteriormente seccionada da amostra foi submetida à preparação em uma politriz padrão, utilizando-se lixas de granulometria gradativamente menores (320-400-600-1000-1500 mesh). Em seguida ao lixamento, as amostras foram submetidas ao polimento com pasta de diamante com a granulometria de 6 e 1 μm , e com pasta comercial de polimento denominada de Brasso, num pano de 1 μm da marca Struers. Com o intuito de obter um polimento perfeito, as amostras passaram ainda por um polimento vibratório em alumina com granulometria 1/4 μm num equipamento denominado de VibroMet 2 da marca BUEHLER, o qual pertence ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron. O equipamento utilizado para realização do polimento é ilustrado na Figura 3.3. Cada amostra era mantida no equipamento VibroMet por aproximadamente quatro horas e, ao ser retirada, era enxaguada com água em abundância e submetida ao ultra-som, e, em seguida secada.



Figura 3.3 - Equipamento de polimento VibroMet.

Para caracterização microestrutural, e para visualizar os grãos e seus contornos, após o polimento as amostras foram atacadas com solução química composta de 2% ácido fluorídrico

(HF) em H₂O (Metals Handbook, 1973). O ataque foi realizado com a imersão total do corpo prova no reagente por um tempo de ataque que variou de 5 a 10 s, conforme o tempo de preparação do ataque e da amostra. Após o ataque as amostras eram enxaguadas em água corrente por aproximadamente 30 segundos e secadas com o auxílio de um soprador elétrico da marca Skil.

Para a caracterização macroestrutural, as amostras utilizadas foram as mesmas que já haviam sofrido a análise microestrutural. Sobre as amostras atacadas para obtenção da macroestrutura realizou-se um ataque eletrolítico. As amostras foram anodizadas com uma solução química composta de 1,8% de ácido fluorbórico (HBF₄) em água por 1 minuto sob agitação moderada numa tensão de 20Volts e corrente máxima de 0,5Ampère. Ao fim de toda anodização, a amostra era enxaguada em água corrente em abundância e secadas com o soprador elétrico.

Para a realização das observações metalográficas, foram utilizados dois microscópios ópticos, utilizando-se para as macroestruturas o modelo DMLP da marca Leica com luz polarizadora, pertencente ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, e para as microestruturas, o modelo DMILM da marca Leica com platina invertida para metalurgia pertencente ao nosso grupo de pesquisa. Utilizando-se os filtros polarizadores disponíveis no microscópio Leica DMLP, foi possível captar imagens de grãos coloridos. Dessa forma, grãos com a mesma orientação tendem a apresentar as mesmas cores e assim torna-se mais fácil a sua identificação. Por intermédio dos dois microscópios, foi possível fotografar tanto as macroestruturas como as microestruturas com aumentos de 100x. Os dois microscópios adotados para a obtenção das imagens são ilustrados na Figura 3.4.

Para a medição das partículas primárias na microestrutura, e para a contagem grãos na macroestrutura, foi utilizado o método dos Interceptos de Heyn previsto pela norma ASTM E112.

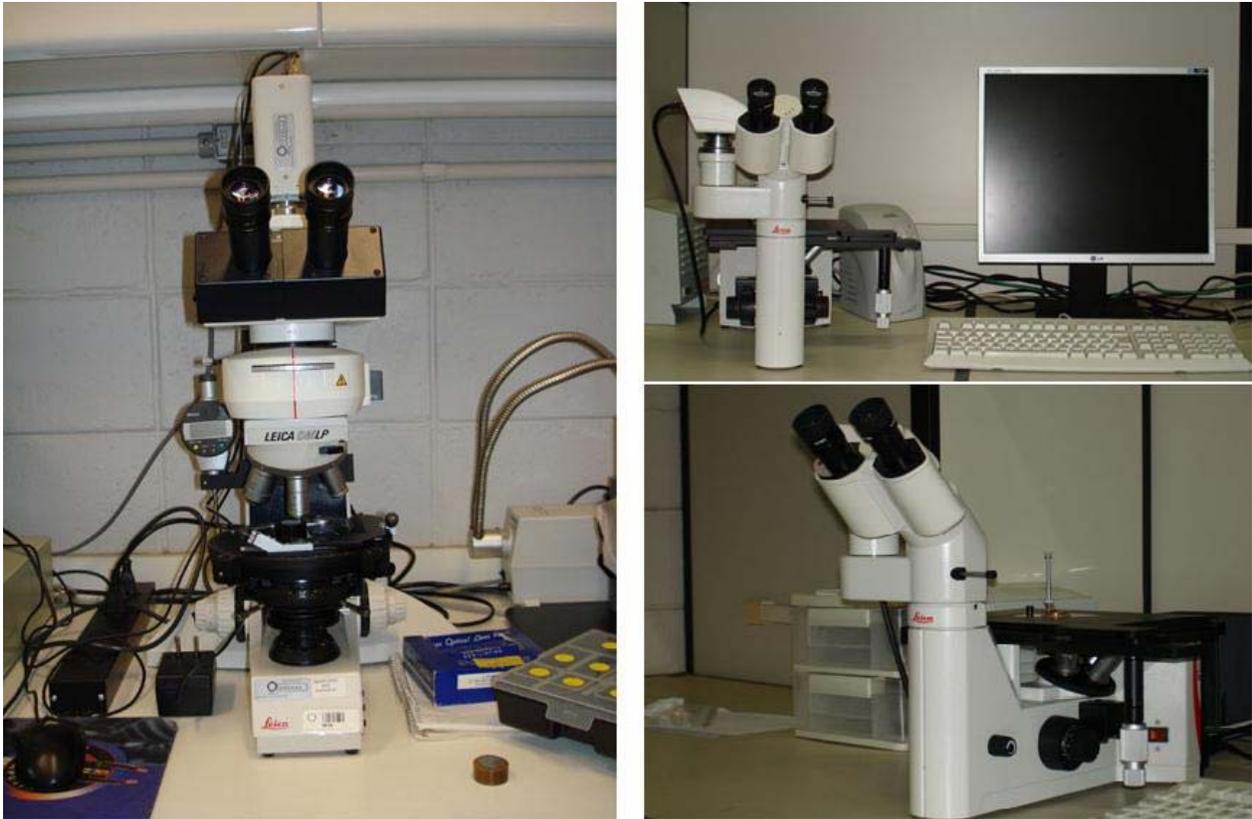


Figura 3.4 - Microscópios adotados para caracterizações metalográficas.

Conforme mencionado por Zoqui (2001) em seu trabalho, ao se determinar o tamanho de glóbulo na microestrutura e o tamanho de grão na macroestrutura, é possível ter-se uma idéia da complexidade da morfologia dos materiais semi-sólidos. Este trabalho baseia-se na seguinte hipótese:

“Existe um relacionamento direto entre macroestrutura e microestrutura tornando necessário obter-se dados em ambas as caracterizações para se entender os materiais reofundidos corretamente”.

A macroestrutura deve ser caracterizada para se determinar o tamanho ou extensão do grão ou aglomerado, enquanto que a microestrutura deve ser caracterizada para se determinar o tamanho ou extensão do glóbulo ou dos braços pseudo-dendríticos da fase primária. O formato ou morfologia desta fase primária pode, também, ser obtido para melhor caracterizar esta fase, como visto anteriormente por intermédio dos diversos fatores de forma descritos. A hipótese para o relacionamento entre grão e glóbulo assumida por este trabalho será melhor entendida com ajuda da Figura 3.5 (Zoqui, 2001).

A Figura 3.5 representa a evolução morfológica proposta por Flemings em 1991. A partir da dendrita em formação vistas em “a)” ocorre o crescimento dendrítico em meio ao líquido em “b)”. Com a constante agitação do líquido em solidificação ou mesmo somente devido ao tratamento isotérmico e à temperatura dentro da faixa semi-sólida, existe a tendência da fase primária tornar à forma esférica devido aos fenômenos de diminuição de energia superficial já explicados anteriormente (Flemings, 1991). A partir disto, se a estrutura é resfriada a partir dos estágios aonde houve globularização parcial (“c)” ou “d)”) ou total (“e)”) é possível fazer as seguintes considerações, ou seja, usando a morfologia proposta por Flemings é possível criar as estruturas finais solidificadas correspondentes às estruturas “c)”, “d)” e “e)” como sendo as estruturas “f)”, “g)” e “h)”. Ao se fazerem os cortes hipotéticos esquematizados de AA’ a EE’, podem- se utilizar os diversos métodos para se analisar a estrutura.

Por exemplo, se tomarmos o corte BB’, ao se fazer a análise metalográfica convencional, a amostra “i)” correspondente a parte de “f)” possuirá 4,5 glóbulos na contagem pelo método de interceptos. Já a amostra “j)” apresentará 4 contagens e a amostra “h)” apresentará apenas uma contagem. Ao se utilizar um método, como a metalografia colorida ou algum outro método que revele os grãos existentes na macroestrutura a medição será realizada de maneira a se contar uma entidade (da mesma cor e tom), mesmo que esteja separada de fase subjacente. Dessa maneira a contagem seria: 1:5, 2 e 1. Ao se fazer esta análise em várias áreas, obtem-se uma média para relação entre a macro e a microestrutura.

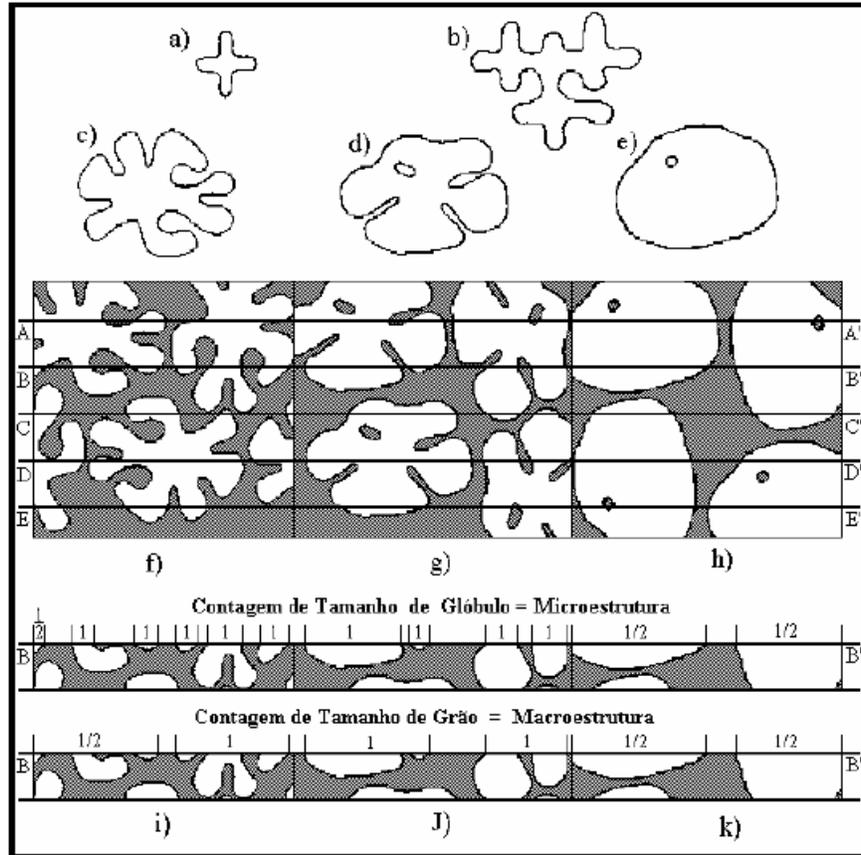


Figura 3.5 - Exemplo da hipótese assumida para o relacionamento entre glóbulo e grão: a) até e) evolução morfológica (Flemings, 1991); f), g) e h) esquema de possíveis estruturas finais; AA' até EE' cortes para a caracterização metalográfica; i), j) e k) cortes contendo o número de glóbulos contados na microestrutura e o número de grãos contados na macroestrutura.

A Tabela 3.5 apresenta essa relação hipotética para os diversos cortes de AA' a EE' apresentados na Figura 3.5 para as estruturas “f)”, “g)” e “h)”. Usando para este caso o método dos interceptos para contar o número de glóbulos na microestrutura ($N_{L(GLS)}$), bem como o número de grãos na macroestrutura ($N_{L(GS)}$), é possível mostrar o relacionamento entre ambos, ou seja, a partir desta Tabela é possível demonstrar que, independentemente do tamanho real de ambos (grãos e glóbulos), existe o relacionamento de complexidade: quanto maior e mais complexo o grão maior o número de braços dendríticos que possui o que gera a maior contagem de glóbulos na microestrutura aumentando a razão glóbulo/grão.

Tabela 3.5 - Hipotético número de grãos e número de glóbulos obtido pelo uso do método dos interceptos com base nas estruturas apresentadas na Figura 3.3.

Intercepto	c) Forma de Roseta			d) Roseta / Glóbulo			e) Glóbulo		
	Macro	Micro	Razão	Macro	Micro	Razão	Macro	Micro	Razão
AA'	1,5	2,5	0,60	1,5	3,5	0,43	1,0	2,0	0,50
BB'	1,5	5,5	0,27	2,0	4,0	0,50	1,0	1,0	1,00
CC'	2,0	3,5	0,57	3,0	3,0	1,00	2,0	2,0	1,00
DD'	2,0	3,0	0,67	1,5	3,0	0,50	1,0	1,0	1,00
EE'	1,5	3,0	0,50	1,5	2,5	0,60	1,5	2,0	0,75
Média	1,7	3,5	0,52	2,2	3,4	0,61	2,0	2,4	0,85
Desvio	± 0,27	±1,17	±0,15	±0,45	±0,55	±0,23	±0,00	±0,55	±0,22

Em ambas as caracterizações macro e microestrutural, tanto a contagem do grão, como a verificação do tamanho de partícula primária, glóbulo e fator de forma foram realizadas em seis regiões distintas da amostra, em cada região, foram feitas 6 medições dentro de cada um dos seis campos, totalizando 36 medições por amostra.

3.3 - Teste de compressão a quente - caracterização da viscosidade

As amostras obtidas via fundição convencional com ultra-refino de grão foram submetidas ao teste de compressão a quente, visando-se obter a caracterização da viscosidade aparente em cada uma das quatro condições de globularização ($t_{GI} = 0, 30, 90$ e 210 s) sob as duas frações sólidas (45 % e 60 % fs) para cada uma das ligas estudadas. Para tanto, adotou-se o método de ensaio de compressão desenvolvido por Laxmanan (1980), o qual consiste em executar o esmagamento de um corpo de prova entre as duas placas paralelas. Em virtude da facilidade de sua execução e da capacidade de gerar excelentes resultados comparativos, essa metodologia é amplamente utilizada para avaliar materiais semi-sólidos com frações sólidas elevadas. Para calcular-se a viscosidade, adotou-se o equacionamento apresentado no trabalho de Laxmanan (1980) abordado no Item 2.5.3 do Capítulo 2.

Os ensaios de compressão foram realizados numa máquina universal de ensaios MTS (*Machine Testing System*), modelo 810, com capacidade para aplicação de carga de até 10.000kgf, pertencente ao Departamento de Engenharia dos Materiais da UNICAMP. Nessa máquina, foi acoplado um forno resistivo com capacidade de atingir a temperatura máxima de trabalho de 1200°C. As placas paralelas utilizadas eram de Inconel 718 e possuíam à área

superficial superior a área máxima ocupada pelas amostras deformadas, o que manteve o volume deformado constante.

As amostras que foram utilizadas para se realizar os ensaios de compressão possuíam as mesmas dimensões das amostras adotadas para caracterização da globularização, ou seja, 15 mm de altura por 20 mm de diâmetro. A máquina de ensaio foi ajustada para desenvolver uma taxa de deslocamento constante, mantendo-se controle da posição inicial $h_0 = 15$ mm e posição final $h_f = 5$ mm. Com o tempo adotado para a execução do ensaio de 1 s, gerou-se uma taxa constante de compressão ($\delta H/\delta t$) de 10 mm/s.

A Figura 3.6 mostra a inserção da amostra entre as placas paralelas, antes de se realizar o ensaio, e a amostra deformada no final do ensaio. Para se evitar que as amostras ficassem aderidas nas placas paralelas, elas eram pré-isoladas com cimento tipo QF 180 (*Carbolane*). Dessa forma, foram gerados dados pelo software da MTS de deformação (na posição real - H), tempo (0 a 1 segundos) e força aplicada, que puderam ser utilizados para obtenção da deformação de engenharia (ϵ), tensão (σ), viscosidade (μ) e taxa de cisalhamento (γ). Com estes dados, também foi possível traçar as curvas de tensão versus deformação e viscosidade aparente versus taxa de cisalhamento.

A taxa de aquecimento, e a f_s sólida pretendida foram controladas por intermédio de um termopar do tipo K, inserido na amostra. Todos os dados obtidos pelo termopar eram transferidos a um sistema de aquisição de dados, o mesmo equipamento que foi adotado para obter a taxa de resfriamento durante o vazamento das ligas.

Os ensaios foram repetidos quatro vezes para cada combinação entre a f_s e o tempo de globularização para cada liga, totalizando aproximadamente 128 ensaios.

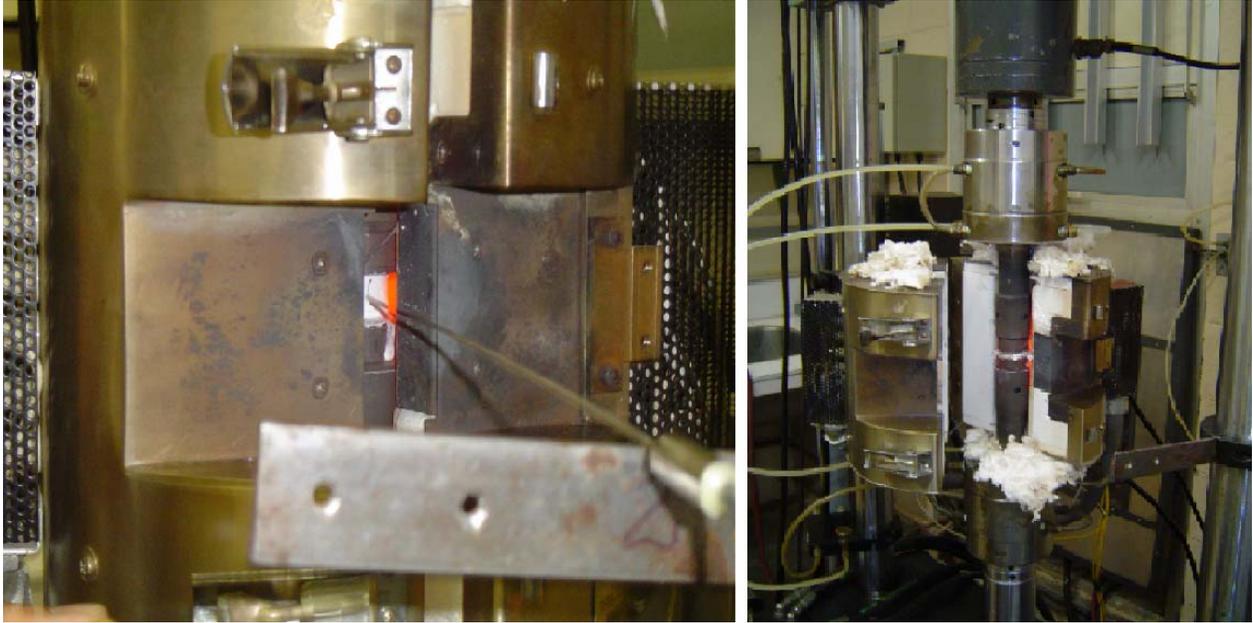


Figura 3.6 - Ilustração da amostra antes e após a realização do ensaio de compressão a quente.

3.4 - Projeto e execução da matriz - montagem e aferição da matriz para tixoforjamento

Para a realização dos ensaios de tixoforjamento foi necessário projetar todo um sistema para sua execução. Para tanto, foi necessário desenvolver desde o sistema para aquecimento dos corpos de provas, até a usinagem final das amostras, obtendo-se corpos de prova de tração para seu subsequente ensaio.

Dada a inexistência, na literatura, de informações sobre projeto de matrizes para tixoforjamento em matriz aberta, bem como o pouco conhecimento sobre o escoamento de pastas metálicas no preenchimento de matrizes abertas, otimizou-se o projeto peça/matriz, com base em matrizes de conformação de materiais sólidos, assim como em matrizes adotadas para injeção de alumínio, via processo de fundição sob pressão.

O primeiro passo foi projetar a peça para o processo de tixoconformação. Para auxiliar nessa etapa, empregou-se como ferramenta gráfica tanto o software *Sima-Pro* como o *AutoCad*.

A peça a ser tixoconformada foi projetada seguindo-se uma série de requisitos, os quais são descritos abaixo e foram baseados nos corpos de prova de tração desejados:

1° - teria que possuir geometria suficiente para retirada de dois corpos prova para ensaio de tração;

2° - seria constituída com a massa mais próxima possível do corpo de prova de tração, evitando excesso de sobremetal;

3° - deveria ter, no seu centro, uma área menor, isso devido à menor área no centro do corpo de prova de tração;

4° - teria raios e chanfros, de maneira a facilitar o escoamento do material dentro da matriz, assim como sua extração;

5° - deveria possuir sobremetal suficiente para posterior usinagem;

6° - seria conformada em matriz, do tipo aberta, numa prensa do tipo excêntrica.

Inicialmente, desenhou-se o produto idealizado e baseou-se nas necessidades descritas acima para a confecção do produto final. Para tanto, tomou-se o cuidado, no decorrer da realização do desenho, de levar-se em conta todo o ferramental disponível para a confecção das matrizes, ou seja, desde a geometria da ferramenta necessária até a fixação da matéria-prima no centro de usinagem.

Após amplo estudo e inúmeras discussões com pessoas especializadas em conformação de materiais e confecção de matrizes, chegou-se ao produto final idealizado. O produto final foi desenhado conforme se visualiza na Figura 3.7, mostrando que o produto final da tixoconformação foi projetado com maior volume de sobremetal em suas extremidades, de forma a possibilitar posteriormente, a realização do processo de usinagem.

Para a obtenção dos dois corpos de prova de tração, seria necessário, primeiramente, realiza-ser um corte no material tixoconformado, com auxílio de uma serra mecânica na metade de sua largura e, posteriormente, submetê-lo ao processo de torneamento para obtenção de suas dimensões cilíndricas finais. Dessa forma, com apenas dois processos suplementares de fabricação seria possível se obter os corpos de prova para a caracterização mecânica desejada do produto. Nota-se, também, que a peça não contém nenhuma quina, pois foi projetada com raios de 3 mm (os mesmos da ferramenta final de acabamento no processo de usinagem das matrizes) e ângulos de extração de 8°.

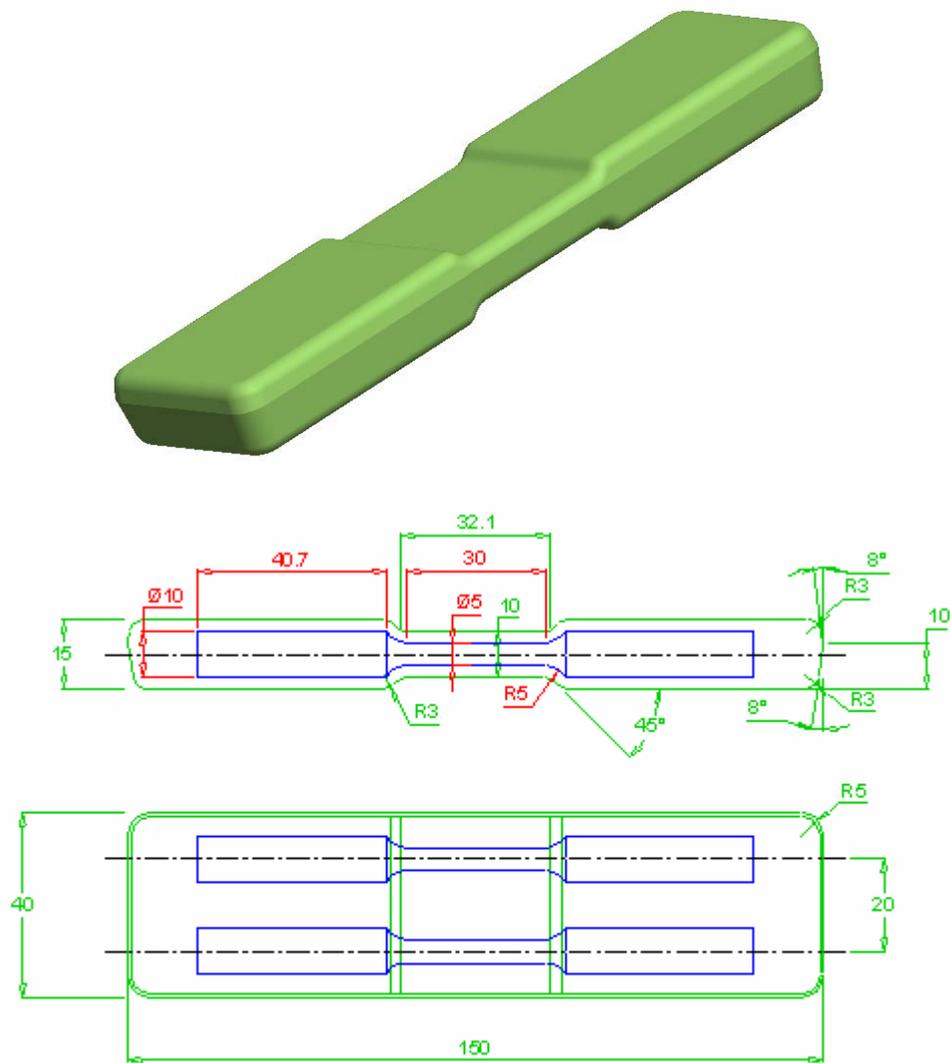


Figura 3.7 - Peça idealizada para tixoforjamento.

Após a definição da geometria final da peça a ser tixoconformada, passou-se a realizar o projeto da matriz necessária para a obtenção desse produto. O primeiro passo foi realizar todo o desenho do ferramental. Para tanto, adotou-se somente o software SimaPro, uma vez que, posteriormente e por intermédio deste programa, um de seus módulos nos possibilitaria a simulação do processo de usinagem necessário para sua confecção. A Figura 3.8 apresenta de forma esquemática as matrizes que foram produzidas para a realização da tixoconformação. Como se nota pelo esquema, construiu-se a matriz inferior com o dobro da profundidade do que a matriz superior, com o objetivo de melhorar-se o escoamento do material e, por conseqüência, facilitar seu preenchimento.

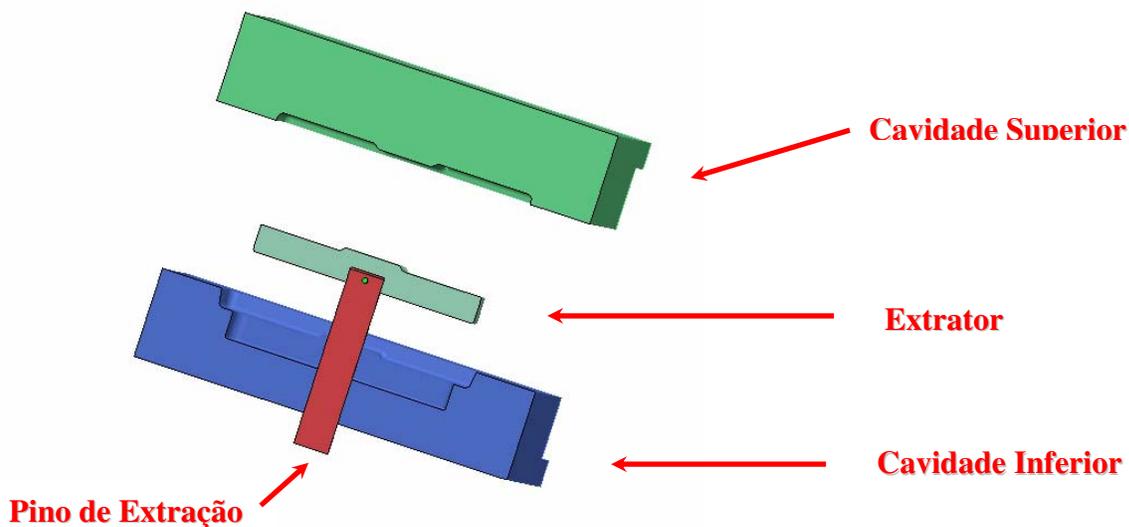


Figura 3.8 - Esquema do conjunto de matrizes produzidas para tixoconformação.

As matrizes foram fabricadas no laboratório de usinagem pertencente ao Departamento de Engenharia de Fabricação da UNICAMP. O material que se adotou para confecção das matrizes foi o aço ferramenta para moldes do tipo VH13IM, fabricado pela empresa Villares Metals. Esse tipo de aço é amplamente empregado a para confecção de matrizes, seja para emprego de injeção de plásticos, seja para injeção de alumínio sob pressão. As matrizes foram produzidas num centro de usinagem da marca MORI SEIKI, sem o emprego de fluido de corte e com ferramentas específicas para desbaste e acabamento com alta velocidade de corte para esse tipo de aço, antes de seu tratamento térmico.

Após a realização da usinagem, as matrizes foram submetidas ao processo de tratamento térmico num forno com atmosfera controlada, executado pela empresa especializada Isoflama. Nas matrizes, foram realizados os tratamentos térmicos de têmpera e duplo revenimento, com o objetivo de alcançar-se a dureza desejada, de aproximadamente 32 HR_C.

Um processo de polimento com pastas de diamante (6 e 1 μ m) e pasta Brasso foi realizado nas matrizes. Esse polimento teve o objetivo de eliminar pontos de oxidação deixados pelo tratamento térmico e melhorar a rugosidade superficial das matrizes, de modo a permitir um melhor escoamento do material no interior das matrizes e, assim, evitando-se falha no seu preenchimento.

Para a realização do tixoforjamento, foi adotada uma prensa do tipo excêntrica com capacidade de 25 toneladas da marca Victor, que tinha acionamento mecânico por pedal em sua parte inferior. Essa prensa foi instalada sobre *vibra-stops* com o objetivo de eliminar-se qualquer vibração no ambiente de trabalho, assim como no processo. Como se observou na literatura especializada pesquisada, não foram encontrados trabalhos reportando a execução do tixoforjamento com prensas do tipo excêntrica com matriz aberta, como abordado neste trabalho.

Adotou-se a prensa do tipo excêntrica porque esse tipo de prensa teria, além da carga necessária para o processo, capacidade de executar o processo com alta velocidade. Conforme se constatou na literatura (Fehlbier, 2004), a velocidade desenvolvida pela prensa e a temperatura da matriz são os principais parâmetros que afetam no fluxo de material e no preenchimento da matriz. No tixoforjamento, é necessário especial controle da velocidade de conformação, uma vez que a viscosidade da matéria-prima é fortemente dependente da tensão aplicada e do tempo de aplicação da tensão. A velocidade de conformação determina a velocidade de escoamento e, portanto, o correto preenchimento da matriz e a qualidade superficial do produto obtido (Kitamura, 1994; Kirkwood, 1994; Flemings, 1976).

O conjunto dos equipamentos que foram montados e utilizados para a realização do tixoforjamento é ilustrado na Figura 3.9. O conjunto era constituído pela prensa excêntrica com acionamento mecânico, pela matriz superior e inferior, pelo forno resistivo utilizado para aquecimento da matéria-prima, pela célula de carga para aquisição da carga de conformação, pelo sensor de deslocamento utilizado para o cálculo da velocidade de conformação e pelo sistema de aquisição.

O forno adotado para aquecer os lingotes até a fase semi-sólida para seu posterior forjamento foi do tipo resistivo com 600 mm de comprimento, 450 mm de diâmetro externo e 150 mm de diâmetro interno. Esse forno era internamente composto pela resistência elétrica protegida por miçangas de cerâmica e envolta numa manta-aluminosa com o objetivo de evitar-se o desprendimento do calor para o ambiente, evitando-se, assim, perda de energia térmica e originando instabilidade em seu aquecimento. Para controle da temperatura do forno, foi utilizado um controlador da marca OMRON modelo E5CK, no qual foi ligado um termopar do tipo K, que era posicionado no meio do forno e nele inserido pelo seu fundo, por cerca de 100 mm. No

mesmo quadro que estava fixado o controlador de temperatura do forno, tinha-se um indicador de temperatura da marca Pyrotec, modelo LDT-800, com a função de controlar o aquecimento realizado nas matrizes por uma resistência do tipo elétrica.

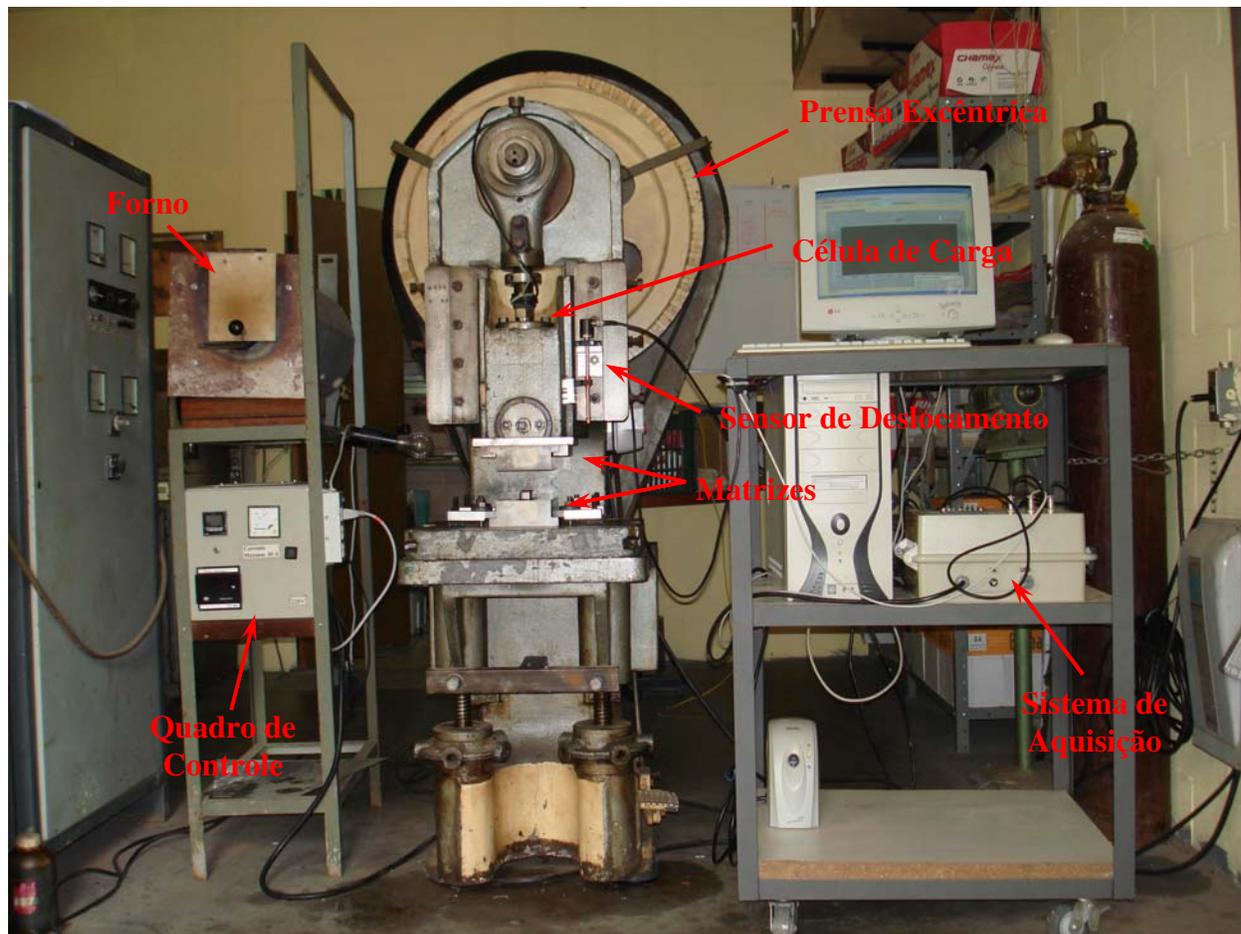


Figura 3.9 - Conjunto de equipamentos utilizados para a realização do experimental.

A resistência elétrica que foi empregada para o aquecimento das matrizes, que é ilustrada na Figura 3.10, foi especialmente desenvolvida para promover e manter o aquecimento em 200°C. Para tanto, essa resistência elétrica possuía uma potência projetada de 6000 W.

A célula de carga que se empregou para aquisição da carga do tixoforjamento foi especialmente projetada e desenvolvida para essa utilização específica. A célula de carga possuía 4 sensores (extensômetros elétricos) ligados em ponte de Wheatstone. O sensor LVP de deslocamento adotado para controle do deslocamento era do modelo VIP-100-ZA-4-SR-I, do fabricante MICRO-EPSILON.



Figura 3.10 - Resistência elétrica empregada no aquecimento das matrizes.

A Figura 3.11 ilustra a célula de carga, o sensor de deslocamento e o sistema de fixação das cavidades. Nota-se na Figura, que a célula de carga foi instalada no parafuso de ajuste da altura do martelo da prensa. Por sua vez, o sensor de deslocamento foi instalado no martelo da prensa, assim como a matriz superior por um sistema gaveta. A matriz inferior foi fixada na base da prensa excêntrica por quatro grampos metálicos especiais.

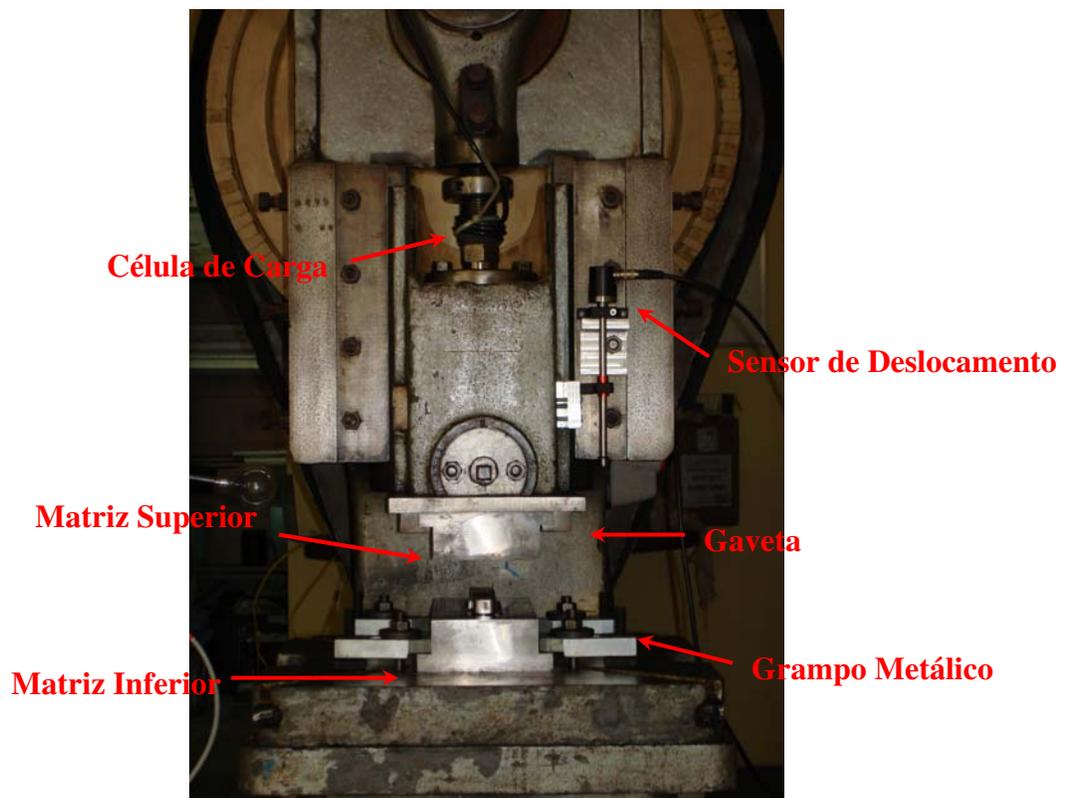


Figura 3.11 - Célula de carga, sensor de deslocamento e grampo metálico.

Para realizar-se o tratamento do sinal emitido pela célula de carga e do sensor de deslocamento, adotou-se um sistema de aquisição e tratamento de dados por intermédio do software *LabVIEW*. Esse sistema foi totalmente desenvolvido pela empresa T&S Equipamentos. O sistema continha uma placa de aquisição de dados, fabricada pela National Instruments, modelo USB-6211. O sistema permitia realizar-se a aquisição do sinal emitido pela célula de carga, do sensor de deslocamento e de temperatura em quatro pontos diferentes. As especificações técnicas da célula de carga e do sensor de deslocamento, segundo seus fabricantes, são apresentadas na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 - Especificações técnicas da célula de carga e do sensor de deslocamento.

Célula de Carga	
Capacidade nominal	200 kN
Sensibilidade	1 mV/V
Temperatura de trabalho	0 - 60 °C
Excitação máxima	20 VCA ou 20 VCD
Excitação recomendada	10 VCA ou 20 VCD
Sensor de Deslocamento	
Capacidade nominal	100mm
Linearidade	$\leq \pm 0,4 \% \text{ FSO}$
Temperatura de trabalho	-40 até +85 °C
Sinal de entrada	+4...20 mA

Uma vez instalado e testado todo o sistema de monitoramento, foi necessário realizar a calibração de todo o sistema. No caso dos termopares, foi realizada somente uma averiguação, pois eles já eram calibrados pelo fabricante. O sensor de deslocamento, conforme informado pelo fabricante, também já era calibrado. Portanto, houve somente a necessidade de realizar-se a calibração da célula de carga. Para calibração da célula de carga, utilizou-se uma célula de carga de compressão modelo W, da Alfa Instrumentos. Tal célula, fabricada em aço de alta resistência e revestida com níquel, tem proteção IP67 à prova d'água e possui 4 sensores (extensômetros elétricos) ligados em ponte *Wheatstone*. Essa célula de carga foi ligada a um indicador de pesagem, modelo 3103, da Alfa Instrumentos, destinada à leitura direta da força e ao fornecimento da saída analógica entre 4 a 20 mA.

Primeiramente, foi executada a calibração célula de carga de compressão na máquina universal de ensaios MTS (Machine Testing System), que foi a mesma utilizada para os ensaios de compressão. Para tanto, variou-se a força aplicada na célula de 1 a 90 kN.

Com a célula de carga de compressão aferida, foi realizada a calibração da célula de carga da prensa. Para a calibração da célula de carga fez-se o levantamento da curva da sensibilidade da célula mV versus a força em kN. Para tanto, alternou-se a força de 15 a 85 kN. Com a curva obtida, ilustrada na Figura 3.12, aferiu-se via software a célula de carga.

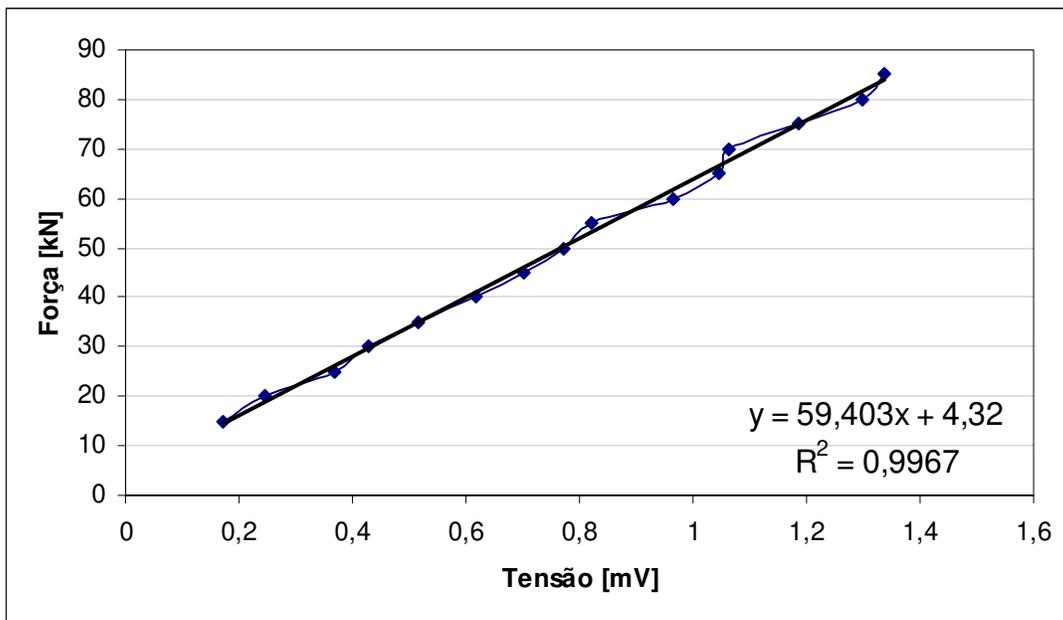


Figura 3.12 - Curva de calibração da célula de carga.

3.5 - Tixoforjamento e execução dos ensaios de tração

Com o conjunto de equipamentos montado e aferido, iniciou-se a execução dos ensaios de tixoforjamento do material sob o estado semi-sólido. Ao mesmo tempo, iniciava-se tanto o aquecimento das matrizes pela resistência elétrica como o aquecimento do lingote para posterior tixoforjamento. O lingote foi inserido dentro do forno sempre na mesma posição, com o auxílio de uma tenaz especialmente desenvolvida para permitir a transferência do lingote até a matriz. Após alcançar a fração sólida desejada e o tempo de tratamento, transferia-se o material para a matriz inferior, daí retirava-se o termopar de controle de temperatura da extremidade do lingote. Posicionado o lingote dentro da matriz, acionava-se o sistema de aquisição e logo em seguida o

pedal de acionamento mecânico da prensa. Para realização desse procedimento, levava-se em torno de 4 a 10 segundos. Foram executadas 4 réplicas para a combinação entre a variação da f_s e o tempo de permanência, o que fez um total de aproximadamente 128 ensaios.

Para facilitar a remoção da peça da cavidade após a tixoconformação, depois de inúmeras tentativas com grafite e outros produtos, foi adotada a aplicação nas matrizes do desmoldante comercial SEPAROL SM 94, adquirido da empresa FOSECO. O SEPAROL SM 94 é um agente separador líquido recomendado para o processo Shell Moulding ou Hot Box aplicado por meio de aspersão. Esse produto deve ser diluído nas proporções 1:10 a 1:20 em água. A utilização desse produto praticamente eliminou a necessidade da utilização do extrator, uma vez que ele não permitia a aderência da peça nas cavidades e, após alguns segundos da execução do processo, a peça se praticamente soltava da cavidade inferior, bastando, assim, somente o auxílio de uma tenaz para sua retirada.

De posse das peças tixoforjadas, elas foram, primeiramente, submetidas ao processo de rebarbação e, em seguida, ao corte numa serra mecânica na metade de sua largura. Posteriormente, as duas metades foram torneadas para obtenção dos corpos de tração, segundo a norma B 557M - 02a. A Figura 3.7 ilustra as dimensões utilizadas para a execução dos corpos de prova de tração, assim como esquematiza a disposição deles na peça tixoforjada. Pode-se observar na Figura 3.7 que os corpos de prova foram retirados do centro das peças tixoforjadas, de maneira a apresentarem homogeneidade estrutural, eliminando-se regiões com altas frações de segregações e defeitos que pudessem ocorrer em sua extremidade.

Realizaram-se os ensaios de tração no equipamento MTS (*Material Testing System*) modelo 810, o mesmo equipamento adotado para realizar os ensaios de compressão a quente e calibração da célula de carga. Esse equipamento utiliza, para monitoramento da carga, uma célula de carga com capacidade de 100 kN, com erro de 1 %. A célula de carga era ligada ao sistema Test Star II, mediante o aplicativo Testware SX, que permite o monitoramento em tempo real dos dados, assim como o processamento em aplicativos para Windows. A velocidade de ensaio utilizada foi de 0,02 mm/s. Como resultado do ensaio de tração, foram medidos e comparados: o limite de resistência à tração (σ_m), o limite convencional de escoamento ($\sigma_{e(0,2)}$) e do alongamento (ϵ). Foram executadas 4 réplicas para a combinação entre a variação da f_s e o tempo de permanência,

o que fez um total de aproximadamente 128 ensaios. A Figura 3.13 ilustra o equipamento MTS e a fixação do corpo de prova de tração.



Figura 3.13 - Equipamento MTS e fixação do corpo de prova de tração.

Capítulo 4

Resultados e Discussão

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados referentes à avaliação do tixoforjamento das ligas Al-Si-0,5wt%Mg numa prensa do tipo excêntrica com matriz aberta. Para se explicar os resultados que foram obtidos no decorrer da realização dos experimentos, segue-se a mesma ordem do capítulo referente ao procedimento experimental, ou seja, a seqüência de execução que pode ser visualizada no fluxograma presente na Figura 3.1.

4.1 - Produção das ligas

Ao se realizar a produção das ligas notou-se que as lingoteiras metálicas fabricadas para realizar os vazamentos eram apropriadas para a obtenção dos lingotes desejados para a execução de todo o experimental. Observou-se nos lingotes obtidos que as ligas com maior porcentagem de Si apresentaram um maior comprimento de rechupe. Como a altura da lingoteira era bem superior à do lingote desejado para se confeccionar os corpos de prova para os ensaios de tixoforjamento, o rechupe formado na fusão do material não ocasionou nenhum descarte nos lingotes que foram vazados. A medida apropriada para minimizar esse rechupe seria realizar o aquecimento das lingoteiras antes do vazamento das ligas desejadas. Como o aquecimento das lingoteiras poderia vir a representar mais um parâmetro de influência sobre o vazamento das ligas, não se tomou essa medida, além do que o aquecimento poderia causar o crescimento dos grãos. Ainda o revestimento de alumina contribuiu para evitar a adesão do alumínio às lingoteiras de forma eficiente, facilitando a remoção do lingote com facilidade. Notou-se, também, que não

houve a necessidade de se aplicar alumina a cada vazamento, uma vez que a alumina permaneceu inalterada a cada vazamento, quando tomado certo cuidado ao se retirar o lingote do seu interior.

As curvas de resfriamento das ligas obtidas com o auxílio do sistema de aquisição de dados no decorrer dos vazamentos são apresentadas na Figura 4.1. Como pode-se notar nas curvas, abaixo de 2wt%Si não se pronuncia as $T_{liquidus}$ e $T_{solidus}$, temperaturas que auxiliaram posteriormente no cálculo das fs do trabalho, conforme se observa mais adiante na Tabela 4.2.

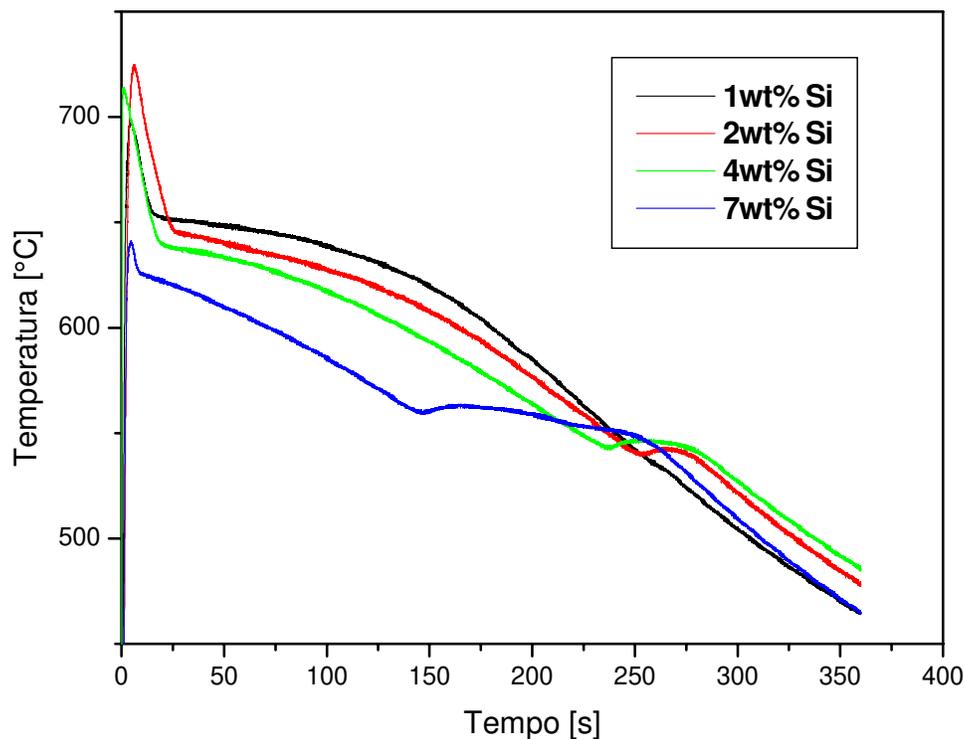


Figura 4.1 - Curvas de resfriamento das ligas Al-Si-0,5wt%Mg.

Os resultados da análise química por fluorescência de raios-X realizada nas quatro ligas vazadas são apresentados na Tabela 4.1. Conforme pode ser constatado na Tabela, as quatro ligas que foram produzidas apresentaram-se dentro da faixa de composição química pré-estabelecida anteriormente, apresentada na Tabela 3.4.

Pode-se evidenciar, também, que o acréscimo realizado de 10% da liga 90wt%Mg10wt%Al, em todas as ligas que foram vazadas, garantiu a porcentagem de 0,5wt% Mg

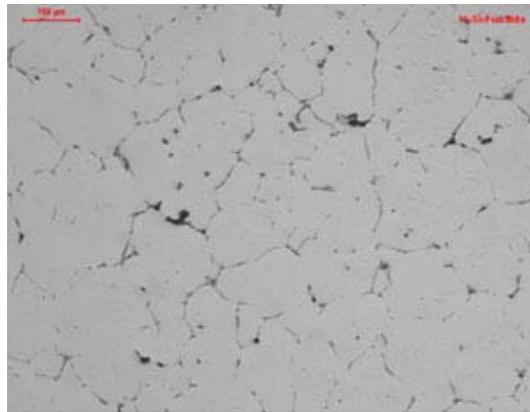
nas ligas. Porém, vale lembrar que houve necessidade de se acrescentar essa quantidade a mais da liga 90wt%Mg-10wt%Al devido à sua alta reatividade com oxigênio ao fundir, no momento em que é incorporada ao banho. Dessa forma se conclui que todo o equacionamento para produção das ligas apresentado na Tabela 3.2 foi eficiente para obter as ligas desejadas dentro da faixa de composição química que se estabeleceu.

Nota-se, também na Tabela 4.1, que a liga com a composição química de 7wt%Si veio a apresentar maior porcentagem do elemento Fe, quando se compara com as outras ligas produzidas. Explicam-se pela alta porcentagem de Fe presente na liga comercial A356, conforme se confirma pela sua composição química na Tabela 3.1. Constata-se, também, que todas as ligas tiveram baixa porcentagem do elemento Cu.

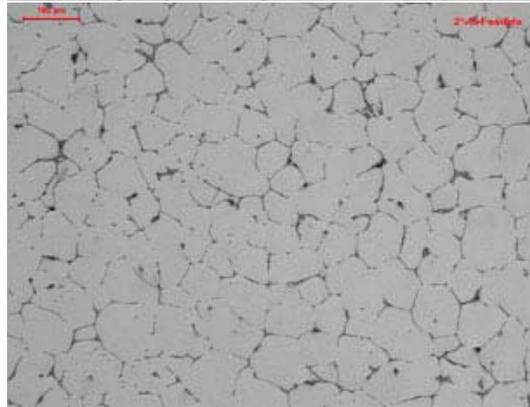
Tabela 4.1 - Composição química das ligas.

Composição Química [%]	Si	Mg	Fe	Ti	Mn	Cu	Ni
<i>Al-1wt%Si-0,5wt%Mg</i>	0,99	0,47	0,07	0,02	0,008	0,03	0,007
<i>Al-2wt%Si-0,5wt%Mg</i>	2,00	0,48	0,12	0,14	0,01	0,05	0,008
<i>Al-4wt%Si-0,5wt%Mg</i>	4,04	0,47	0,22	0,15	0,02	0,10	0,009
<i>Al-7wt%Si-0,5wt%Mg</i>	6,80	0,42	0,35	0,14	0,03	0,18	0,011

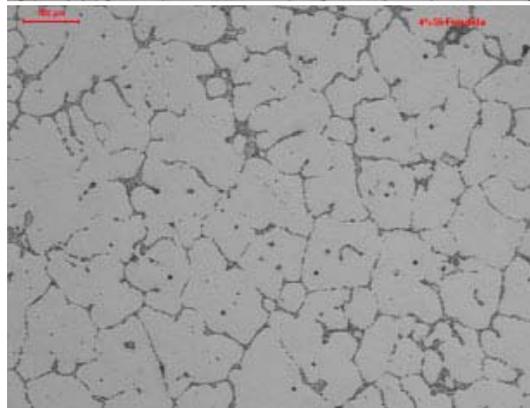
Depois de comprovadas as composições químicas das ligas, realizaram-se as respectivas análises macroestrutural e microestrutural. A Figura 4.2 mostra as macroestruturas e microestruturas que se obteve pela preparação metalográfica descrita no Item 3.1. Conforme dito anteriormente, foram denominadas de macroestruturas as imagens obtidas por microscopia com polarização. Ao se analisar as estruturas obtidas, nota-se o esperado aumento na quantidade de eutético na liga à medida em que se elevou o teor de Si em sua composição química, podendo esse fato ser visualizado ao se comparar tanto as microestruturas, como as macroestruturas entre a liga 1wt%Si e a de 7wt%Si. Nota-se, também, que houve mudança da morfologia na estrutura das ligas à medida em que se elevou a porcentagem de Si.



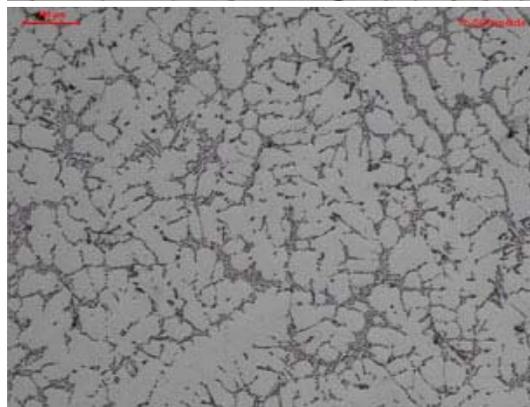
**1wt% Si
Globular**



**2wt% Si
Globular**



**4wt% Si
Roseta**



**7wt% Si
Dendrítica**

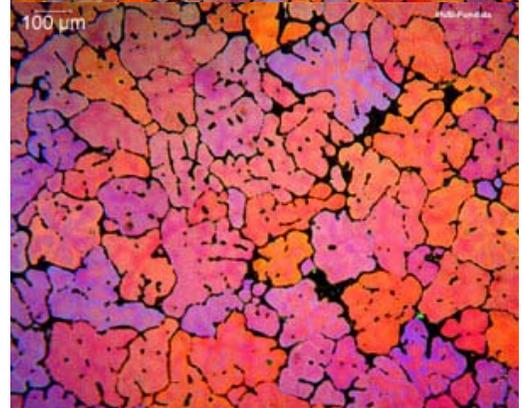


Figura 4.2 - Microestrutura e macroestrutura de fundição.

As ligas com 1wt%Si e 2wt%Si mostram a morfologia tendendo a globular. Já para a liga com 4wt%Si é possível constatar-se a morfologia de roseta. Considera-se a estrutura formada com morfologia de roseta como sendo a intermediária entre uma dendrítica e outra globular. A formação desses tipos de estruturas logo demonstrou que a liga refinadora acrescentada na fusão teve efeito eficiente, auxiliando, assim o efeito de refinamento sobre a liga. Por sua vez, a liga com 7wt%Si apresentou uma morfologia tipicamente dendrítica. Também se nota de forma qualitativa que houve uma queda no tamanho de grão, quando se aumentou a porcentagem de 1wt%Si para 2wt%Si, mas à medida em que se elevou a porcentagem de Si de 2 para 7wt%, notou-se que houve um aumento considerável no tamanho dos grãos. Essas variações quanto ao tamanho de grão e na morfologia da partícula primária que vieram a predominar na estrutura formada são comprovadas pela teoria que foi apresentada no Item 2.4 deste trabalho, que se refere ao refino em ligas de Al. O efeito do aumento no tamanho de grão à medida em que se eleva a porcentagem de Si é observado na Figura 2.10 apresentada no trabalho de Abdel-Reihin (1987). Lee (1999) e Paes (2004), em seus trabalhos, descreveram uma alteração similar na morfologia das ligas, à medida em que se promove o aumento do silício na composição da ligas, como constatado neste trabalho.

A Tabela 4.2 apresenta os tamanhos de grão e de glóbulo das estruturas fundidas. Devido à alta interconexão entre os glóbulos não foi possível caracterizar-se as ligas fundidas quanto ao seu fator de forma e o *Rheocast Quality Index*.

Tabela 4.2 - Tamanho de grão e de glóbulo das ligas fundidas.

Ligas Fundidas	Grão [um]	Glóbulo [um]	Grão/Glóbulo
1wt% Si	126 ±17,1	68 ±8,5	1,9
2wt% Si	115 ±16,6	94 ±14,4	1,2
4wt% Si	206 ±25,4	109 ±22,6	1,9
7wt% Si	220 ±29,8	95 ±17,3	2,3

Conforme se nota, ao adotar luz polarizada para obter as imagens das macroestruturas, houve uma certa dificuldade em obter o efeito de polarização nas ligas com teores de Si acima de 4%. Porém, isso não chegou a prejudicar os resultados, uma vez que o contraste obtido pelo ataque e o nível de polarização foram mais do que suficientes para se realizar a caracterização das macroestruturas. Essa polarização que foi realizada sobre as estruturas possibilitou diferenciar

certos grãos que se apresentavam vizinhos e de forma imperceptível, principalmente nas ligas com baixo teor de Si, como na liga com 1wt%Si, na qual se constatam dois grãos parecendo como um só. Observa-se que para baixas porcentagens de Si houve uma grande ligação entre as partículas primárias, suas vizinhas, formando o grão.

Notou-se também nas estruturas fundidas, a grande quantidade de poros. Porém, considerou-se essa quantidade de poros dentro do esperado, uma vez que não se empregou nenhum processo de degaseificação no decorrer do processo de vazamento das ligas. Porém, nesses vazamentos foi tomado o máximo cuidado possível, para se evitar o acréscimo da porosidade. Dentre os cuidados tomados, realizou-se o aquecimento do refinador e da liga de Mg e, antes de serem acrescentados ao material fundido, procurou-se realizar o vazamento com pouca turbulência.

4.2 - Resultados da caracterização da fração sólida e tratamento de globularização

A determinação do intervalo de temperatura entre a linha *solidus* e *liquidus*, faixa na qual a liga apresenta em equilíbrio a fase sólida mais a líquida (*SSM*), foi fundamental para determinar a temperatura de trabalho correspondente à fração sólida de 45% e 60% que se empregou para executar todo o procedimento experimental do trabalho. Conforme já descrito de forma detalhada no Item 3.2 de técnicas experimentais, realizou-se a determinação das temperaturas da fração sólida para o desenvolvimento do trabalho, baseando-se nas curvas de resfriamento das ligas obtidas no decorrer dos vazamentos, no software *THERMO-CALC* e no *DSC*.

As curvas de resfriamento das ligas Al-Si-0,5wt%Mg obtidas durante o vazamento das ligas foram apresentadas anteriormente na Figura 4.1. Dessas curvas, foram extraídos os valores correspondentes a $T_{liquidus}$ para cada liga, e de posse dessas temperaturas, adotou-se a equação de *Scheil* (Equação 2.9) para determinar as frações sólidas de trabalho. Na Tabela 4.3 são apresentados os valores extraídos das curvas de resfriamento e os adotados para o cálculo da f_s pela equação de *Scheil*. Adotou-se para este trabalho os mesmo valores de k adotados por Paes (2004). Os valores do coeficiente de partição variam com a temperatura e, assim, são determinados a partir do diagrama de fase binário Al-Si. A temperatura de fusão do alumínio puro adotada foi a apresentada no livro de Callister (2002) e no ASM Handbook (1992).

Tabela 4.3 - Parâmetros adotados para cálculo das fs por Scheil.

Parâmetros Adotados [°C]				
Fs [%]	Ligas	$T_{liquidus}$ [°C]	k	T_f [°C]
0,45 e 0,60	1wt% Si	651,7	0,08	660,4
	2wt% Si	641,1	0,09	
	4wt% Si	638,6	0,12	
	7wt% Si	612,6	0,14	

As curvas fornecidas pelo software *Thermo-Calc* são apresentadas na Figura 4.3. Essas curvas expressam a temperatura de transformação [°C] em função da fração sólida das ligas [%] no decorrer do resfriamento em sua solidificação.

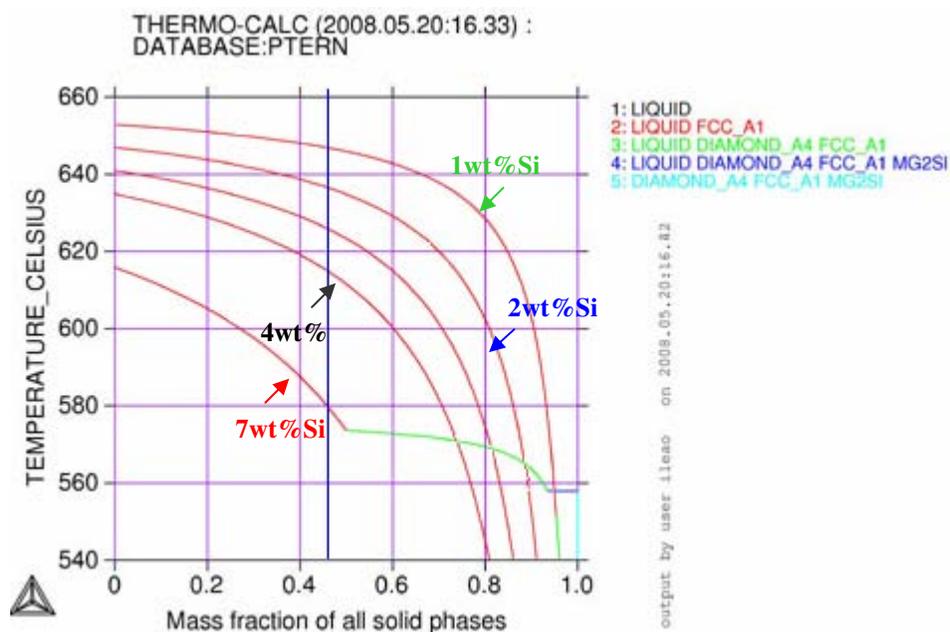
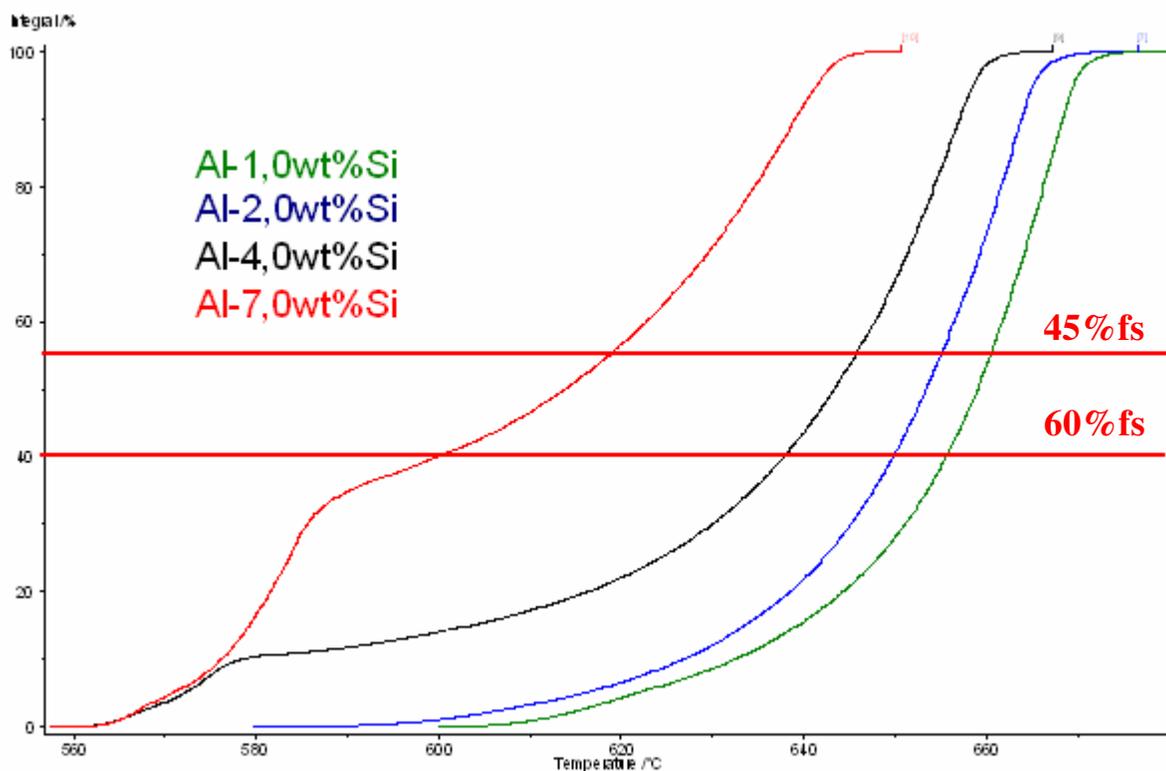


Figura 4.3 - Curvas de transformação obtidas pelo software *Thermo-Calc*.

As curvas obtidas pelo *DSC*, presentes na Figura 4.4, expressam a fração líquida das ligas em função da temperatura de transformação no decorrer do aquecimento e do resfriamento.



Figuras 4.4 - Curvas apresentadas pelo equipamento *DSC*.

Assim sendo, por intermédio destes três métodos, foi possível se obter as temperaturas correspondentes à fração sólida de 45 e 60%, que se apresentam na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Temperaturas de fs obtidas da caracterização da fração sólida.

Temperaturas Encontradas [°C]					
fs [%]	Liga	Adotadas	<i>DSC</i>	<i>THERMO - CALC</i>	<i>SCHEIL</i>
0,45	1wt% Si	645	660	651	645
	2wt% Si	636	655	643	627
	4wt% Si	615	646	627	615
	7wt% Si	580	619	580	580
0,60	1wt% Si	643	658	649	640
	2wt% Si	630	650	639	616
	4wt% Si	603	638	600	611
	7wt% Si	577	600	577	556

Conforme se pode observar na Tabela 4.4, existem grandes diferenças entre as temperaturas obtidas pelos três métodos para uma mesma fração sólida. Dhindaw (2005) apontou a mesma

dificuldade que se teve neste trabalho para determinar a fração sólida a partir da equação de *SHEIL* e do software *THERMO-CALC*. Após a realização inúmeros ensaios, descartaram-se as temperaturas que se obteve por *DSC*, uma vez que elas se mostraram muito altas ao se realizarem os ensaios desejados. Em testes preliminares, as amostras se fundiam muito antes de alcançar as temperaturas fornecidas pelo *DSC*. Vale lembrar que o *DSC* encontrava-se calibrado e forneceu a curva de transformação das ligas dentro das condições de laboratório, ou seja, fora das condições normais de um vazamento convencional.

Descartadas as temperaturas obtidas pelo *DSC*, passou-se a realizar pré-ensaios baseando-se nas temperaturas fornecidas pelo *THERMO-CALC* e pela equação de *SCHEIL*. Nessa fase, observou-se que, para as ligas com baixo teor de Si, as temperaturas fornecidas eram um pouco altas, chegando a fundir a amostra antes de alcançar a temperatura correspondente à fração sólida desejada, como ocorreu quando se tentou utilizar a temperatura de 651°C para realizar o tratamento de globularização com 45% fs na liga de 1wt%Si. Após inúmeros ensaios e ponderações, foram adotadas as temperaturas apresentadas na Tabela 4.4, tanto para a realização da caracterização da globularização, assim como para os ensaios de tixoforjamento.

De posse das temperaturas correspondentes a 45 e 60% de fs, iniciou-se a execução dos tratamentos de globularização conforme a seqüência resumida no Item 3.2, em procedimentos experimentais. O tratamento é similar ao de um tratamento térmico, uma vez que se promove o aquecimento do corpo de prova até a temperatura desejada com sua respectiva fração sólida (45% ou 60% fs), e quando é alcançada esta temperatura, ou resfria-se imediatamente o corpo de prova em água, ou permanece-se com esse corpo de prova por mais um determinado tempo (estabelecido como tempo de globularização - t_{GI}) para que ocorra, assim, uma evolução morfológica, resfriando-se esse corpo de prova após se alcançar o tempo desejado. A etapa correspondente à caracterização da globularização da liga foi importante para se avaliar a evolução morfológica das ligas produzidas.

Após se realizar os ensaios de globularização, foram preparados os corpos de prova com auxílio de técnicas metalográficas para a análise morfológica, conforme foi descrito no Item 3.2 de técnicas experimentais. Todo o trabalho metalográfico forneceu as estruturas morfológicas que são apresentados da Figura 4.5 a 4.12.

Flemings (1991) descreve que, com resfriamento lento e sob agitação, as partículas se transformam em esfera e, em geral, com pequena quantidade de líquido em seu interior gerado pelo dobramento dos braços dendríticos. Como resultado final, é obtida uma estrutura final com morfologia globular geralmente irregular, contendo grande quantidade de líquido retido em seu interior. Esta estrutura é grosseira e os glóbulos possuem, em geral, grande dimensão. No entanto, para materiais produzidos por ultra-refino a estrutura inicial pode não ser identificada como dendrítica, assim como no final pode não ser a mostrada como totalmente globular.

Ao se realizar uma pré-análise, baseando-se no trabalho de Flemings, somente de forma visual com relação às estruturas obtidas pelo tratamento de globularização, verifica-se que houve a formação da estrutura globular nas ligas com porcentagem de Si até 4%. Porém, nota-se que, independentemente do tempo de globularização, a liga 4wt%Si com 60%fs apresentou a morfologia entre roseta e globular, indicando, assim, a necessidade de um tempo maior para que venha ocorrer a total globularização.

Já nas ligas com 7wt%Si, nota-se a formação da morfologia do tipo roseta para 45%fs. Para essa liga com 60%fs e tempos de globularização entre 0 a 90s, nota-se a formação de uma estrutura totalmente dendrítica. Porém, com o tempo de tratamento de 210s, nota-se uma morfologia entre roseta e dendrítica.

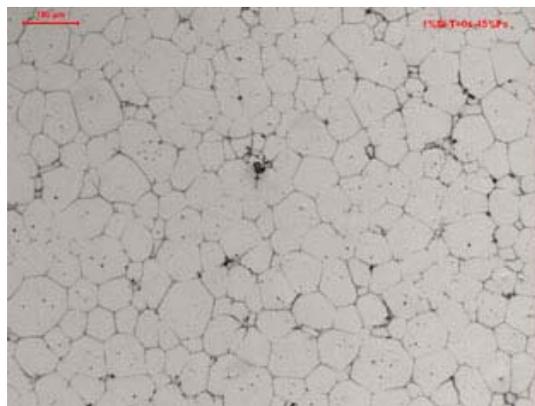
As análises do tamanho do glóbulo na microestrutura e do tamanho de grão na macroestrutura devem ser realizadas cuidadosamente, quando de forma qualitativa, uma vez que se notou ao realizar uma varredura visual com auxílio do microscópio de uma extremidade do corpo de prova à outra, que tanto na extremidade do corpo de prova tratado como no fundido sempre tende a haver uma diferenciação em seu tamanho com relação ao seu centro, forma-se uma estrutura com menor tamanho na extremidade do que no centro desse mesmo corpo de prova. Esse fato é comum de se ocorrer, uma vez que sempre pode haver diferenciação na formação das estruturas no decorrer de uma solidificação, de acordo com seu resfriamento, conforme apontado no Item 2.2 deste trabalho. Porém, como se presenciou, não houve a formação de estruturas diferentes em um mesmo corpo de prova. Assim sendo, as estruturas apresentadas são as mais representativas que se obteve em cada condição empregada.

De forma visual, nota-se que as ligas tratadas 60%fs apresentaram tanto superiores tamanhos de glóbulos como de grãos. Também na maioria dos ensaios, não se constatou a presença de líquido retido no interior dos glóbulos, a não ser para certos casos, como para altos tempos de tratamento, para ligas com 7wt%Si e com 4wt%Si, sendo ambas com fração sólida de 60%. A presença de maior porcentagem de sólido à alta temperatura favoreceu, neste caso, os mecanismos de coalescência.

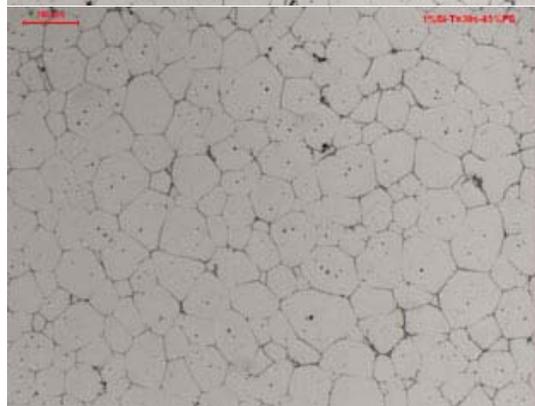
Para se evitar falsas conclusões sobre essas microestruturas e macroestruturas com relação a seus tamanhos de grãos e glóbulos, a Tabela 4.5 apresenta os resultados da contagem realizada. Na Tabela também pode ser visualizada a relação existente entre grão e glóbulo.

Tabela 4.5 - Caracterização morfológica das ligas estudadas.

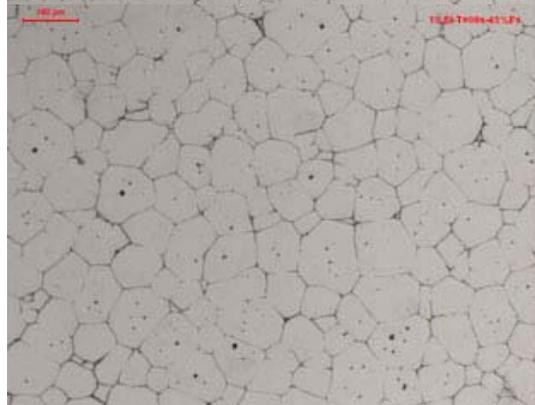
	45% fs			60% fs		
	Grão [μm]	Glóbulo [μm]	Grão/ Glóbulo	Grão [μm]	Glóbulo [μm]	Grão/ Glóbulo
1wt%Si-t_{GI}=0s	71 \pm 6	64 \pm 6	1,10	132 \pm 23	95 \pm 13	1,39
1wt%Si-t_{GI}=30s	68 \pm 3	68 \pm 4	1,00	109 \pm 13	85 \pm 10	1,27
1wt%Si-t_{GI}=90s	82 \pm 4	69 \pm 8	1,18	129 \pm 21	98 \pm 14	1,31
1wt%Si-t_{GI}=210s	87 \pm 9	78 \pm 8	1,11	133 \pm 23	106 \pm 16	1,26
2wt%Si-t_{GI}=0s	87 \pm 11	68 \pm 6	1,29	121 \pm 12	88 \pm 9	1,38
2wt%Si-t_{GI}=30s	78 \pm 10	61 \pm 6	1,28	94 \pm 7	73 \pm 5	1,29
2wt%Si-t_{GI}=90s	134 \pm 13	81 \pm 8	1,66	98 \pm 13	73 \pm 12	1,34
2wt%Si-t_{GI}=210s	101 \pm 11	71 \pm 6	1,42	127 \pm 13	88 \pm 10	1,44
4wt%Si-t_{GI}=0s	58 \pm 5	63 \pm 6	0,91	158 \pm 26	118 \pm 13	1,34
4wt%Si-t_{GI}=30s	55 \pm 4	55 \pm 4	1,00	153 \pm 22	131 \pm 18	1,16
4wt%Si-t_{GI}=90s	67 \pm 8	56 \pm 3	1,21	158 \pm 21	130 \pm 10	1,22
4wt%Si-t_{GI}=210s	75 \pm 9	64 \pm 5	1,16	160 \pm 21	140 \pm 16	1,15
7wt%Si-t_{GI}=0s	155 \pm 19	79 \pm 12	1,97	281 \pm 40	77 \pm 14	3,64
7wt%Si-t_{GI}=30s	168 \pm 31	82 \pm 9	2,05	345 \pm 46	86 \pm 15	4,02
7wt%Si-t_{GI}=90s	154 \pm 14	84 \pm 12	1,83	325 \pm 56	81 \pm 14	4,02
7wt%Si-t_{GI}=210s	151 \pm 14	93 \pm 11	1,63	365 \pm 42	170 \pm 25	2,15



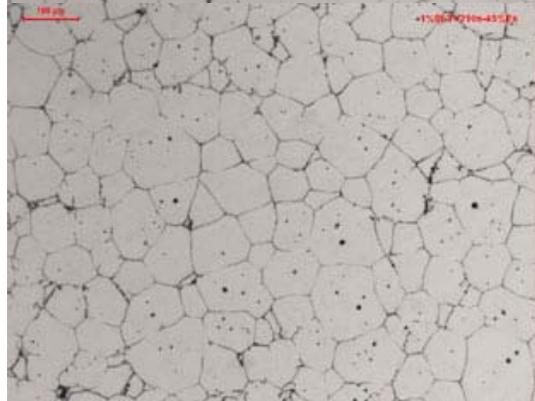
**1wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=0s$**



**1wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=30s$**



**1wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=90s$**



**1wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=210s$**

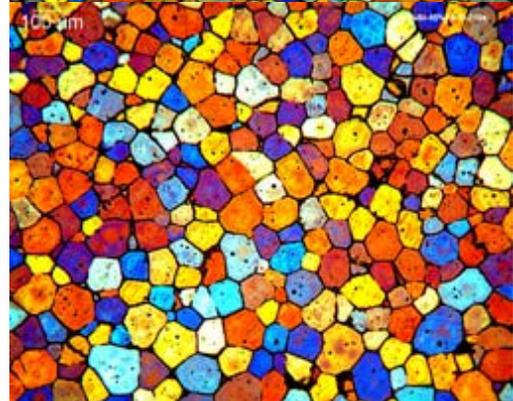
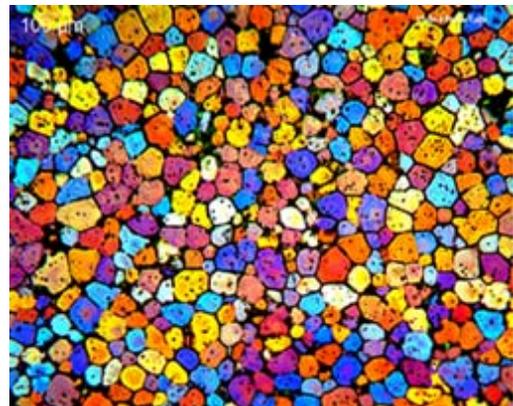
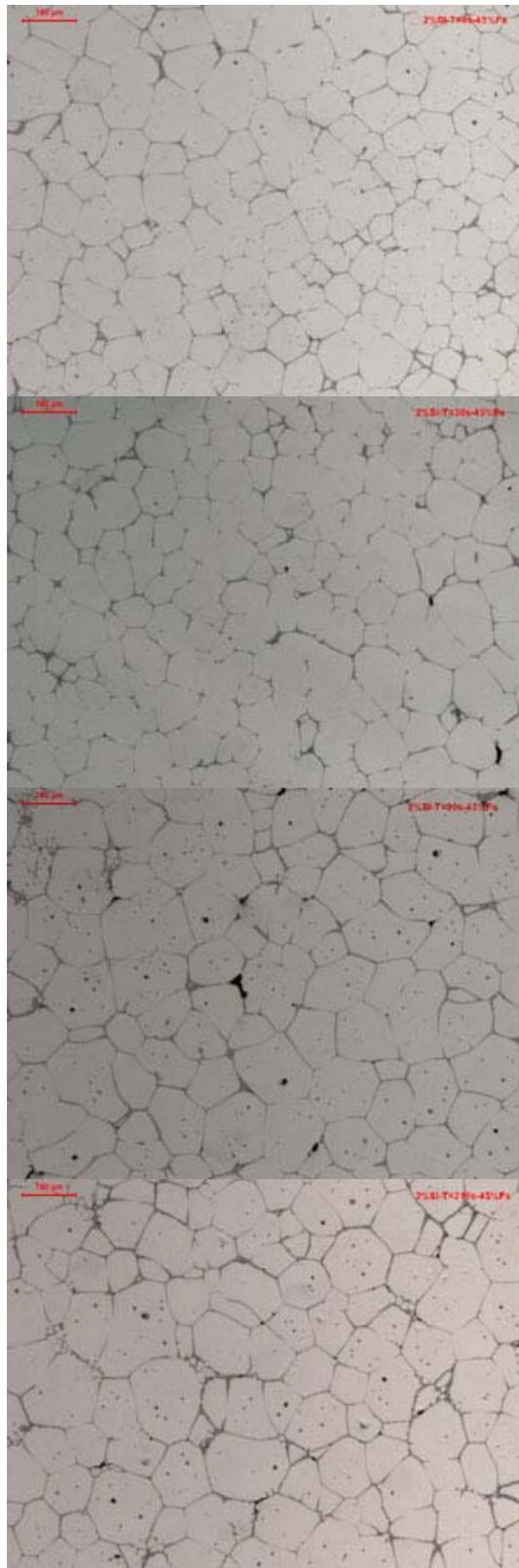


Figura 4.5 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 1wt%Si com 45%fs.



**2wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=0s$**

**2wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=30s$**

**2wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=90s$**

**2wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=210s$**

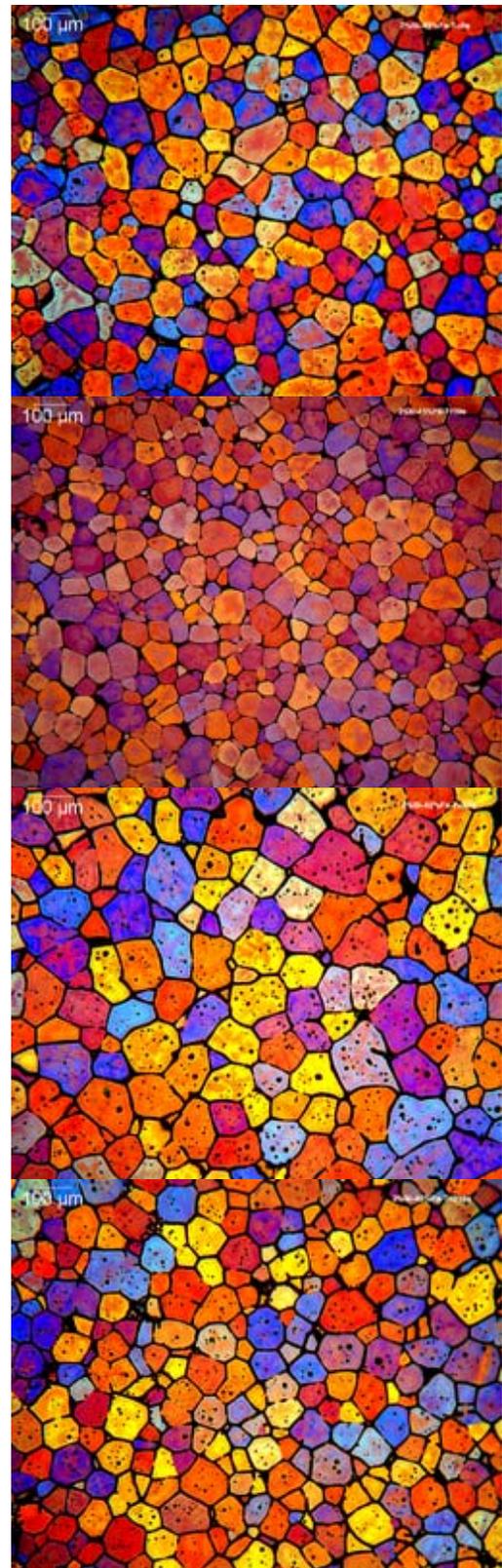
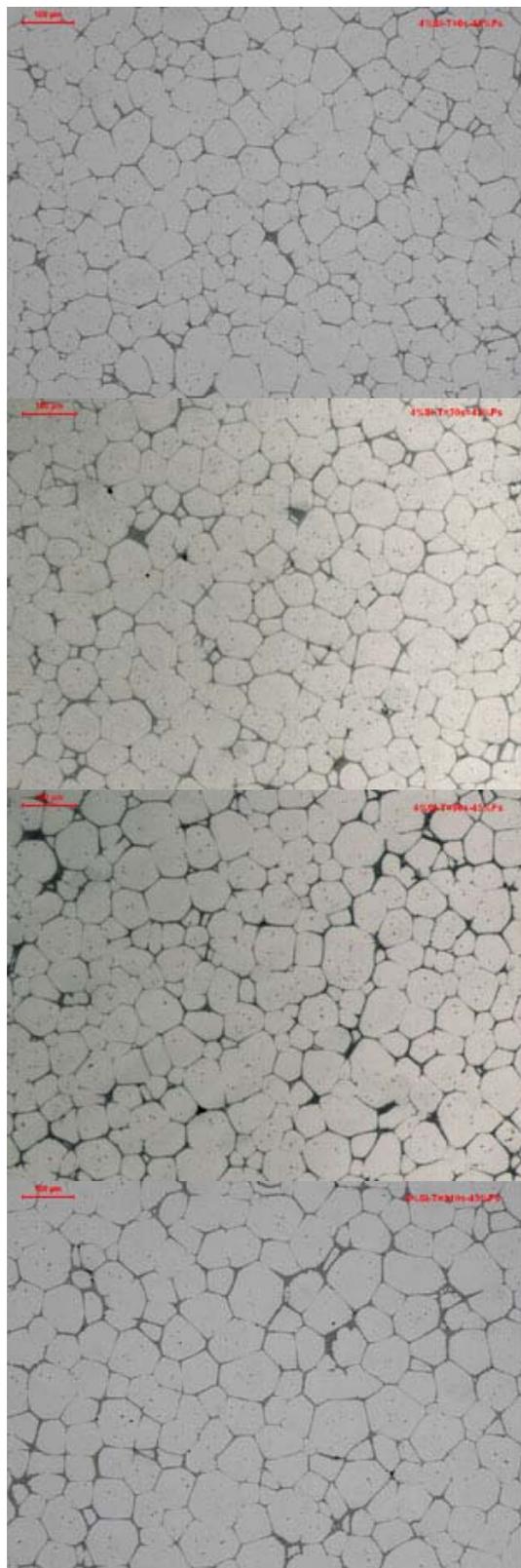


Figura 4.6 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 2wt%Si com 45%fs.



**4wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=0s$**

**4wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=30s$**

**4wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=90s$**

**4wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=210s$**

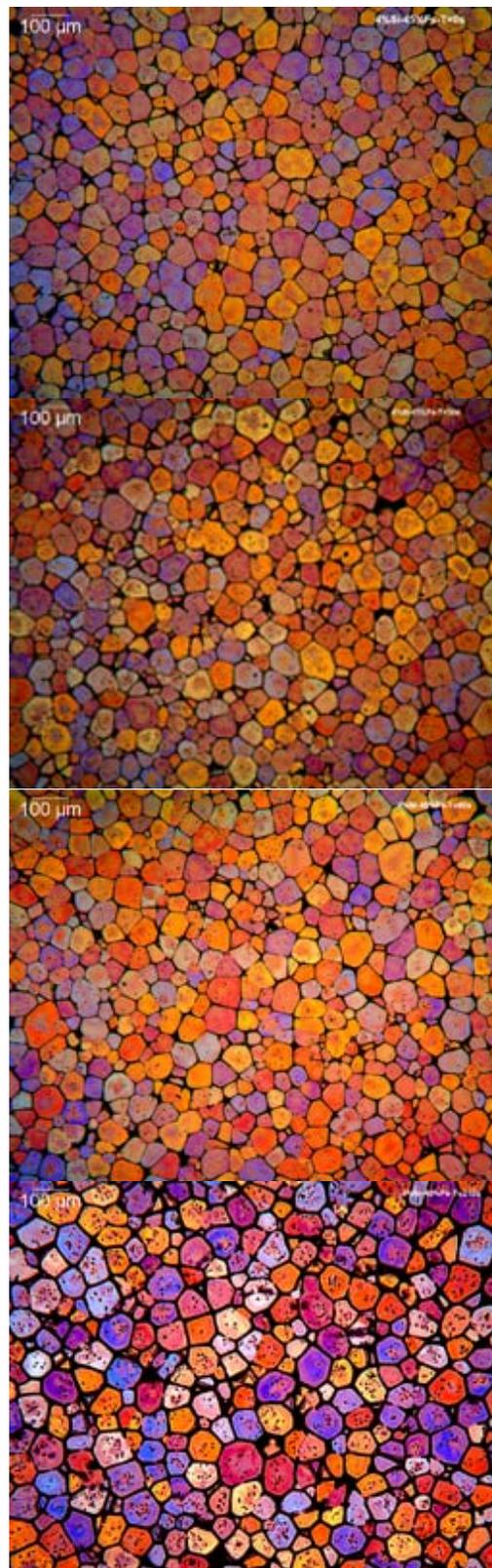
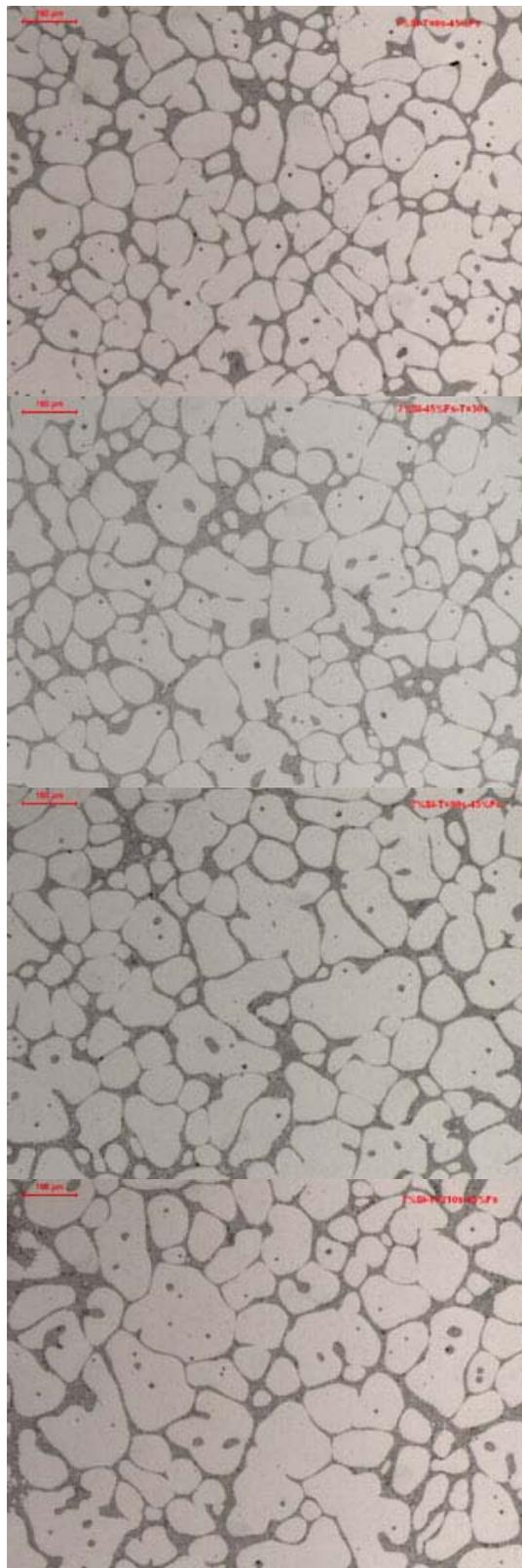


Figura 4.7 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 4wt%Si com 45%fs.



**7wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=0s$**

**7wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=30s$**

**7wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=90s$**

**7wt%Si
45%fs
 $t_{GI}=210s$**

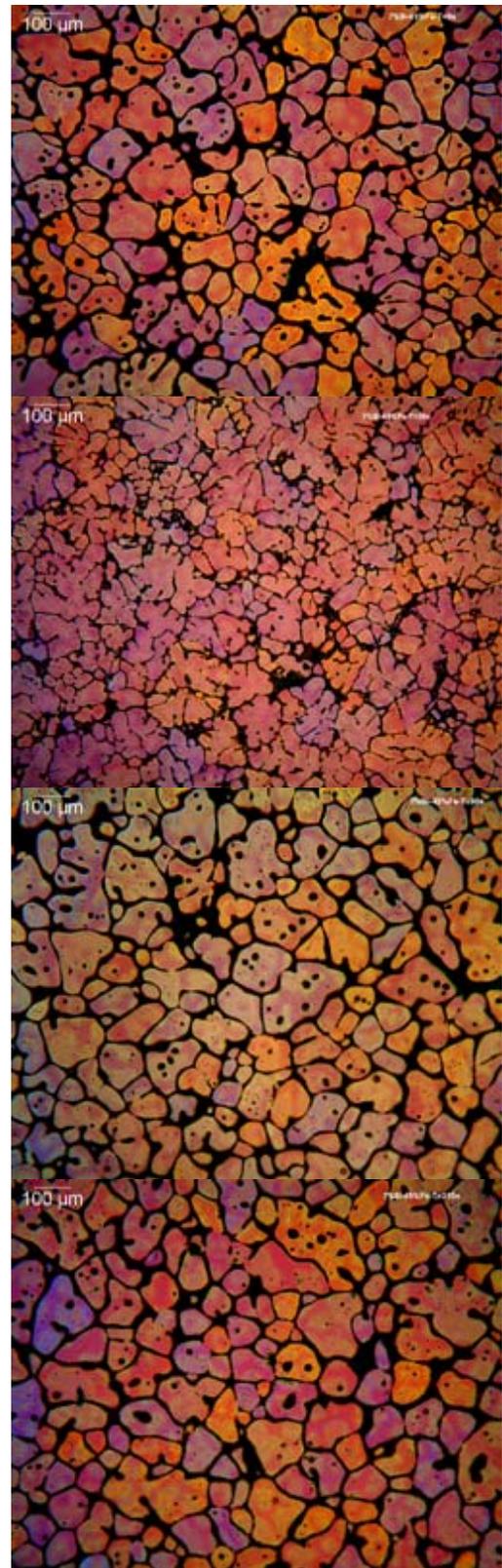
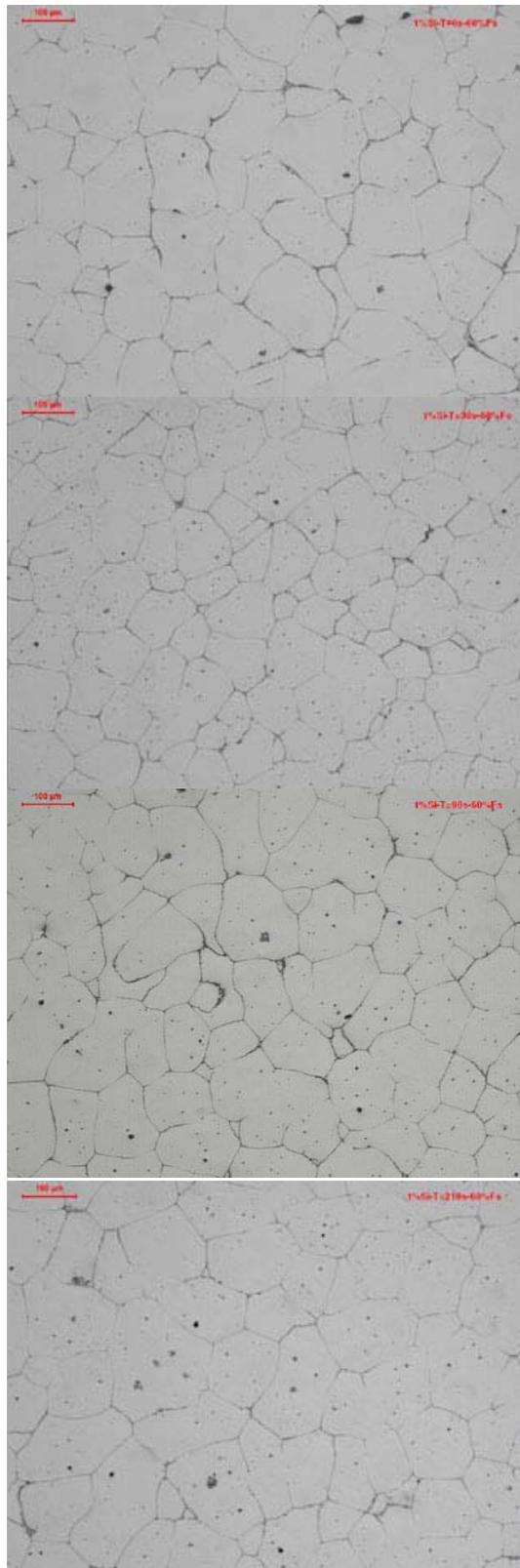


Figura 4.8 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 7wt%Si com 45%fs.



**1wt% Si
60% fs
 $t_{GI}=0s$**

**1wt% Si
60% fs
 $t_{GI}=30s$**

**1wt% Si
60% fs
 $t_{GI}=90s$**

**1wt% Si
60% fs
 $t_{GI}=210s$**

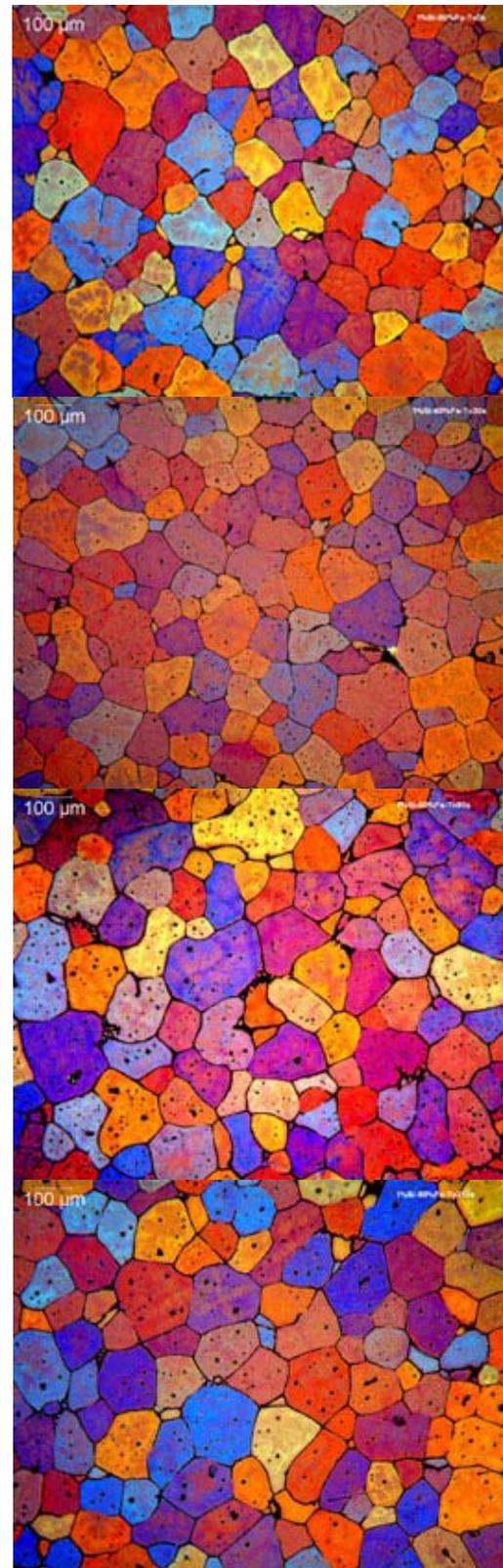


Figura 4.9 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 1wt%Si com 60%fs.

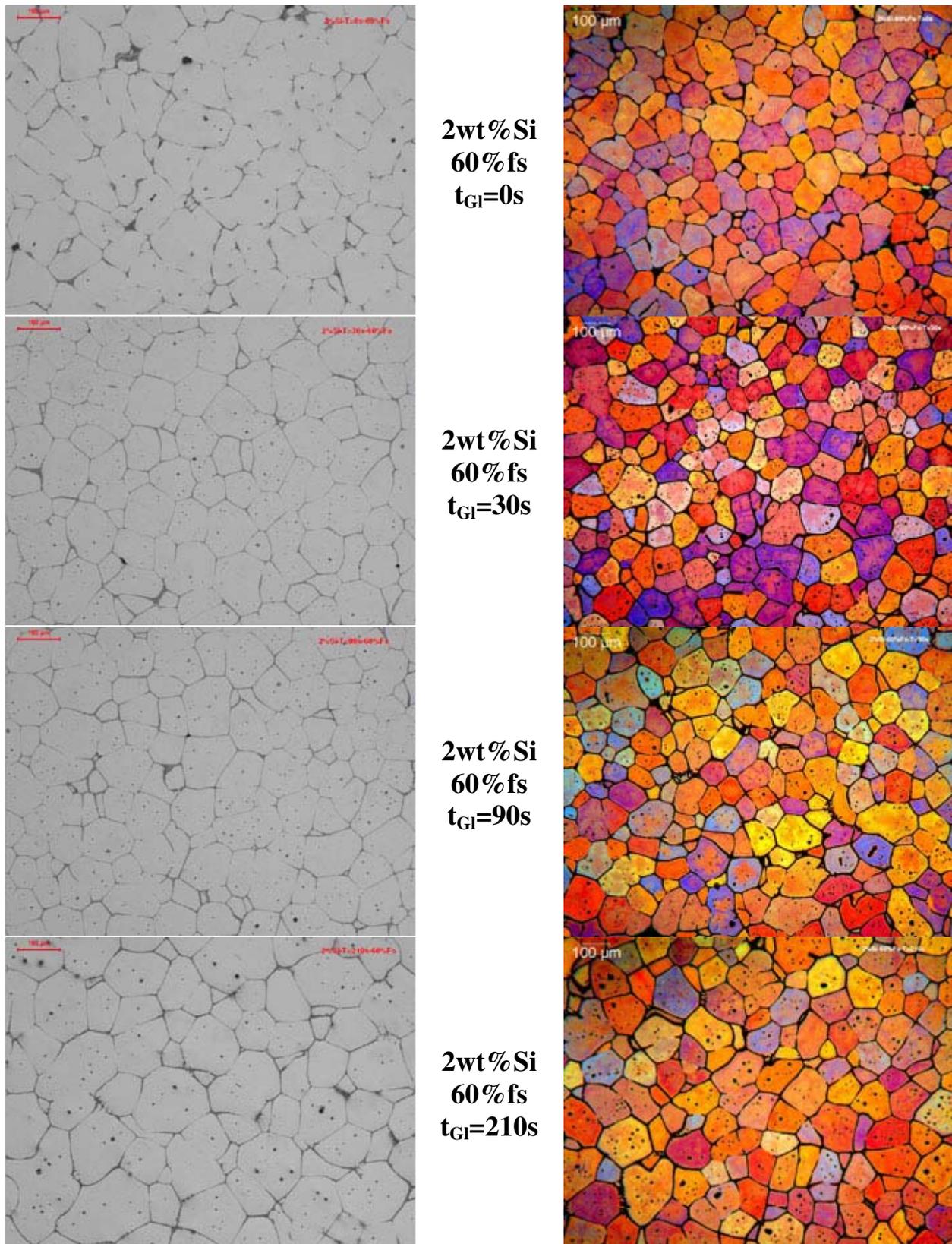


Figura 4.10 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 2wt%Si com 60%fs.

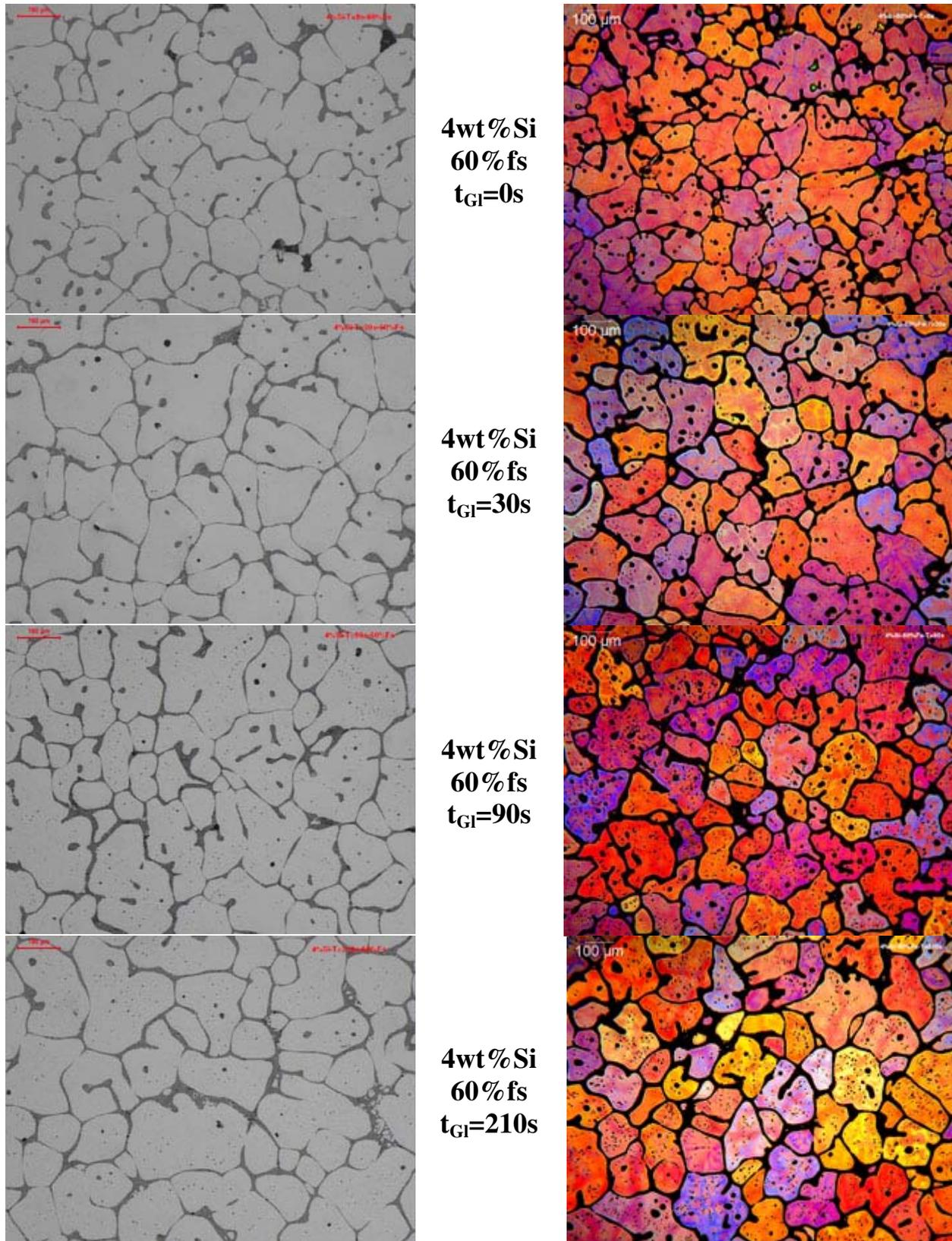


Figura 4.11 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 4wt%Si com 60%fs.

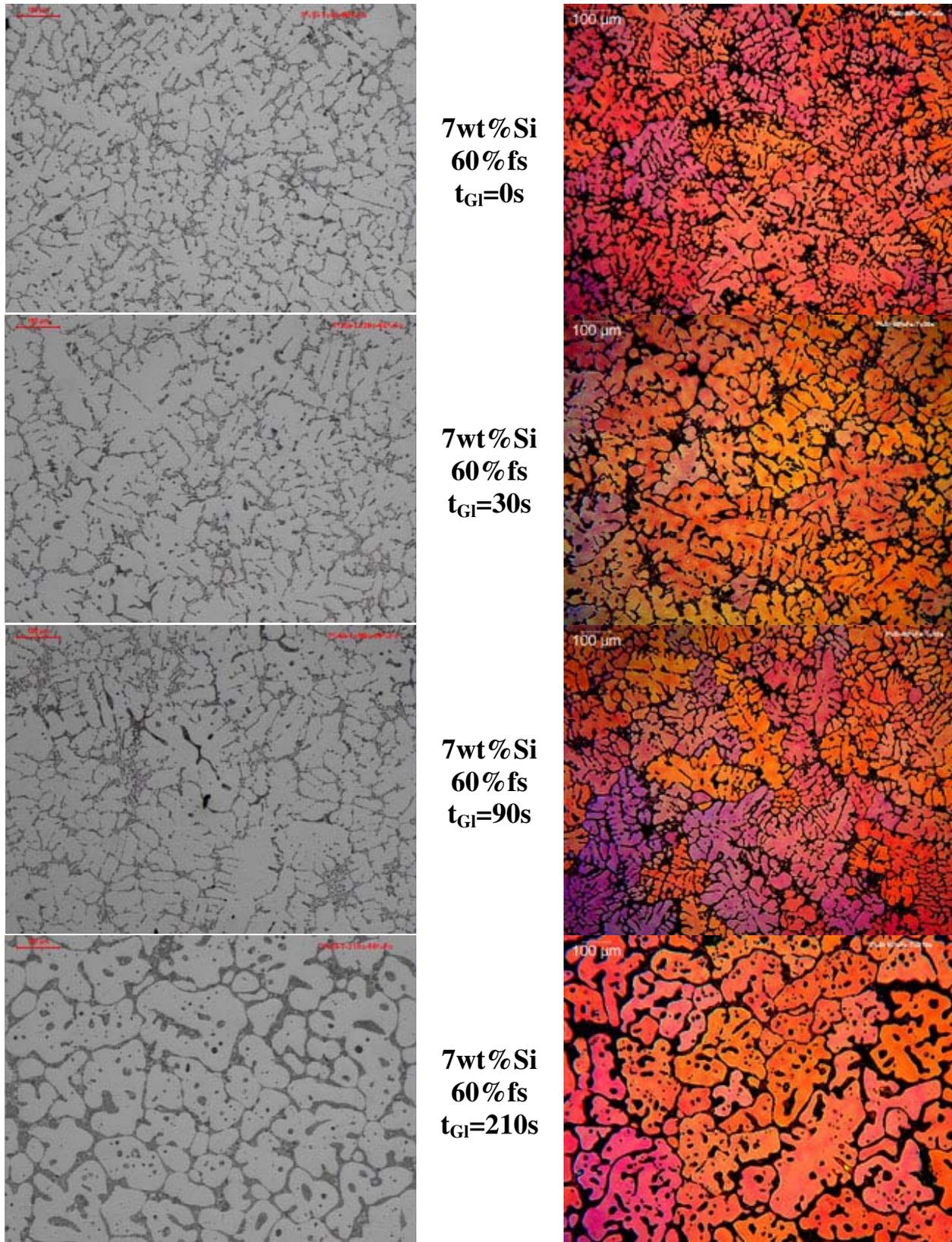


Figura 4.12 - Evolução morfológica das microestruturas e macroestruturas no ensaio de globularização para a liga de 7wt%Si com 60%fs.

Para facilitar a interpretação da Tabela 4.5, referente aos resultados do tamanho de glóbulo e grãos obtidos nas amostras, quatro gráficos foram construídos e são apresentados na Figura 4.13. Nos gráficos são ilustrados os resultados referentes à medição que se realizou por intermédio do método de Interceptos de Heyn segundo a norma ASTM E112 em função do tempo de globularização. Analisando-se a Figura 4.13, observa-se que para todas as ligas existe uma notável evolução, tanto no tamanho de glóbulo como no tamanho de grão, conforme se eleva o tempo de tratamento de globularização. Notou-se ainda, que tanto os tamanhos de grão, como os de glóbulo se apresentaram menores, quando se adotou a fração sólida 45%, indicando, assim, a ação do mecanismo de globularização, conjuntamente com a de fusão no decorrer do aumento da temperatura de tratamento para a obtenção de frações sólidas menores. A liga com 4wt%Si chegou a apresentar quase o dobro do tamanho de glóbulo quando foi alterada a fração sólida de 45 para 60%. Esse fato pôde ser observado também ao se analisar o tamanho de grão da liga com 7wt%Si, submetida ao mesmo tempo de globularização de 0s. Como já abordado anteriormente, maiores frações sólidas favorecem a coalescência dos glóbulos.

Quanto à dispersão nos resultados obtidos, referente aos tamanhos de glóbulo ou de grão, nota-se maior dispersão para as ligas que possuíam maior porcentagem de Si. As ligas estudadas com fs de 60% apresentaram maior dispersão no tamanho de glóbulo e de grão do que as com 45%fs. A liga que apresentou maior dispersão no tamanho de grão foi a 7wt%Si, e a com menor foi a 1wt%Si e, em ambos os casos, para todos os tempos de globularização. Comprovam-se essas ocorrências ao se comparar de forma visual as estruturas formadas para os casos descritos acima, pois, de uma forma geral, ao se observar todas as morfologias que se obteve para qualquer condição de ensaios realizados, nota-se que não há homogeneidade em seus respectivos tamanhos.

Na Figura 4.13, também se nota que um grão não necessariamente representa ser um glóbulo, mas há uma relação direta entre ambos, pois quanto maior o tamanho de glóbulo, maior foi o tamanho de grão obtido.

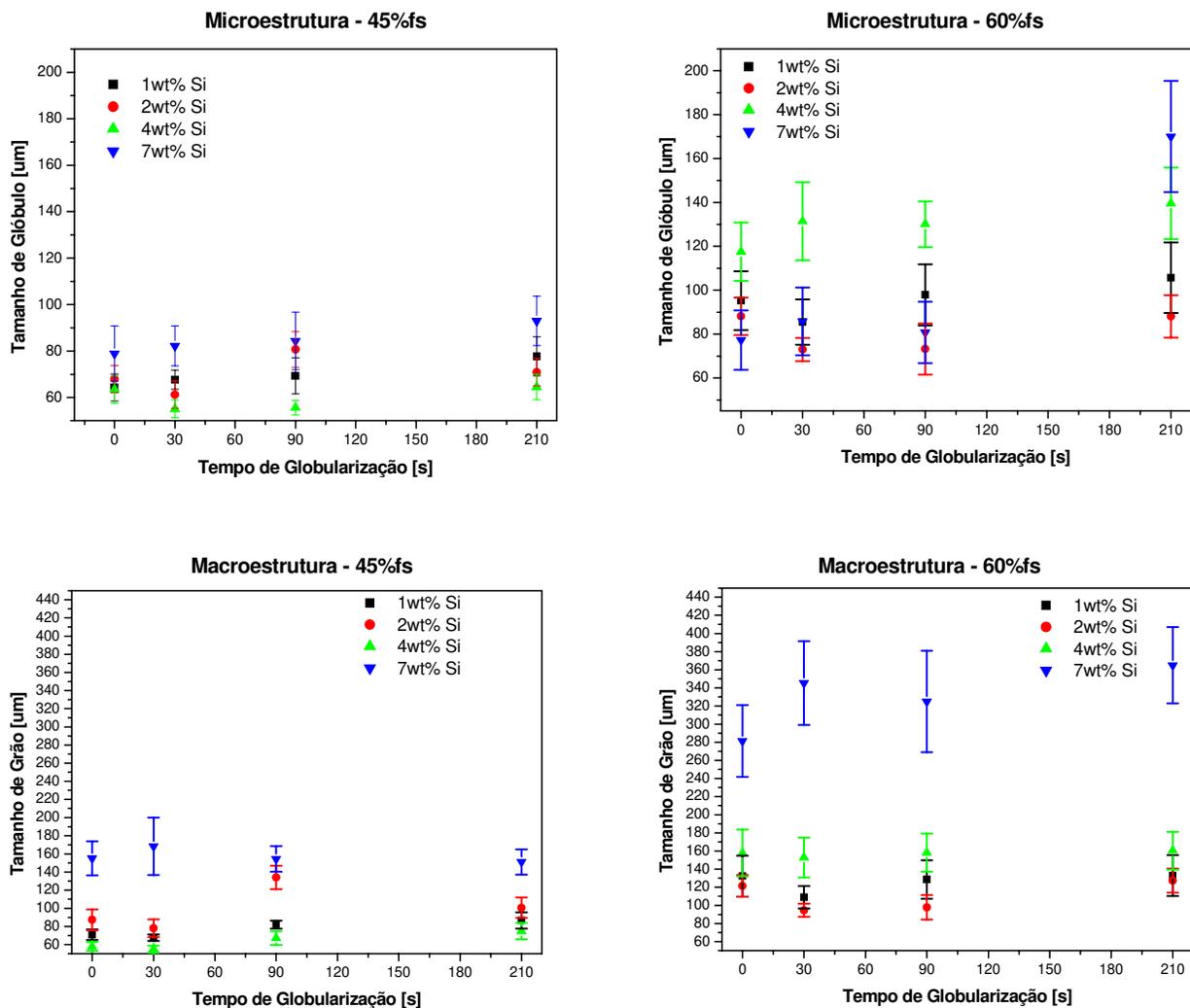


Figura 4.13 - Tamanho de glóbulo e de grão em função do tempo de globularização.

A Tabela 4.6 apresenta os parâmetros utilizados para se avaliar e quantificar o efeito de globularização nas estruturas obtidas nos ensaios. Nessa Tabela, observa-se que a relação entre grão e glóbulo aumenta com o acréscimo de tempo no tratamento de globularização. A liga 7wt%Si com 60%fs tratada com t_{GI} de 0 a 90s apresentou a relação mais alta de grão/glóbulo. Comprova-se essa ocorrência ao se visualizar suas morfologias mostradas na Figura 4.12, onde se observa uma estrutura dendrítica para esses dois casos. Pois, com o t_{GI} de 210s, nota-se a estrutura evoluindo para roseta, e assim, por conseqüência, houve também a queda brusca no valor dessa relação. Novamente, ao se comparar a relação de grão/glóbulo apresentada para as diferentes fs, constata-se que as estruturas com 60%fs apresentaram valores superiores. Isso logo

demonstra que talvez seja melhor trabalhar-se com menores frações de sólido, para propiciar o efeito de globularização e, assim, obter-se estruturas mais próximas das globulares.

Como Zoqui e Paes (2001, 2004) haviam anteriormente constatado, quanto menor o tamanho de grão da estrutura a ser submetida ao tratamento, melhor será o efeito de globularização. Esse fato pode ser constatado ao se comparar o parâmetro referente à relação grão/glóbulo, presentes na Tabela 4.6 com suas respectivas estruturas de fusão presentes na Figura 4.2. Com relação ao fator de forma (*Shape Factor* - SF), de maneira geral, observou-se um decréscimo de modo pouco significativo em seu valor, com o aumento do t_{GI} . Em especial, para a liga 7wt%Si com fs de 60% e t_{GI} de 0a 90s notou-se um valor de SF bem acima dos que foram observados em todo o procedimento experimental. Este fato explica-se pelas suas estruturas dendríticas.

O *Rheocast Quality Index* (RQI) é um parâmetro que auxilia a quantificar a eficiência do tratamento de globularização na obtenção de estruturas semi-sólidas com estrutura globular. Em uma estrutura semi-sólida perfeita, na qual um grão corresponde a um glóbulo e sua forma é a de uma esfera perfeita, o valor do RQI será 1. Segundo Zoqui (2001), para que uma estrutura seja globular, o tamanho de grão e de glóbulo deverão ser idênticos, apresentando assim RQI igual a 1.

Após confrontar as morfologias obtidas nesses experimentos com os valores de RQI, estabeleceu-se que em valores RQI superiores a 0,6, a morfologia era perfeitamente globular. Entre os valores de 0,35 e 0,6, foi considerada uma morfologia globular irregular, pois nesses valores notou-se de forma visual que ainda havia grande interação do glóbulo primário com seus vizinhos. Abaixo de 0,35, supõe-se que as estruturas eram dendríticas ou estariam tendendo mais a esse tipo de morfologia. Essa proposição pode ser facilmente comprovada pelos valores que foram obtidos e são demonstrados na Tabela 4.6.

Na Figura 4.14, nota-se que independentemente da fs estabelecida, a princípio a liga 7wt%Si foi a que apresentou o pior valor de RQI, sugerindo, assim, que talvez essa não seja uma boa opção para ser empregada em trabalhos de tixoforjamento. As ligas com porcentagem de silício inferior a 7wt% apresentaram valores de RQI dentro da faixa de 0,35 a 0,6, não havendo, assim, nenhuma dentre elas que viesse a se destacar de forma a apresentar um valor de RQI superior a 0,6. Mas

mesmo assim, elas apresentaram globulares, embora com alto nível de interconexão entre os glóbulos. Assim sendo, a suposição de Flemings (2001) que dificilmente há a obtenção de liga totalmente globular, quando se realizar a técnica de ultra-refino nas ligas, é de certa forma contradita.

Tabela 4.6 - Parâmetros de quantificação do efeito de globularização.

	45% fs			60% fs		
	Grão/ Glóbulo	SF	RQI	Grão/ Glóbulo	SF	RQI
1wt%Si-t_{GI}=0s	1,10	1,7	0,54	1,39	1,6	0,40
1wt%Si-t_{GI}=30s	1,00	1,9	0,50	1,27	1,5	0,49
1wt%Si-t_{GI}=90s	1,18	1,5	0,51	1,31	1,7	0,46
1wt%Si-t_{GI}=210s	1,11	1,6	0,54	1,26	2,0	0,41
2wt%Si-t_{GI}=0s	1,29	1,8	0,47	1,38	1,9	0,38
2wt%Si-t_{GI}=30s	1,28	1,8	0,47	1,29	1,5	0,48
2wt%Si-t_{GI}=90s	1,66	1,6	0,36	1,34	1,6	0,47
2wt%Si-t_{GI}=210s	1,42	1,7	0,42	1,44	1,4	0,45
4wt%Si-t_{GI}=0s	0,91	1,9	0,58	1,34	2,6	0,36
4wt%Si-t_{GI}=30s	1,00	2,0	0,59	1,16	1,8	0,47
4wt%Si-t_{GI}=90s	1,21	2,8	0,43	1,22	1,6	0,49
4wt%Si-t_{GI}=210s	1,16	2,0	0,47	1,15	1,9	0,50
7wt%Si-t_{GI}=0s	1,97	2,1	0,25	3,64	6,3	0,06
7wt%Si-t_{GI}=30s	2,05	2,0	0,25	4,02	5,2	0,08
7wt%Si-t_{GI}=90s	1,83	1,9	0,31	4,02	8,6	0,04
7wt%Si-t_{GI}=210s	1,63	1,8	0,33	2,15	2,1	0,22

Como se nota, as ligas obtidas apresentaram valores médios de RQI, mas também morfologias propícias ao tixoforjamento. Porém, esse fato não quer dizer que essas estruturas obtidas não serão propícias para seu emprego como pasta semi-sólida. Para confirmar se realmente essas ligas poderão ser utilizadas como pastas semi-sólidas, realizou-se o ensaio de viscosidade, cujos resultados serão apresentados e discutidos posteriormente, baseando-se novamente nas morfologias apresentadas pelas ligas, segundo as variáveis de ensaio adotadas.

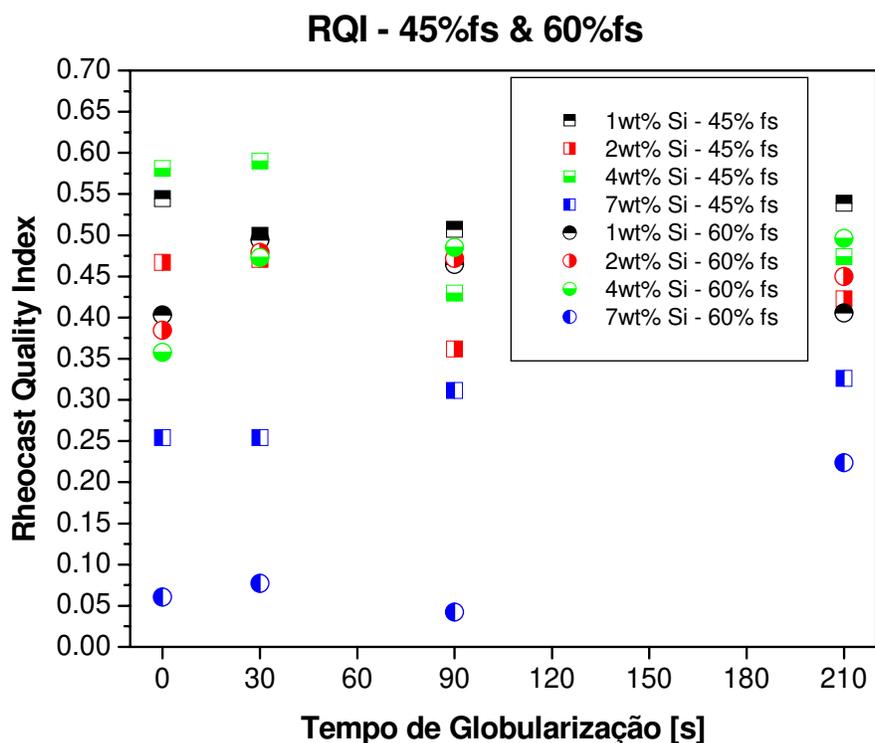


Figura 4.14 - Valores de RQI em função dos tempos de globularização.

4.3 - Resultados dos ensaios compressão a quente - caracterização da viscosidade

A realização de ensaios de viscosidade no material no estado semi-sólido é considerado fundamental para caracterizar seu comportamento reológico quando este é submetido a tensões. Basicamente, foi a partir do ensaio de viscosidade que Spencer (1972) demonstrou por experimentos as excelentes vantagens de se trabalhar com material nesse estado. Spencer demonstrou que a estrutura globular no material, imersa em líquido, lhe confere um comportamento em seu escoamento como a de um material não-ideal e inelástico, ou seja, um material que apresenta deformação por escoamento viscoso não Newtoniano do tipo-viscoelástico, com um comportamento em que a relação entre tensão aplicada e a conseqüentemente deformação não é linear. Nesse caso, então, o melhor parâmetro para caracterizar tal comportamento é a viscosidade aparente (relação entre a tensão de cisalhamento entre camadas de fluídos, em função do gradiente de velocidade entre essas camadas, porém, para uma condição específica de cisalhamento).

Visto a importância de se caracterizar o comportamento de materiais semi-sólidos por meio do ensaio de viscosidade, seguindo o procedimento que foi apresentado de forma detalhada no capítulo referente ao procedimento experimental, realizou-se o ensaio de compressão a quente entre placas paralelas em cada uma das quatro condições de globularização ($t_{GI} = 0, 30, 90$ e $210s$) sob as duas frações sólidas (45 % e 60 % fs) para cada uma das ligas, mesmo nas que apresentaram a estrutura dendrítica.

As Figuras 4.15 e 4.16 apresentam-se curvas de tensão versus deformação de engenharia, obtidas nos ensaios de viscosidade realizados entre as placas paralelas. Ao realizar a análise deve-se levar em consideração dois pontos amplamente discutidos anteriormente que possuem ligação direta, seja referente à estrutura que se obteve para cada condição, ou ao valor do RQI calculado.

De uma forma geral, pode-se notar nas curvas, entre a faixa de deformação inicial de 0 até aproximadamente 0,15%, houve a tendência de a curva ter um pico no valor da tensão, o que demonstra que o material semi-sólido apresentou assim o comportamento tixotrópico. Segundo abordado pela literatura (Paes, 2004, Zoqui, 2001, Atkinson, 2005) esse pico indica ocorrência do fenômeno tixotrópico do material. No comportamento tixotrópico, é necessária uma tensão inicial para que depois o material se deforme com uniformidade e sob menor tensão. Na faixa de 0 a 0,15% de deformação, o material possui uma certa linearidade de crescimento no valor da tensão, ou seja, apresenta uma resistência com relação à força aplicada na área que está sendo deformada. Isso demonstra que sob baixa tensão é possível manusear o material como se ele fosse sólido. O pico de tensão visualizado nesta faixa indica a resistência máxima à deformação que a estrutura suporta sem que haja a quebra na interconexão existente entre os glóbulos (ou rosetas) ou do esqueleto no caso de uma estrutura dendrítica. Após esse pico, nota-se que a deformação faz com que as interligações sejam facilmente quebradas numa estrutura globular ou roseta, enquanto em uma estrutura dendrítica demonstra a necessita maiores valores de tensões. Esse fenômeno pode ser facilmente comprovado ao compararmos as estruturas morfológicas obtidas no trabalho com as curvas.

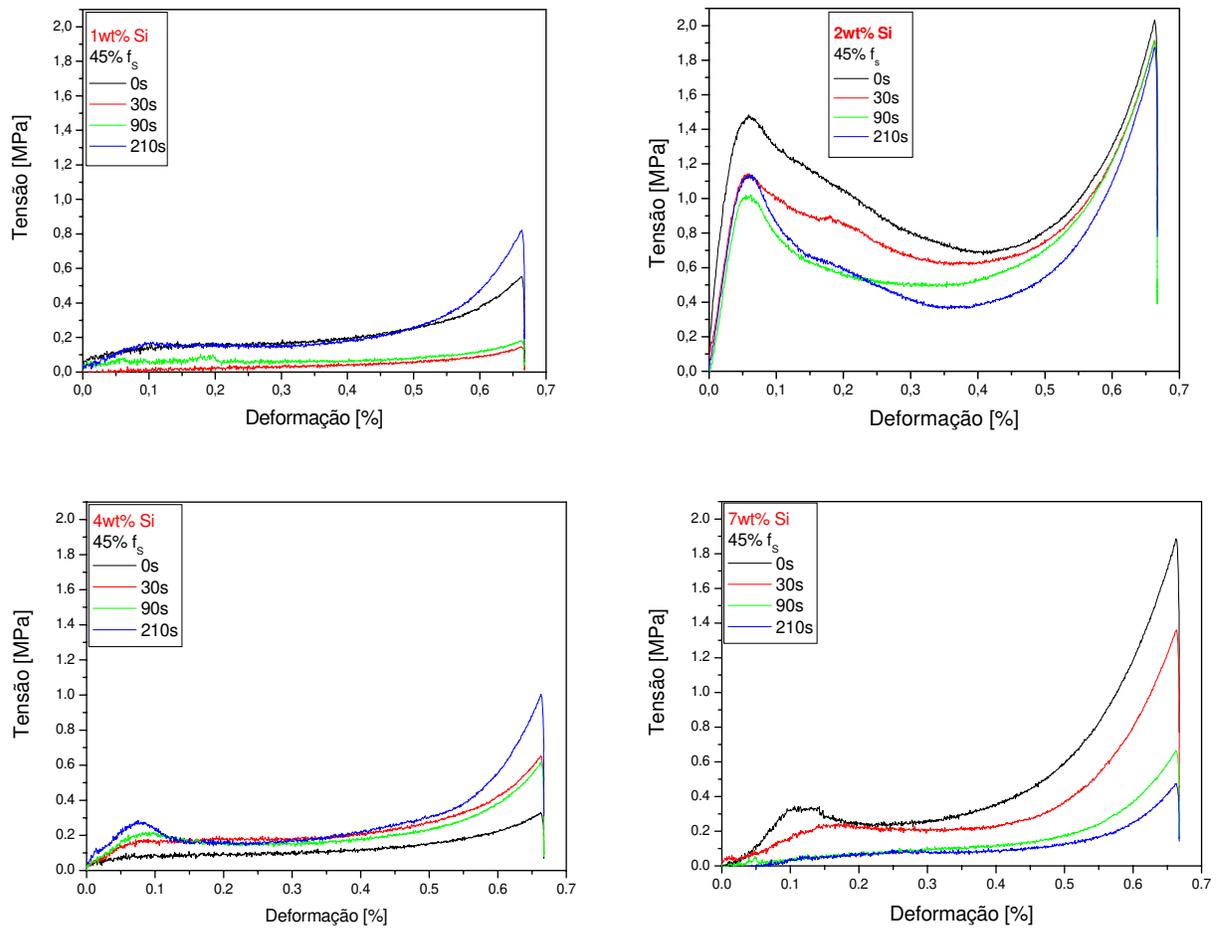


Figura 4.15 - Curvas de tensão versus deformação para a f_s de 45% em diferentes t_{GL} .

Como se observou anteriormente na liga 7wt%Si com 60% f_s a morfologia que se formou foi tipicamente dendrítica, fato que se confirmou por seus valores de RQI. Nessa condição de ensaio, observou-se ainda em sua curva tensão versus deformação a elevação no nível da tensão conforme a deformação foi aplicada, apontando assim a presença de uma forte interconexão no esqueleto de sua estrutura. Este fato pode também ser notado para as ligas ensaiadas com 60% f_s . Pode-se sugerir que quanto maior a fração sólida, menor será a quantidade de eutético formado entre as rosetas ou a estrutura globular, inibindo assim a visualização de forma pronunciada em suas curvas, de um patamar em que se nota presença de uma etapa em que o material apresenta deformação estável, com pouca ou nenhuma variação na deformação aplicada. Esse comportamento sugere que as ligas com estrutura na forma globular ou de roseta quando trabalhadas com 60% f_s apresentaram pouco eutético, o que mostrou inibir um efeito tipicamente lubrificante entre as partículas.

Em algumas curvas apresentadas, notou-se que da faixa de 0,15 a 0,5% de deformação, principalmente para 45% de fs, houve a presença do patamar que foi descrito anteriormente, em que o material apresenta uma deformação continuada com pouca ou nenhuma variação na deformação. Conforme descrito na literatura, nessa fase o líquido atua como se fosse um lubrificante facilitando a movimentação dos glóbulos da fase primária, propiciando a deformação sem que haja aumento no valor da tensão aplicada. Especula-se que durante esse estágio o líquido vai sendo expulso lentamente para as bordas e, no final do processo, pouco líquido resta para fazer o papel de lubrificante, ocasionando a elevação no valor da deformação, conforme se constata esse fenômeno, no intervalo final das curvas posteriormente a 0,5% de deformação. Os valores superiores a 0,5% de deformação fazem com que ocorra a expulsão todo o líquido existente na amostra para a sua extremidade. Essa expulsão faz com que não haja mais lubrificação nos estágios anteriores, e a tensão aumenta continuamente pelo contato direto sólido-sólido. Nesse estágio, para garantir a continuidade da deformação, o sistema necessita estar deformando os próprios glóbulos da fase primária (sólida), ocasionando, assim, a necessidade de maiores tensões. Dessa forma, surge a necessidade de realizar o processamento do material semi-sólido em equipamentos que desenvolvam altíssimas velocidades de atuação, diminuindo este efeito da expulsão do líquido conforme foram observados nos ensaios.

As curvas da liga com 2wt%Si e 45% de fração sólida apresentaram curvaturas bem distintas das restantes obtidas em todo experimental. Para tentar entender o que pode ter ocorrido, foram confrontadas as morfologias apresentadas pelas ligas com mesma fração sólida, porém, com porcentagens de silício inferior ou superior, assim como a relação grão/glóbulo. Ao se visualizar as macroestruturas das ligas presentes da Figura 4.4 a 4.6, nota-se que há uma maior conectividade entre os assim denominados glóbulos. Na Tabela 4.3, observa-se, por intermédio dos valores obtidos da relação grão/glóbulo, que neste caso a liga apresentou valores superiores quando comparados com os da liga com 1wt%Si e 4wt%Si. Esse fato talvez possa vir a comprovar a distinção nas curvaturas dessa liga. Observa-se que a liga com 7wt%Si apresentou alto valor na relação grão/glóbulo mas, por sua vez, essa liga possuía também alta porcentagem de líquido envolto nas rosetas, sugerindo que este líquido agiu como lubrificante quando ensaiada.

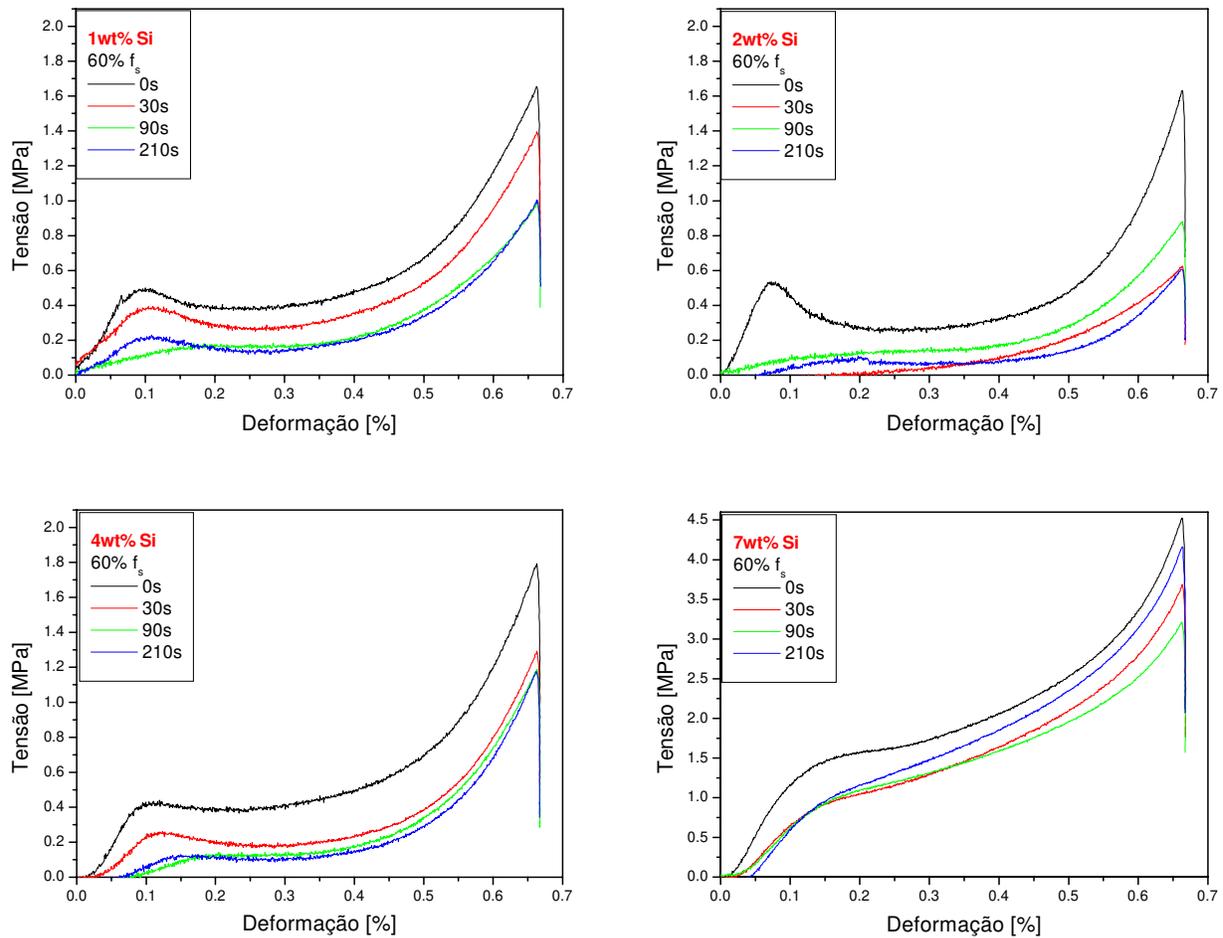


Figura 4.16 - Curvas de tensão versus deformação para a fs de 60% em diferentes t_{GL}.

Nota-se também de uma maneira geral, que os ensaios realizados com a fs de 45% apresentaram menores valores de tensão quando comparados com os ensaios realizados com 60%fs. Novamente, talvez esse fato possa ser explicado pela maior interconexão existente entre as ligas com alta fração sólida, ou ainda pela maior relação grão/glóbulo como se pode visualizar na Tabela 4.5.

A Tabela 4.7 apresenta um resumo das principais características mecânicas obtidas dos ensaios de compressão a quente por placas paralelas em todas as amostras testadas. A tensão de escoamento (σ_e), tensão máxima de escoamento (σ_{max}) e a tensão média (σ_m - com 0,3% de deformação) foram obtidas diretamente das Figuras 4.14 e 4.15 com auxílio do software ORIGIN. A tensão de escoamento foi obtida do gráfico para valores de deformação de 0,1%. Vale destacar que não se adotou o valor de 0,02% de deformação para se determinar a tensão de

escoamento por não se tratar de material sólido. Conforme as medidas adotadas para o ensaio: tamanho do corpo de prova de 15mm de altura (H_0) por 25mm de diâmetro (D_0), como altura final correspondente a 5mm, a deformação de engenharia no ponto correspondente a tensão máxima se estabeleceram em torno de 0,667 [%], conforme pode ser visualizado nas curvas obtidas.

Tabela 4.7 - Resultados dos ensaios de compressão.

	45% fs			60% fs		
	σ_e [MPa]	σ_m [MPa]	σ_{max} [MPa]	σ_e [MPa]	σ_m [MPa]	σ_{max} [MPa]
1wt%Si-t_{GI}=0s	0,14	0,17	0,55	0,48	0,40	1,65
1wt%Si-t_{GI}=30s	0,02	0,03	0,43	0,39	0,27	1,39
1wt%Si-t_{GI}=90s	0,06	0,06	0,47	0,12	0,17	0,98
1wt%Si-t_{GI}=210s	0,016	0,14	0,82	0,22	0,14	1,00
2wt%Si-t_{GI}=0s	1,30	0,80	2,02	0,45	0,27	1,63
2wt%Si-t_{GI}=30s	1,02	0,67	1,91	0	0,04	0,62
2wt%Si-t_{GI}=90s	0,25	0,50	1,91	0,11	0,14	0,88
2wt%Si-t_{GI}=210s	0,86	0,42	1,87	0,05	0,06	0,61
4wt%Si-t_{GI}=0s	0,07	0,10	0,32	0,41	0,41	1,79
4wt%Si-t_{GI}=30s	0,16	0,18	0,65	0,24	0,18	2,02
4wt%Si-t_{GI}=90s	0,21	0,14	0,60	0,03	0,13	1,91
4wt%Si-t_{GI}=210s	0,24	0,17	1,00	0,06	0,10	1,90
7wt%Si-t_{GI}=0s	0,32	0,26	1,87	1,15	1,74	3,72
7wt%Si-t_{GI}=30s	0,16	0,20	1,34	0,68	1,29	3,68
7wt%Si-t_{GI}=90s	0,04	0,09	0,66	0,63	1,31	3,22
7wt%Si-t_{GI}=210s	0,03	0,08	0,47	0,60	1,49	4,15

Com auxílio da Tabela 4.7, observa-se que existe uma tendência de queda na tensão de escoamento conforme se aumenta o t_{GI} . Isso deve principalmente ao fato de que com o aumento do tempo de globularização se tem a maior globularização, conforme apresentaram valores de RQI. Pois tudo indica também que em decorrência do aumento do tempo de globularização pode ser que haja uma possível queda na interação entre as partículas. Assim, isso leva a sugerir que na

adoção de maiores tempos de globularização haverá necessidade de menores tensões de escoamento ao iniciar o escoamento do material semi-sólido. Durante o processamento, por intermédio da tensão média nota-se que haverá na maioria dos casos uma tendência de queda em seu valor.

Ao se confrontar os valores relativos da tensão de escoamento entre as duas fs, observa-se que, com fração de 45%, os valores assim obtidos também foram menores, como esperado. Assim, esse fato demonstra ser melhor trabalhar com a menor fração de sólido. Porém, para a liga com 2wt%Si essa ação não veio a ocorrer, sendo explicado então pela alta conectividade existente pelos grãos, conforme já se argumentou anteriormente.

A liga 7wt%Si com 60%fs foi a que apresentou, quase em todos os tempos de globularização, os maiores valores de tensão de escoamento. Para o caso das ligas com 7wt%Si, pode ser que isso se deva tanto por esta liga apresentar a estrutura totalmente dendrítica, assim como, também, por apresentar menor proporção da fase líquida, embora tivesse maior porcentagem de eutético. Logo, isso mostra que o fator predominante para se diminuir a tensão de escoamento é a morfologia formada da liga.

A Tabela 4.7 também apresenta a tensão máxima obtida nas Figuras 4.15 e 4.16. De maneira geral, com o aumento do tempo de globularização, observa-se uma tendência de queda em seu valor, de 0 para 90s e, em alguns casos, até para 210, com exceção para liga 7wt%Si com 60%fs, indicando novamente o efeito da estrutura dendrítica obtida nesta condição. Nas ligas com 1wt%Si e 4wt%Si (45%fs) houve um certo aumento no valor da tensão máxima quando o tempo de tratamento foi elevado de 90 para 210s. Especula-se que isso pode ter ocorrido devido ao aumento no tempo de tratamento causar além do crescimento da estrutura uma maior interação entre elas.

Resumindo o que se observou, tanto na Tabela 4.7 como nas Figuras 4.15 e 4.16, tem-se que independente das condições utilizadas nos ensaios, seus valores de tensão se apresentaram bem próximos em todas as ligas. Isso logo demonstrou que todas as condições são possíveis de serem aplicadas para o tixoforjamento. Porém, devido seus resultados se apresentarem mais elevados do que o restante dos experimentos, a liga com 7wt%Si e 60%fs, independente do t_{GL} , demonstrou ser a pior condição para o tixoforjamento.

Com os dados que foram construídas as Figuras 4.15 e 4.16 e com auxílio das equações 2.15 e 2.16 foi possível montar os gráficos da Figura 4.17 e 4.18. Essas duas Figuras mostram o comportamento viscoso dos materiais em função da taxa de cisalhamento imposta para todas as amostras testadas. Conforme foi apontado no início deste item, determinar a viscosidade do material em função da taxa de cisalhamento talvez seja a caracterização mais importante para os materiais semi-sólidos.

Observando-se a Figura 4.17 e 4.18 pode-se notar que as curvas apresentam comportamentos quase constantes com o aumento da taxa de cisalhamento. Zoqui (2001) em seu trabalho observou que quanto maior o caráter globular do material semi-sólido ensaiado, menor será a queda da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento, ou seja, em condições ideais de globularização, no intervalo do cisalhamento testado o material se comporta como fluido Newtoniano, não variando a viscosidade com a taxa de cisalhamento. Esse comportamento observado pelo autor confirma-se de uma forma quase geral também nos resultados obtidos neste trabalho e ilustrados nas Figuras abaixo. Porém, esperava-se que para a 7wt%Si com 60%Si houvesse uma tendência no aumento da viscosidade com o aumento da taxa de cisalhamento, basicamente, em razão de sua estrutura ter se apresentado dendrítica, comportamento que não ocorreu.

Analisando primeiramente os tempos de globularização que foram empregados, observou-se que na maioria das ligas, independente da fração sólida adotada, as curvas de viscosidade para t_{GI} de 0s se mantiveram um pouco superiores com relação aos outros tempos. Isso aconteceu porque o tempo dado para que ocorresse a globularização foi baixo. Ainda se notou, que na liga com 2wt%Si e 45%fs as curvas de viscosidade obtidas encontram-se bem próximas umas das outras, indicando pouca diferença para no acréscimo do tempo de globularização. O mesmo fenômeno ocorrido foi relatado anteriormente na liga 7wt%Si com 60%fs.

Ao visualizar os gráficos apresentados nas Figuras 4.17 e 4.18, é impossível estimar o valor da viscosidade aparente μ_p , que é a viscosidade a $0,5^{-1}$ de taxa de cisalhamento. Segundo a literatura, a partir dessa taxa, o material escoar sem aumento da viscosidade e estabelece um patamar, dependendo da morfologia do material, de acordo com o que se verificou anteriormente.

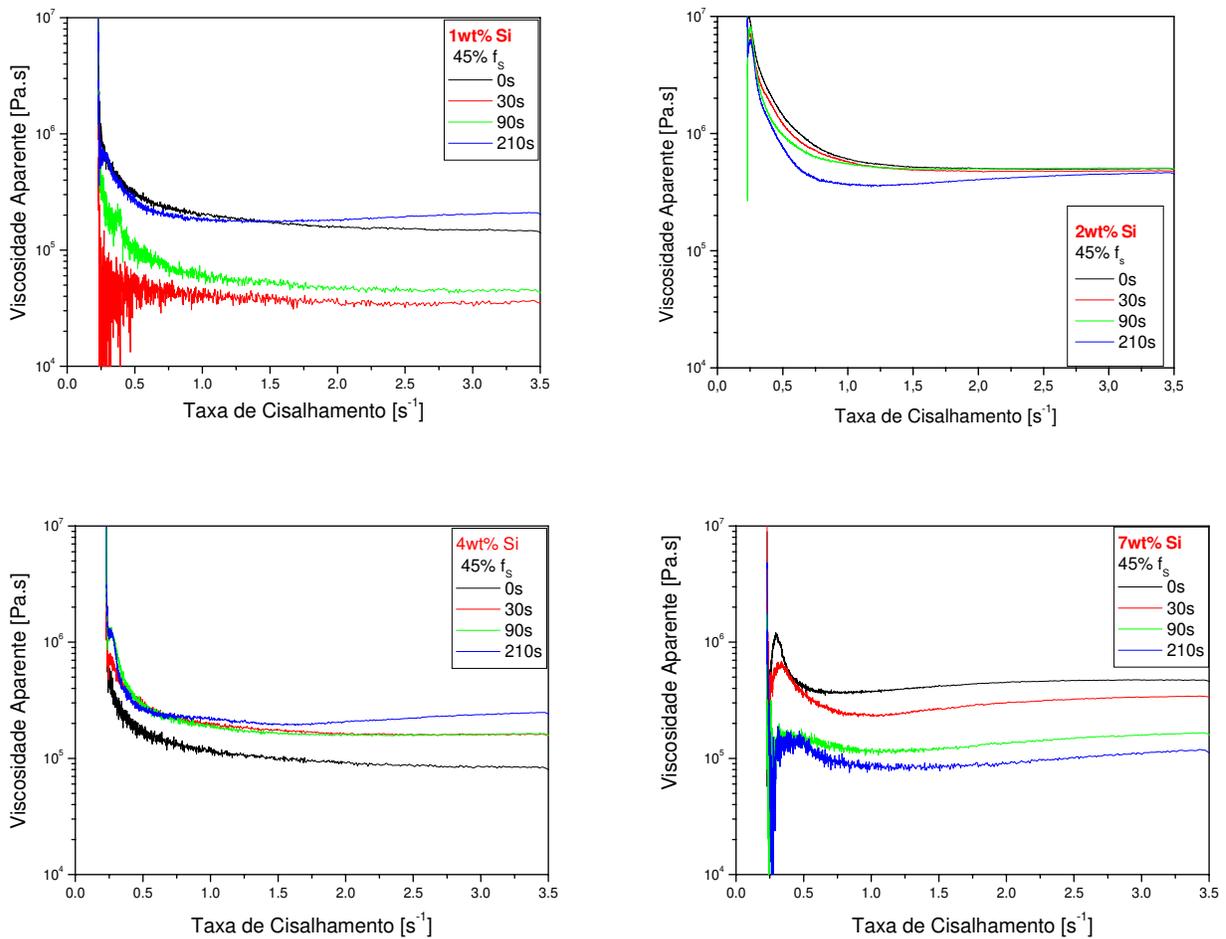


Figura 4.17- Curvas de Viscosidade Aparente versus Taxa de Cisalhamento para 45%fs nos diferentes tempos de globularização.

A Tabela 4.8 apresenta os valores da μ_p medidos a $0,5s^{-1}$ da taxa de cisalhamento com auxílio do software ORIGIN. Visualizando os resultados que foram obtidos verifica-se que na maior parte desses resultados os valores da viscosidade se estabeleceram entre a 10^5 a 10^6 [Pa.s]. Segundo Flemings (2001), materiais que se encontram nesta faixa de viscosidade possuem o comportamento similar à do vidro fundido e demonstram alta conformabilidade. Novamente, as amostras submetidas ao t_{GI} de 0s apresentam maior viscosidade média do que em relação aos outros tempos, principalmente para as amostras com 60%fs. Este fato confirma-se com a apresentação dos níveis de tensões mais elevados também para este tempo de globularização.

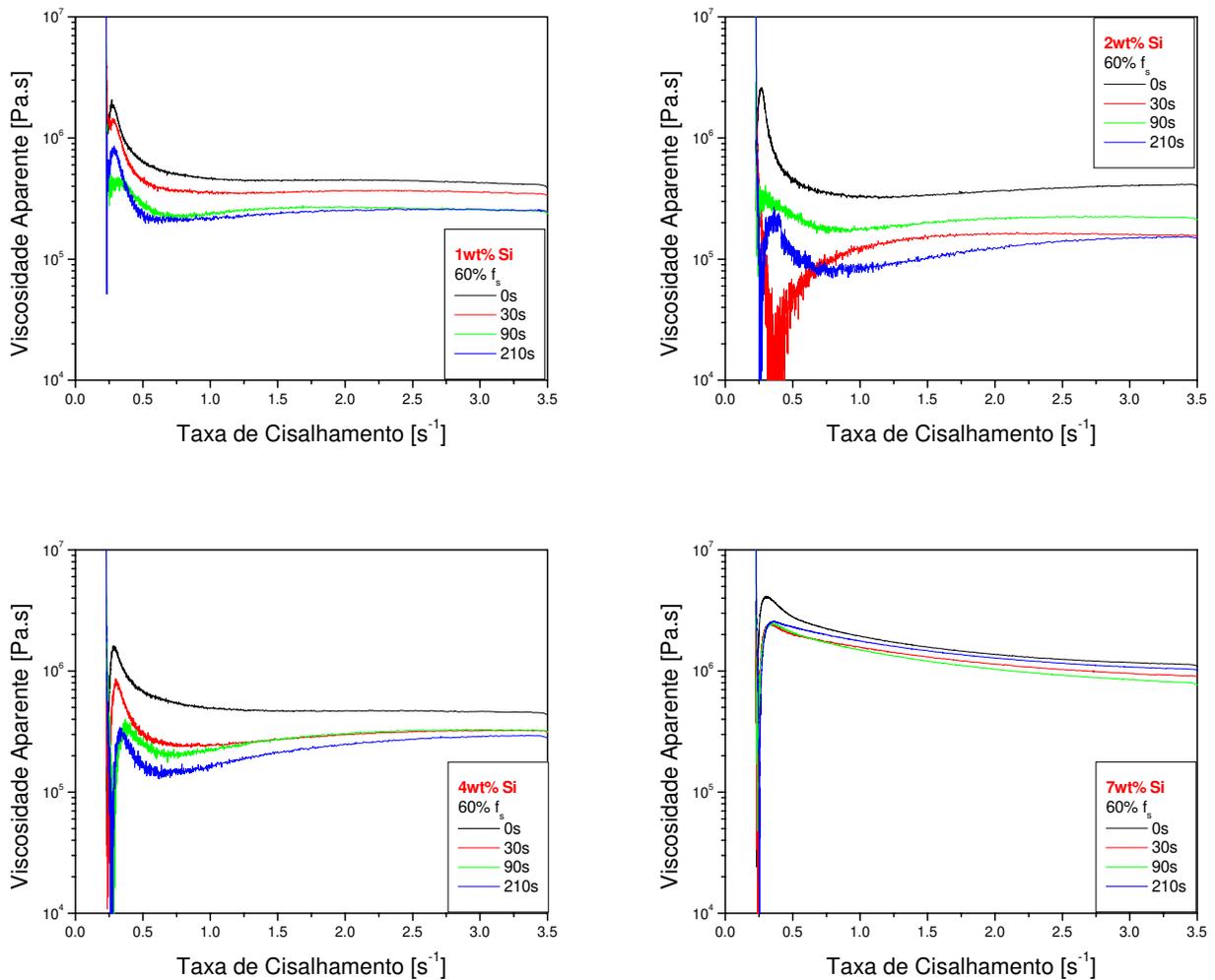


Figura 4.18- Curvas de Viscosidade Aparente versus Taxa de Cisalhamento para 60%fs nos diferentes tempos de globularização.

Ao comparar os resultados obtidos da viscosidade segundo os tamanhos de glóbulos ou de grãos para uma mesma liga, nota-se que de forma geral a menor relação entre eles diretamente resultou na menor viscosidade aparente obtida. Como se observa na Tabela 4.8, a liga 7wt%Si com 60%fs apresentou maior tamanho de glóbulo e de grão, e por conseqüência também a maior viscosidade aparente. Assim, logo se conclui que morfologias com menores dimensões quanto a grãos e glóbulos implicarão na obtenção de melhores níveis de viscosidade. De uma maneira geral, observa-se também que quanto maior for o tempo de globularização adotado, menor será viscosidade aparente apresentada.

Tabela 4.8 - Resumo dos resultados da μ_p dos ensaios de compressão.

	45% fs			60% fs		
	μ_p [Pa.s]	Grão [μm]	Glóbulo [μm]	μ_p [Pa.s]	Grão [μm]	Glóbulo [μm]
1wt%Si-t_{GI}=0s	3,1E+05	71 ±6	64 ±6	6,34E+05	132 ±23	95 ±13
1wt%Si-t_{GI}=30s	4,3E+04	68 ±3	68 ±4	4,42E+05	109 ±13	85 ±10
1wt%Si-t_{GI}=90s	1,0E+05	82 ±4	69±8	2,80E+05	129 ±21	98 ±14
1wt%Si-t_{GI}=210s	2,6E+05	87 ±9	78 ±8	2,25E+05	133 ±23	106 ±16
2wt%Si-t_{GI}=0s	1,4E+06	87 ±11	68 ±6	4,53E+05	121 ±12	88 ±9
2wt%Si-t_{GI}=30s	1,2E+06	78 ±10	61 ±6	1,36E+05	94 ±7	73 ±5
2wt%Si-t_{GI}=90s	9,8E+05	134 ±13	81 ±8	2,31E+05	98 ±13	73 ±12
2wt%Si-t_{GI}=210s	7,7E+05	101 ±11	71 ±6	1,18E+05	127 ±13	88 ±10
4wt%Si-t_{GI}=0s	1,7E+05	58 ±5	63 ±6	6,73E+05	158 ±26	118 ±13
4wt%Si-t_{GI}=30s	3,0E+05	55 ±4	55 ±4	2,97E+05	153 ±22	131 ±18
4wt%Si-t_{GI}=90s	2,9E+05	67 ±8	56 ±3	2,45E+05	158 ±21	130 ±10
4wt%Si-t_{GI}=210s	2,7E+05	75 ±9	64 ±5	1,67E+05	160 ±21	140 ±16
7wt%Si-t_{GI}=0s	4,2E+05	155 ±19	79 ±12	2,79E+06	281 ±40	77 ±14
7wt%Si-t_{GI}=30s	3,5E+05	168 ±31	82 ±9	2,31E+06	345 ±46	86 ±15
7wt%Si-t_{GI}=90s	1,5E+05	154 ±14	84 ±12	2,09E+06	325 ±56	81 ±14
7wt%Si-t_{GI}=210s	1,4E+05	151 ±14	93 ±11	2,00E+06	365 ±42	170 ±25

Na Figura 4.19, são apresentados os valores da viscosidade aparente em função do parâmetro RQI para cada um dos tempos de tratamentos empregados. Conforme abordado anteriormente, esse parâmetro permite analisar a eficiência do método de obtenção da matéria prima. Pode-se observar que a viscosidade aparente apresentou em excelentes níveis, pois ela se manteve entre 10^5 e 10^6 [Pa.s]. Porém, observa-se que a liga 7wt% com 60% apresentou valores acima de 10^6 [Pa.s], fato que pode ser facilmente explicado pela morfologia apresentada pela liga, conforme já notado anteriormente.

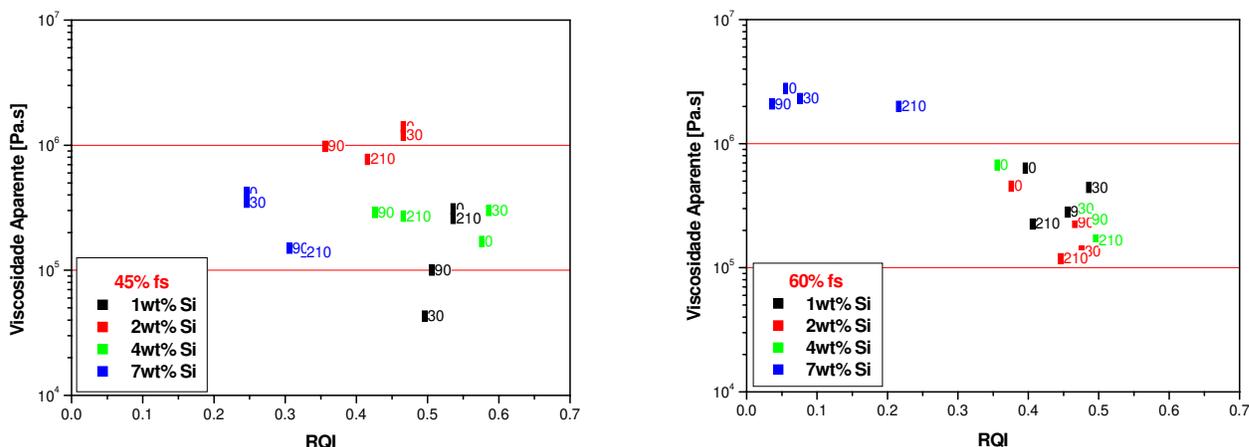


Figura 4.19 - Viscosidade aparente em função do parâmetro RQI para 50 e 60%fs nos diferentes tempos de tratamento para cada liga estudada.

Constata-se também que o aumento do tempo de globularização causou uma certa dispersão nos valores de RQI obtidos. A maior linearidade nos valores obtidos de RQI para baixos níveis de viscosidade aparente apresentados foi para a liga 4wt%Si com 45%fs. Nesse caso, nota-se a melhor viscosidade para o tempo de globularização de 0s. Coincidentemente, dentre todas as condições ensaiadas, a liga 4wt%Si com 45%fs foi a que apresentou o menor valor da viscosidade aparente para o tempo de globularização de 0s. Nessa condição obteve-se o valor de RQI de 0,58, pois foi o maior apresentado, indicando assim a mais eficiente condição para realização do tixoforjamento. Assim, conforme se observa, o índice RQI é um excelente parâmetro para se avaliar a evolução morfológica de uma liga em conjunto com os valores de viscosidade aparente.

Na da Figura 4.20, são mostrados somente o efeito do Tempo de Globularização sobre a Viscosidade Aparente. Nessa Figura volta a se visualizar os superiores resultados da viscosidade aparente, obtidas com as frações sólidas superiores a 45%. Observa-se que as duas condições que apresentaram superiores valores na viscosidade, foram justamente a estabelecida com 7wt%Si e 60%fs por causa de sua estrutura dendrítica, e para a 2wt% com 45%fs que, supostamente, apresentou grande interligação entre seus grãos. Fora essas duas condições, sugere-se que os resultados estavam dentro de uma mesma faixa de resultado. Dessa forma, os resultados presentes nesta Figura 4.20 mostram que há uma queda nos valores da viscosidade com aumento do tempo de globularização, mas sua diferença não é tão significativa como já se havia presenciado no

estudo morfológico. Esse fato indica que o melhor tempo para a execução do tixoforjamento é o de 0s, visto que além de diminuir o tempo para obtenção do material semi-sólido implicará também em menor gasto energético ao se realizar o aquecimento do material. Os tempos de globularização de 30 e 90s mostraram pouca diferença nos resultados apresentados em relação a seus extremos, pois o de 30s apresentou resultados próximos ao de 0s, e o de 90s próximos ao de 210s.

Com base nesses resultados obtidos da viscosidade, em confronto com a morfologia observada para cada condição, resolveu-se adotar os dois tempos extremos de globularização para realizar os ensaios de tixoforjamento que serão apresentados a seguir.

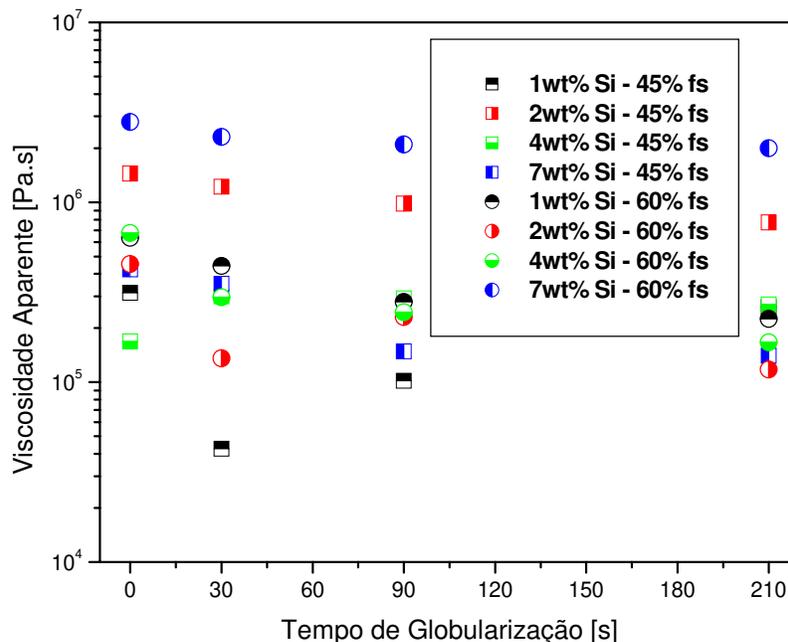


Figura 4.20 - Gráfico do efeito do Tempo de Globularização sobre a Viscosidade Aparente.

4.4 -Pré-ensaios de tixoforjamento - Validação do projeto e matriz executada

Utilizando o ferramental projetado e aferido, conforme descrito no Item 3.4, foram executados testes preliminares de tixoforjamento, para se compreender o fluxo do material dentro da matriz e para se determinar as dimensões necessárias do *blank*, para execução dos ensaios de

tixoforjamento. O procedimento experimental utilizado nesta fase do trabalho foi o idêntico aos ensaios de tixoforjamento finais. O blank era aquecido no forno elétrico posicionado do lado da prensa excêntrica e, em seguida, transferido por uma tenaz para o interior da matriz, quando alcançava o tempo de globularização e fração sólida desejada. A temperatura da matriz e da fração sólida do corpo de prova foram controladas pelo sistema de aquisição de dados. Nessa etapa, não foram observadas variações na temperatura do corpo de prova, quando transferidos para o interior da matriz, e a retirada do termopar de controle de temperatura do *blank* submetido à conformação ocorreria segundos antes da execução do tixoforjamento.

A matriz também não apresentou queda em sua temperatura, uma vez que se retirava o sistema de aquecimento segundos antes da execução do tixoforjamento. Sugere-se para trabalhos futuros, executar o embutimento desta resistência de aquecimento no interior da matriz, facilitando assim a execução do procedimento de tixoforjamento.

Uma vez que não era conhecido o comportamento do material quanto a sua fluidez, e volume necessário para o preenchimento da matriz, com auxílio do software Simapro foi determinado o volume necessário de material para se preencher a matriz. A partir deste volume, foram calculadas distintas dimensões do blank para pré-ensaios.

A Tabela 4.9 apresenta as dimensões iniciais sugeridas para confecção dos *blanks*, segundo o volume de preenchimento da matriz. Para esses ensaios de adequação das dimensões do blank, a liga adotada foi a 7wt%Si. Foi estabelecida a fração sólida de 45% com tempo de globularização de 0s. Adotou-se esta relação entre esses parâmetros com esta liga, por ela ser clássica em mais de 95% dos processos de tixoconformação no mundo.

A Figura 4.21 ilustra as peças iniciais que foram obtidas pelo processo de tixoforjamento. Nota-se que a primeira peça obtida não contribuiu para tirar as respostas pretendidas com relação ao fluxo do material e as dimensões necessárias para o preenchimento da matriz. A falta de entrosamento com o procedimento contribuiu para que ocorresse a perda da primeira peça. Porém, a princípio se constatou, nessa peça, a falta de preenchimento ao longo de seu comprimento e sobra de material em uma lateral.

Tabela 4.9 - Dimensões sugeridas do *blank* para tixoconformação.

Diâmetro [mm]	Comprimento [mm]	Volume [mm ³]	Sobra Comprimento [mm]	Sobra Largura [mm]	Total de Massa [g]
26,8	139,6	78761,8	5,2	6,6	212,7
27,0	137,6	78761,8	6,2	6,5	212,7
27,1	137,1	78761,8	6,5	6,5	212,7
27,2	136,1	78761,8	7,0	6,4	212,7
27,5	132,6	78761,8	8,7	6,3	212,7
28,0	127,9	78761,8	11,0	6,0	212,7

Na segunda peça executada pelo tixoforjamento, decidiu-se pelo aumento do comprimento do corpo de prova, mas manteve-se o volume da peça constante. Como é notada na segunda peça, houve melhor formação do que a primeira, mas também não houve o preenchimento total da matriz, havendo falta de material mais pronunciada nas laterais do que nas extremidades. Então, para se executar a terceira peça, optou-se em aumentar o diâmetro do *blank* e diminuir seu comprimento, fugindo das dimensões que foram apresentadas na Tabela 4.6, repetindo as mesmas dimensões da primeira peça tixoforjada. Na terceira peça tixoforjada, nota-se que houve falta de material de forma pronunciada em seu comprimento, novamente como na primeira, mas em sua largura nota-se apenas uma pequena falta de material.

A partir da quarta peça, foi tomada a decisão de manter o diâmetro do *blank* e variar somente seu comprimento. Elevou-se o comprimento do *blank* mantendo o diâmetro constante até a execução da décima peça. A décima peça demonstrou que somente a elevação no comprimento não seria suficiente para suprir a falta de material para o preenchimento da matriz. Sendo assim, tomou-se a decisão de se elevar o comprimento do *blank* quase para seu extremo possível, como também seu diâmetro. Com o diâmetro de 27,5 mm e comprimento de 144 mm pode ser observada a primeira peça executada por tixoforjamento sem falta de preenchimento, ou seja, o volume utilizado de material foi suficiente para preencher a matriz, fugindo então das condições estabelecidas pelo software Simapro.

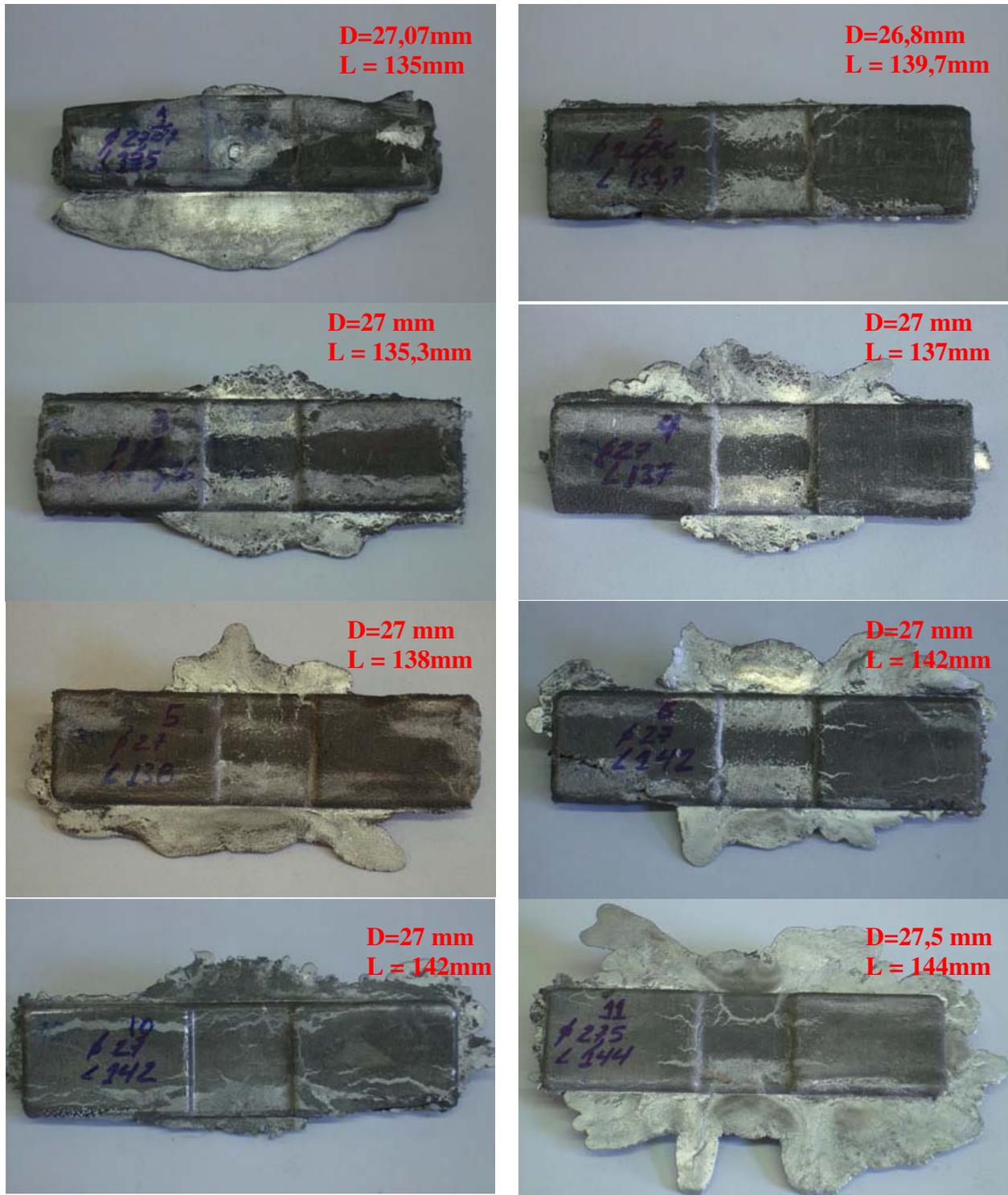


Figura 4.21 - Peças iniciais tixoforjadas para determinação das dimensões do tarugo de tixoforjamento.

Obtido pela décima primeira peça, as dimensões do *blank* necessárias para o preenchimento desejado da matriz, foram realizadas mais dez réplicas com estas dimensões.

Assim como na décima primeira peça, pode ser notada nas outras dez réplicas uma grande variação no volume de rebarba formada em seus lados. Com relação ao preenchimento da matriz ao longo do comprimento da peça, observou-se que aproximadamente 40% das peças tixoforjadas ainda apresentavam falta de material. Essas peças tixoforjadas foram então cortadas tanto transversalmente, como longitudinalmente, de forma a se verificar se não havia presença de vazios em seu interior e defeitos, o que indicaria a falta de material. Foi observado nessa análise que o preenchimento da matriz era perfeito, indicando as dimensões perfeitas para a execução do tixoforjamento, mesmo com um volume às vezes um pouco alto de rebarba.

Quanto à morfologia da estrutura apresentada nesses cortes, a Figura 4.22 ilustra o resultado do estudo em relação à microestrutura obtida nas diferentes posições da peça tixoforjada. Nota-se nas microestruturas que uma pequena quantidade de fase secundária é visível no meio da peça deformada, ou seja, em seu centro, tanto na vista transversal como na frontal, quando comparada com as extremidades da peça tixoforjada. Pode-se notar também que o processo de tixoforjamento causou maior segregação da fase secundária no centro da peça, assim resultando em menor quantidade de eutético perceptível. Todas as peças tixoforjadas apresentaram a maior deformação justamente no centro. Essa maior deformação já era esperada, uma vez que a geometria da peça lhe conferia esse resultado, pois tal deformação ocorre justamente na área que sofreria a maior sollicitação no ensaio de resistência mecânica, ou seja, durante a caracterização de suas propriedades mecânicas.

Outra característica constatada na peça tixoforjada foi quanto à quantidade de poros que se apresentaram nas distintas áreas tixoforjadas. Constatou-se que na área central, com maior nível de deformação, houve quase a ausência de poros. Porém, nas áreas referentes às extremidades da peça, pode-se notar maior incidência de poros, mas não tão alta de forma que pudesse prejudicar os resultados referentes à suas propriedades mecânicas.

Conforme descrito e observado por Rovira (2001), a deformação de materiais em estado semi-sólido ocorre por intermédio das etapas: rearranjo, por rolamento e escorregamento da fase sólida em suspensão no líquido, expulsão de líquido para frente de escoamento; deformação elasto-plástica de glóbulos em contato por efeito de compressão e cisalhamento; compactação seguida de possível recristalização da fase sólida. Nota-se nas microestruturas apresentadas na

Figura 4.22 que, na parte central da peça, ocorreram todos esses fenômenos, menos o relativo ao efeito de recristalização. Talvez um tratamento térmico posterior ao processo de tixoforjamento pudesse contribuir para a recristalização do material nessa área central, ou mesmo um tempo de recalque com pressão sobre a peça. Nesse caso, a prensa utilizada foi do tipo excêntrica, que não permite aplicar um tempo de recalque sobre a peça.

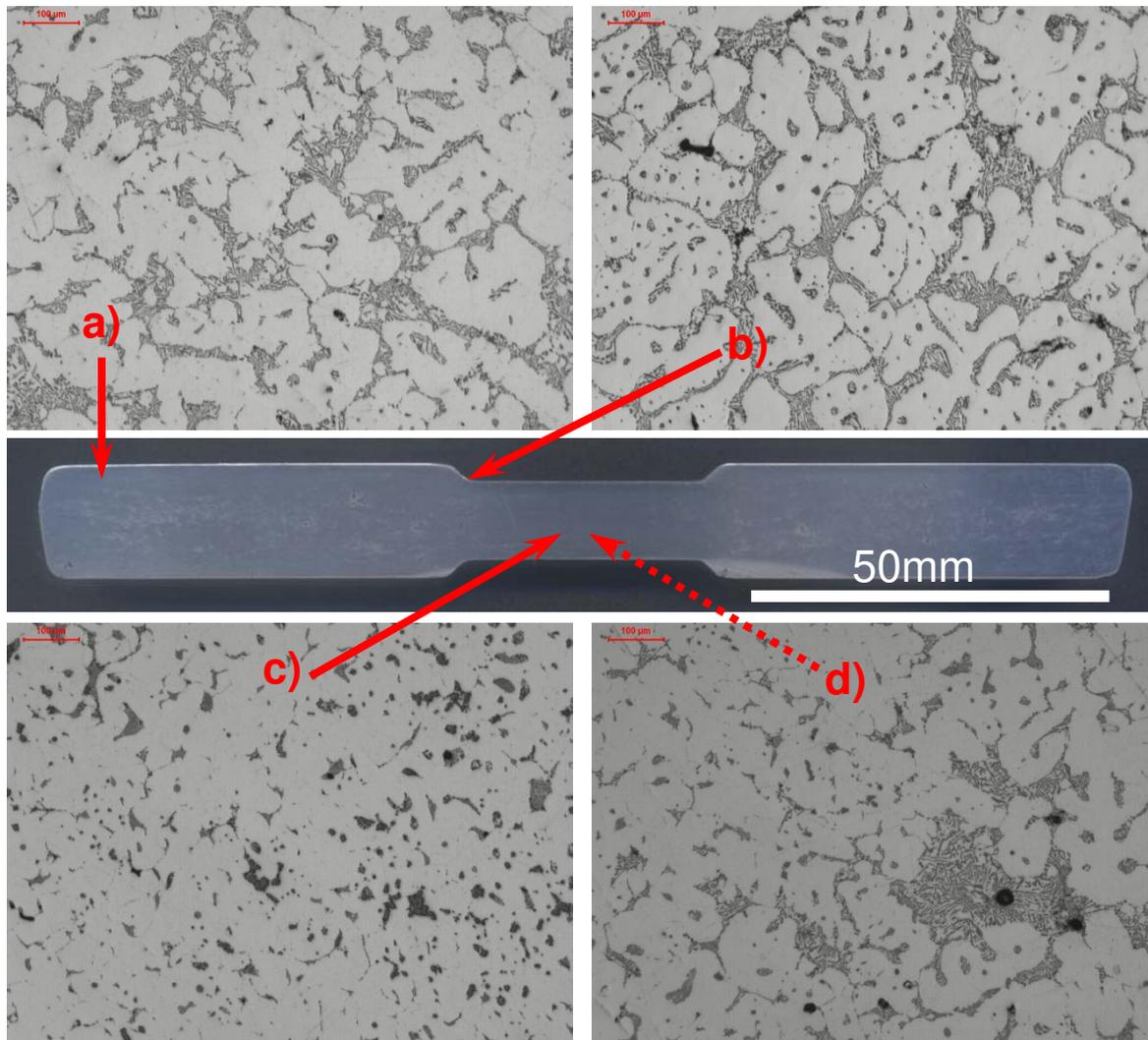


Figura 4.22 - Microestrutura da liga Al-7.0wt%Si-0.5wt%Mg apresentada na posição esquerda (a), na área perto da curva (b), na área central (c), e na área transversal (d)

Para sanar o problema quanto ao preenchimento ao longo do comprimento, foi aumentado o comprimento do blank para 145mm. Com esse novo comprimento de *blank*, realizaram-se mais cinco ensaios. Nesses ensaios, não foram constatadas ausências de preenchimento ao longo do comprimento da peça. Sendo assim, estabeleceram-se as dimensões do *blank* para execução dos

ensaios de tixoforjamento, que se encontram na Tabela 4.10. Como pode ser constatada nessa Tabela, a realização dos ensaios exigiu grande exatidão operacional ao se colocar o blank no interior da matriz, uma vez que as sobras de material do blank para a matriz tanto ao longo do comprimento, como na largura, eram bem estreitas.

Tabela 4.10 - Dimensões estabelecidas para realização dos ensaios de tixoforjamento.

Diâmetro Ideal [mm]	Comprimento Ideal [mm]	Volume Ideal [mm³]	Sobra Comprimento [mm]	Sobra Largura [mm]	Total de Massa [g]
27,5	145,0	86121,3	2,5	6,3	232,5

Quanto ao efeito da fluidez do material sob o estado semi-sólido para esse caso em particular, em que basicamente o *blank* é achatado contra a matriz bipartida do tipo aberta, pode-se notar que há menor fluidez ao longo do comprimento do material, do que em relação a sua largura. Esses resultados mostram que, para o preenchimento de matriz aberta, o *blank* deve possuir suas dimensões finais bem próximas às da matriz a ser preenchida, principalmente ao longo de seu comprimento. Porém, essa questão será abordada no próximo tópico, uma vez que se pode notar que esse comportamento foi distinto, conforme a composição química do material.

4.5 - Resultados dos ensaios de tixoforjamento e de tração

Com o conjunto de equipamentos montado e aferido, passou-se a executar o ensaio de tixoforjamento no material sob estado semi-sólido, com as dimensões do *blank* presentes na Tabela 4.7. Ao mesmo tempo, iniciava-se tanto o aquecimento das matrizes com o auxílio da resistência elétrica, como o aquecimento do lingote para posterior tixoforjamento. O tempo do aquecimento do blank, até que alcançasse a temperatura desejada de estado semi-sólido, estabeleceu-se entre 7 e 9 minutos, dependendo da liga. Os lingotes foram inseridos dentro do forno, amparados por uma tenaz. Ao alcançar o tempo de globularização estabelecido (0 e 210s), transferia-se o material para o interior da matriz inferior, e, então, retirava-se o termopar de controle de temperatura da extremidade do lingote. Posicionado o lingote dentro da matriz, acionava-se o sistema de aquisição e, logo em seguida, o pedal de acionamento mecânico da prensa. Esse procedimento se dava entre 4 a 10 segundos. Foram executadas 4 réplicas para a combinação entre a variação da f_s e o tempo de permanência, o que fez um total de 128

ensaios. Uma vez estabelecida a rotina experimental para o procedimento descrito, não houve problema em executar-se a operação. Porém, houve grande dificuldade de se executar esse mesmo procedimento nos tempos de globularização de 210s, principalmente para a liga de 7wt%Si, em ambas as frações sólidas.

Durante a execução do ensaio de tixoforjamento foram aquistados os valores referentes à força máxima. Na Tabela 4.11, são apresentadas as médias da força máxima que se estabeleceram entre as 4 réplicas em cada condição estabelecida para o ensaio entre tipo de liga, t_{GL} e fração sólida. Nota-se na Tabela que o aumento do teor de Si da liga tende a diminuir o valor da força necessária para se executar o tixoforjamento. Porém, essa queda não é significativa. A maior queda dada, foi entre a liga com 1 e 7wt%Si com o $t_{GL}= 210s$ e 60%fs, sendo da ordem de 3%. Ainda, pode-se notar que o aumento do tempo de globularização não causou grandes variações na força obtida no tixoforjamento, e que o material com maior fração de sólido necessitou de um pouco mais de força para ser tixoforjado.

Tabela 4.11 - Valor médio da força máxima, no decorrer do processo de tixoforjamento.

	45%fs		60%fs	
	Força Máxima [kN]		Força Máxima [kN]	
	$t_{GL}= 0s$	$t_{GL}= 210s$	$t_{GL}= 0s$	$t_{GL}= 210s$
1wt%Si	4,96 ± 0,05	4,97 ± 0,03	5,04 ± 0,04	4,93 ± 0,08
2wt%Si	4,88 ± 0,03	4,96 ± 0,02	5,00 ± 0,05	4,96 ± 0,02
4wt%Si	4,87 ± 0,06	4,84 ± 0,03	4,92 ± 0,02	4,83 ± 0,03
7wt%Si	4,89 ± 0,07	4,88± 0,01	4,94 ± 0,17	4,77 ± 0,06

Pode também ser notado na Tabela acima, que a força máxima para a execução do tixoforjamento foi de aproximadamente 5 kN para a massa de 232,5g, ou seja, a grosso modo, de aproximadamente 500kg. A capacidade da prensa excêntrica, segundo o fabricante, era de 25 toneladas. Dessa forma, como se pode notar, a carga utilizada para realizar esses ensaios foi irrisória para a capacidade da prensa. Rovira (2001) utilizou forças para tixoforjar uma peça com menor massa que a desse trabalho, da ordem de 50 a 270 kN em uma matriz do tipo fechada. Porém, a prensa adotada pelo autor foi do tipo hidráulica com a velocidade de deslocamento de

2,5mm/s, velocidade apontada pelo autor como não apropriada para a execução do tixoforjamento. A menor carga apresentada ao tixoforjar as peças nesse trabalho pode ser explicada pela velocidade de deslocamento da prensa adotada.

Chang (2000) e Yang (2000), em seus trabalhos, descrevem que o principal parâmetro para o preenchimento de uma matriz, aproveitando a característica tixotrópica do material semi-sólido, é a velocidade com que o material é injetado para dentro de uma matriz. Como visto nos ensaios de viscosidade, o material estabelece um patamar de nível de tensão (força/área) baixa e constante por um curto período de tempo. Esse patamar indica a necessidade de se executar o processo de tixoforjamento da forma mais rápida possível, aproveitando ao máximo a característica tixotrópica do material semi-sólido.

A prensa do tipo excêntrica mostrou-se adequada para a execução dos ensaios, uma vez que ela desenvolveu rápida e constante velocidade de deslocamento, da ordem de 50[mm/s]. Porém, talvez a única deficiência ao se utilizar esse tipo de prensa, seja a inexistência de tempo de aplicação de recalque sobre o material conformado. Mas, como tentativa de suprir essa deficiência, adotar-se uma matriz do tipo fechada pode contribuir para aumentar o recalque sobre o material, uma vez que não haverá espaço para o material fluir pela lateral e formar as rebarbas. Porém, não é tão fácil tixoforjar peças em matrizes do tipo fechada, como pode ser observado no trabalho eficientemente realizado por Rovira (2001), que enfrentou dificuldades nesse tipo de matriz.

As peças tixoforjadas, obtidas nas diferentes condições de ensaio, são ilustradas na Figura 4.23 e 4.24, ilustrando-se na primeira as peças submetidas ao t_{GI} de 0s e, na segunda, as com t_{GI} de 210s.

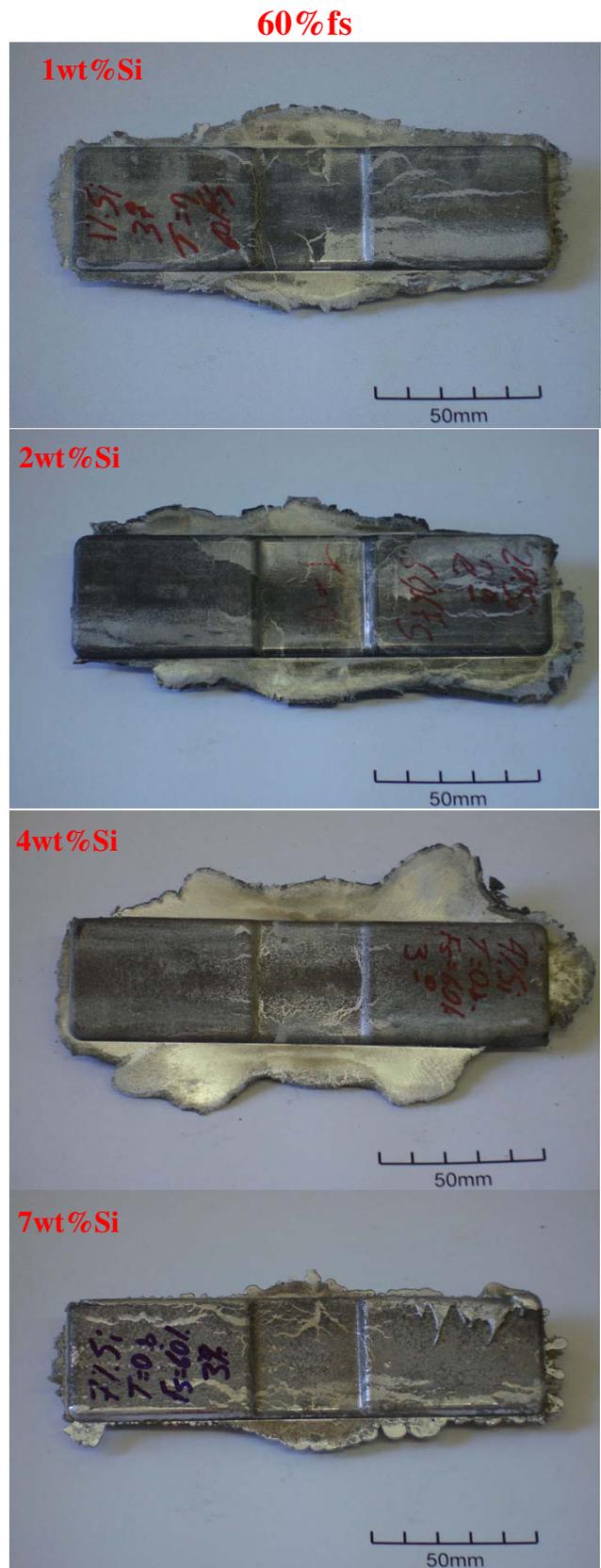
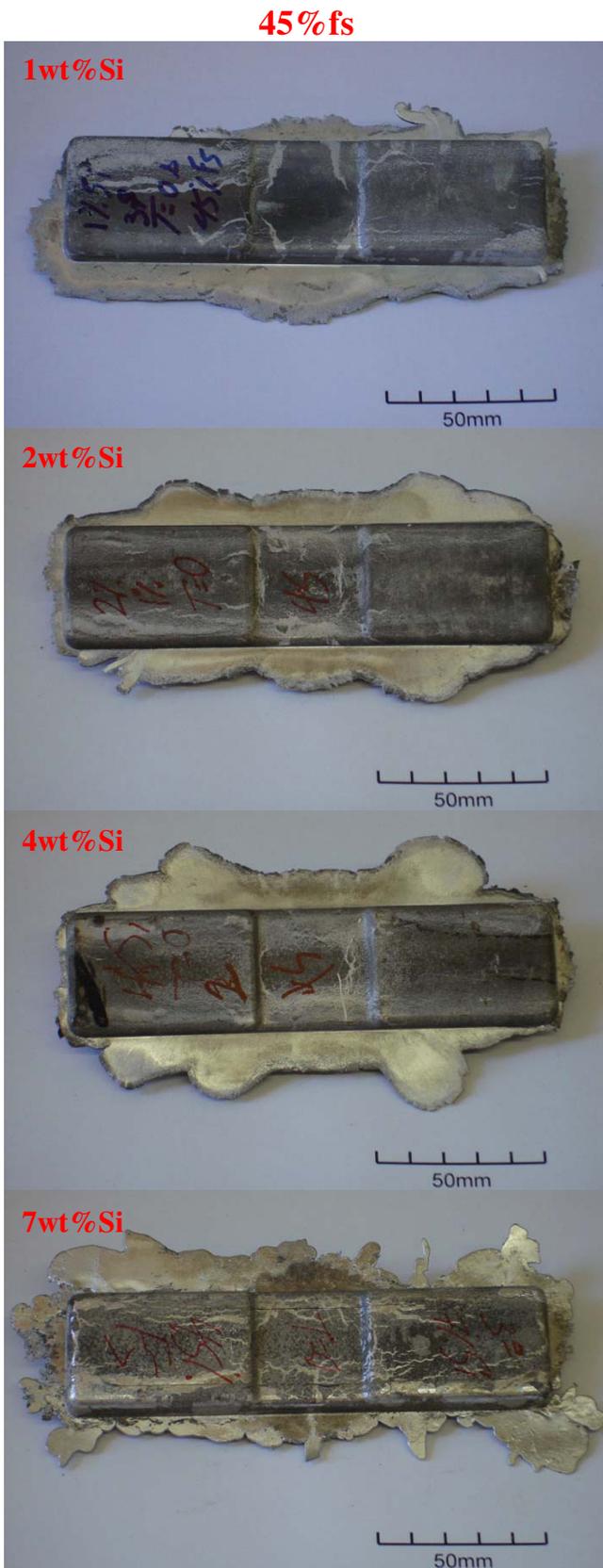


Figura 4.23 - Peças tixoforgadas com 45% e 60%fs com t_{GL} de 0s.



Figura 4.24 - Peças tixoforjadas com 45% e 60%fs com t_{GL} de 210s.

Como se pode observar tanto na Figura 4.23, como na 4.24, o material semi-sólido com as diferentes composições químicas, independentemente da interação adotada entre f_s e t_{GL} , apresentam boa conformabilidade, sendo capaz de preencher a matriz e reproduzir sua geometria. Pode-se notar ao realizar o procedimento experimental uma melhor facilidade na execução do tixoforjamento nas ligas tratadas a t_{GL} de 0s. As ligas, quando tratadas a t_{GL} 210s, apresentaram certa dificuldade na execução do processo. O longo tempo de tratamento fez com que o material se apresentasse mais difícil de manusear, pois mesmo mantendo a temperatura, o material se apresentava mais pastoso ao final dos tempos de tratamento. Esse fato pode ser explicado pela evolução morfológica apresentada no decorrer do aumento no tempo de globularização. Como foi discutido anteriormente, a liga quando tratada a t_{GL} de 210s apresentou menor interconexão entre as partículas primárias, daí a maior dificuldade de manuseá-las.

Como foi notada, a liga com f_s de 45% apresentou facilidade em se preencher a matriz do que as com 60% f_s . Este fato justifica-se tanto pela maior fração de líquido presente, como também pela viscosidade aparente apresentada para esta faixa de f_s . As ligas com menores frações de sólido apresentam menor viscosidade, conforme constatado na Tabela 4.8. A menor quantidade de fase sólida no material contribui para melhor formação da peça na matriz, como se pode observar nas peças finais tanto pelo seu acabamento superficial como por sua rebarba formada. Logo, conclui-se pelas análises realizadas sobre as peças obtidas com as duas distintas f_s , que 45% f_s é a mais indicada para a execução do tixoforjamento.

A quantidade de rebarbas apresentada nas peças não prejudicou a formação destas, pois estas rebarbas eram posteriormente removidas com grande facilidade. Como pôde ser observado no decorrer da realização dos experimentos, a liga com menores porcentagens de silício apresentou menor quantidade de rebarbas. Este fato pode ser explicado pela maior quantidade de eutético presente em ligas com porcentagem maiores que silício, cuja quantidade envolta na fase primária é mais facilmente expulsa para o exterior do material ao ser submetido ao processo de tixoforjamento. Porém, foi constatado de forma visual que as ligas intermediárias do estudo, ou seja, as com 2 e 4wt%Si foram as que apresentaram resultado melhor quanto a sua formatação e acabamento final, principalmente a com 4wt%Si. Porém, ainda neste ponto do trabalho, não é possível realizar-se a escolha do melhor tipo de liga, uma vez que o mais importante são as propriedades mecânicas finais apresentadas.

Não foram realizadas análises, quanto à microestrutura interna apresentada nas distintas condições de tixoforjamento, uma vez que o principal objetivo do projeto era analisar a viabilidade do processo de forma qualitativa a partir das peças obtidas e das propriedades mecânicas apresentadas por estas peças. Posteriormente, esta análise será realizada de forma cuidadosa, constituindo assim um trabalho de mestrado por um aluno do grupo.

Após ter obtido as peças tixoforjadas dentro das variáveis desejadas, quanto a sua fração sólida e tempo de globularização, estas peças foram usinadas para retirada dos corpos de prova de tração. A geometria e as dimensões adotadas para confecção dos corpos de prova de tração encontram-se na Figura 3.7. As especificações para execução dos ensaios de tração são descritas no Item 3.5. A Figura 4.25 apresenta as curvas tensão [MPa] versus deformação [%], obtidas nos ensaios de tração, sendo que são as curvas mais representativas de todo trabalho. Nessa Figura, encontram-se também os ensaios de tração realizados nas ligas sob a condição fundida. Um fato importante a ser relevado nos valores obtidos, quanto às propriedades mecânicas das ligas fundidas, é que elas foram vazadas com metodologia diferente da adotada das restantes. Essas ligas fundidas diferenciam-se pelo fato de serem desgaseificadas com argônio em seu vazamento.

Ao se analisar as curvas obtidas de forma visual, nota-se que as ligas com 7wt%Si apresentaram maiores valores de tensão. Notou-se um acréscimo no valor da tensão, conforme foi elevada a porcentagem de silício. Também se pode observar que até aproximadamente a tensão de 65 [Mpa], as curvas tendem a apresentar a mesma inclinação, indicando que o módulo de elasticidade é pouco afetado pelo teor de silício ou pelo tixoforjamento. O aumento na porcentagem de Si em uma liga de alumínio contribui para o aumento de suas propriedades mecânicas, conforme constatado na literatura. Tanto o silício, como o magnésio melhoram as propriedades mecânicas da ligas. No caso do magnésio, há a necessidade de se empregar um tratamento térmico posterior ao seu vazamento, para que se obtenha essa melhoria nas propriedades mecânicas da liga (ASM, 1992). Para não se tirar falsas conclusões apenas observando as curvas tensão versus deformação, uma vez que são quase idênticas em certas condições, os valores referentes ao limite de escoamento (σ_e), alongamento (ϵ) e limite de resistência a tração (LRT) foram obtidos das curvas com auxílio do software Origin e são apresentados na Tabela 4.12.

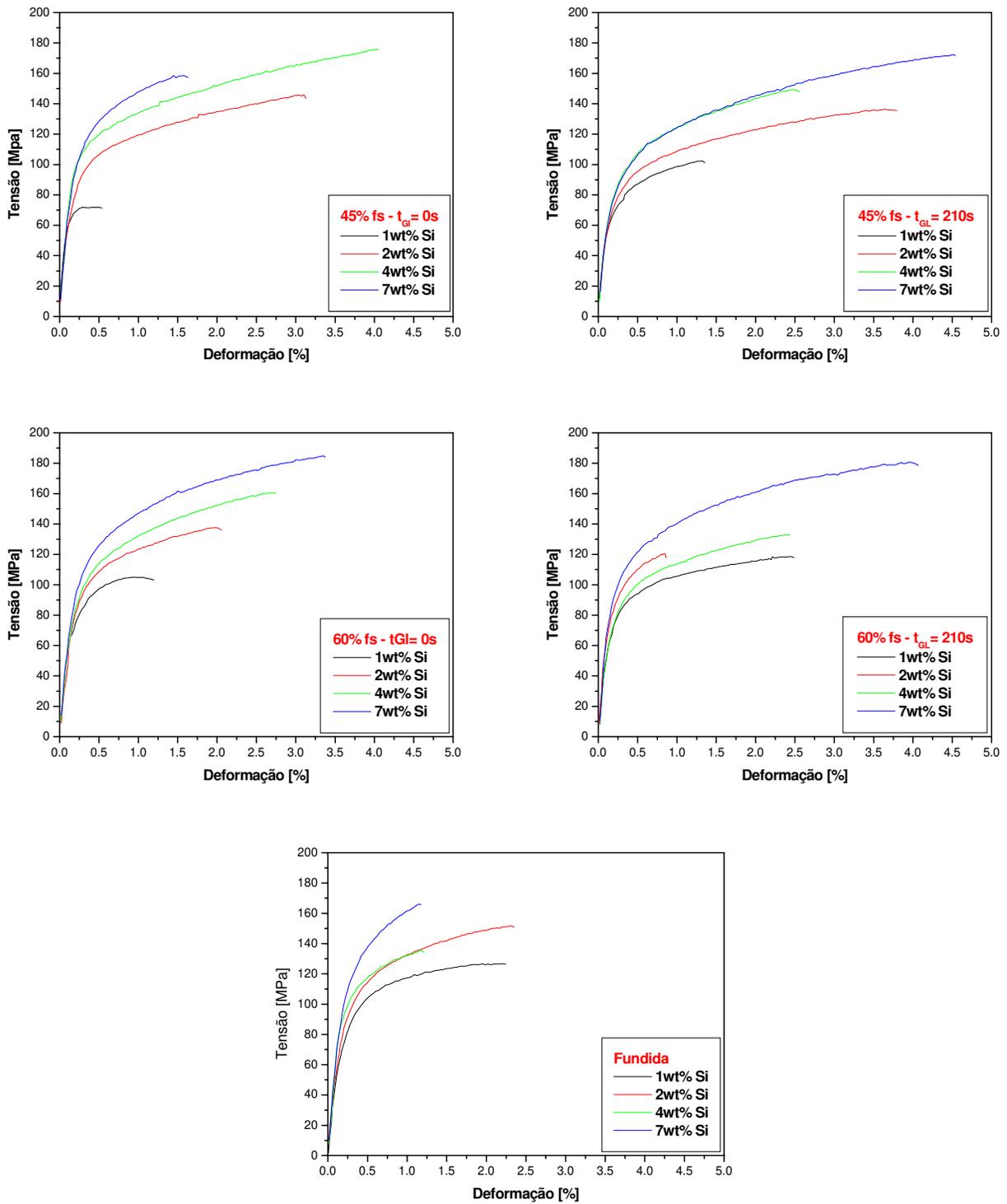


Figura 4.25 - Curvas tensão versus deformação para as distintas interações entre tipos de liga, fração sólida e tempos de globularização.

Tabela 4.12 - Propriedades mecânicas das condições estudadas.

Tensão Limite de Escoamento - σ_e [MPa]					
	45 % fs		60 % fs		Fundida
	$t_{GI} = 0s$	$t_{GI} = 210s$	$t_{GI} = 0s$	$t_{GI} = 210s$	
1wt % Si	71,8	75,6	92,6	87,6	95,2
2wt % Si	100,2	85,8	103,2	100,6	106,7
4wt % Si	115,3	96,4	107,9	91,3	111,9
7wt % Si	121,9	97,6	116,4	109,9	127,6

Alongamento - ε [%]					
	45 % fs		60 % fs		Fundida
	$t_{GI} = 0s$	$t_{GI} = 210s$	$t_{GI} = 0s$	$t_{GI} = 210s$	
1wt % Si	0,43	1,16	0,78	2,17	1,97
2wt % Si	2,82	3,58	1,70	0,66	1,96
4wt % Si	3,73	2,24	2,41	2,20	0,94
7wt % Si	1,29	4,17	2,99	3,73	0,91

Limite de Resistência a Tração - LRT [MPa]					
	45 % fs		60 % fs		Fundida
	$t_{GI} = 0s$	$t_{GI} = 210s$	$t_{GI} = 0s$	$t_{GI} = 210s$	
1wt % Si	72	102	105	119	127
2wt % Si	146	137	138	120	152
4wt % Si	176	149	161	133	136
7wt % Si	159	172	185	180	166

Ao se analisar, primeiramente, os valores referentes à tensão limite de escoamento obtidos, nota-se que, para todos os casos, houve o aumento em seu valor com a elevação da porcentagem de Si. Também se nota que, em geral, maiores tempos de globularização, para uma mesma liga e fração sólida, causou uma pequena queda no valor do limite de escoamento. A maior queda apresentada no valor do limite de escoamento, constatada com a elevação do tempo de tratamento, foi de aproximadamente 16% para a interação estabelecida entre a liga 4wt%Si com 45%fs. De forma isolada, na liga com 1wt%Si este fato não ocorreu, indicando assim que a evolução morfológica nesta liga com o aumento do tempo de tratamento contribuiu para a melhoria de seu limite de escoamento. Assim sendo, logo se conclui que menores tempos de globularização são melhores para a obtenção de maiores valores no limite de escoamento do material.

Como já havia se notado, o tempo de globularização de 0s demonstra ser o mais apropriado para a obtenção do material sob o estado semi-sólido. Esse tempo apresentou melhores resultados tanto no estudo morfológico da liga (RQI), como nos resultados da viscosidade e no decorrer da realização dos ensaios de tixoforjamento.

Como pôde ser constatado anteriormente, entre todas as interações dos parâmetros estudados, a liga 4wt% com 45%fs e $t_{GI}=0s$ aparenta ser a que apresentou melhor globularização (RQI=0,59), melhor viscosidade aparente (1,7E+05 MP.s), melhor tixoforjamento e bom limite de escoamento (115,3 MPa).

Nota-se nos valores relativos aos alongamentos apresentados que há uma certa dificuldade em analisá-los. Em casos isolados, como para a interação de 60%fs e t_{GI} de 0s, pode-se observar que o aumento da porcentagem de silício contribuiu para que o valor do alongamento aumentasse. Na liga sob a condição fundida, os valores do alongamento tenderam a cair com o aumento da porcentagem de Si.

Analisando as ligas com 45%fs, apontada como sendo a melhor para tixoforjamento, nota-se que para a liga de 1wt%Si o alongamento foi inferior ao obtido da condição fundida. Porém, para as outras ligas, constata-se que o alongamento foi bem superior, destacando-se novamente a liga com 4wt%Si e fs de 45%. O valor do alongamento apresentado nesta condição foi 309% superior ao da liga fundida com mesma porcentagem de Si. Desta forma, novamente esta condição estabelece-se como sendo a melhor para o processo de tixoforjamento. Porém, logo se nota que os materiais sob o estado semi-sólido tendem a melhorar os resultados referentes ao alongamento, ou seja, a relação σ_e versus ϵ é melhor nos tixoforjados.

Finalizando as análises na Tabela 4.12, nota-se conforme já visualizado nas curvas, que o aumento da porcentagem do silício, independentemente da fs e do t_{GI} , causou aumento no limite de resistência a tração. Conforme foi constatado anteriormente, não se presenciaram grandes diferenças ao comparar os resultados das ligas fundidas com as semi-sólidas, a não ser para a interação da liga 1wt%Si com 45%fs quando submetida ao t_{GI} de 0s. Observa-se, outra vez, que a liga 4wt%Si com 45%fs e t_{GL} de 0s apresentou excelente resultado quanto ao seu limite de resistência a tração.

Ao realizar comparações nos resultados das propriedades mecânicas deste trabalho com os da literatura, apresentados na Tabela 4.13, nota-se os excelentes resultados obtidos. Pois a liga com 7wt%Si fundida apresentou valores próximos aos apontados pela ASM (1992).

Na maioria dos trabalhos, os autores partiram de um material obtido por processos complexos e de alto custo. Um exemplo são os resultados apresentados por Kang (2004). Kang adquiriu ligas comerciais da Pechiney (França), que são vazadas continuamente após desgaseificação em sistema de lingotamento contínuo, acoplado a sistema de agitação eletromagnética, as quais foram ainda refinadas e resfriadas rapidamente, além de ter seu silício modificado por estrôncio. Posteriormente, realizou o tixoforjamento sobre elas, e por fim um tratamento T6. Sua liga do tipo 357 apresenta composição química bem semelhante à da 7wt% deste trabalho. Ao se comparar os resultados referentes ao limite de escoamento entre elas, nota-se os superiores valores apresentados da adotada neste trabalho, havendo perda somente nos resultados referentes ao seu alongamento e seu limite de resistência a tração.

Tahamtan (2008), em seu trabalho, obteve sua liga primária A356 pelo complexo processo *Stirring Casting*. Após, realizou um pré-tratamento de homogeneização, e posteriormente as reaqueceu pelo longo tempo de 10 [min], para obtenção do material semi-sólido. Passado o tempo de tratamento de 10 [min], o autor realizou o tixoforjamento de sua liga sob diferentes porcentagens de deformação. Nota-se também que os resultados de seu trabalho não se apresentaram superiores quanto à tensão de escoamento apresentada neste trabalho, a não ser pelos seus valores de alongamento e LRT. Porém, não se pode realizar uma correlação direta entre os resultados deste trabalho com os de Kang e Tahamtan, uma vez que as peças tixoforjadas deste estudo não foram submetidas a qualquer tratamento térmico, e também as ligas primárias foram obtidas de forma simples, somente por intermédio da técnica de refino grãos somente.

A baixa porcentagem de Mg adotada no trabalho foi proposital, uma vez que no futuro serão realizados ensaios de tração em ligas tixoforjadas tratadas e submetidas a desgaseificação. Somente a realização de desgaseificação, ajudaria a alcançar valores do mesmo limite de escoamento encontrado na literatura, bastando então somente realizar os tratamentos térmicos T4 ou T6 para aumento nas propriedades relativas ao alongamento e LRT.

Tabela 4.13 - Resumo dos resultados de propriedades mecânicas encontradas na literatura.

Material	Processo	σ_e [MPa]	ϵ [%]	<i>LRT</i> [MPa]	Referência	
356 - T6	Fundição em areia	165,6	3,5	234,6	Figueredo, 2001	
	Fundição sob pressão	145-166	13-17	255-276		
	SM- (EM-stirred)	152-166	16-20	262-283		
	Rheocast	251	12	341		
A356 Agitação mecânica-tipo rheocaster 60%fs	Fundição por gravidade	75	3	132	Tahamtan, 2008	
	Rheocast	106	6	157		
	Thixoforming a 600[°C]	30% Hotwork 151	21	207		
	Thixoforming a 600[°C] a 10 [min]	50% Hotwork 163	28	229		
	Thixoforming a 610[°C] a 10 [min]	30% Hotwork 131	17	189		
	Thixoforming a 610[°C]	50% Hotwork 147	25	196		
356.0	Fundida em molde permanente	Fundida=124	5	179	ASM Handbook, 1992	
		T6= 186	5	262		
357 Agitação eletromagnética	Tixoforjada com [MPa] 55%fs	110*	T6=162	7	290	Kang, 2004
		140*	T6=150	8	282	
		170*	T6=162	7	289	
319 Agitação eletromagnética	Tixoforjada com [MPa] 55%fs	110*	T6=181	2	260	
		140*	163	4	270	
		170*	174	3	286	
* Pressão Aplicada [MPa]						

Capítulo 5

5.1 - Conclusões

A literatura especializada sobre materiais semi-sólidos demonstra que produzir, caracterizar e utilizar materiais semi-sólidos é complexo e necessita de altos investimentos. Realmente, a maioria dos trabalhos apresentados na literatura sobre esta técnica segue uma seqüência de execução complexa acarretando em um maior custo ao produto final. Como se pôde constatar ao longo do desenvolvimento do trabalho, a metodologia proposta por ele, desde a obtenção das quatro ligas Al-Si-0,5wt%Mg até a produção da peça tixoconformada final foi menos complexa. Nem por ter sido simples, o procedimento experimental deixou-se de ser executado de forma metódica e cuidadosa objetivando-se torná-lo reprodutível por qualquer pessoa ou mesmo empresa, além de viabilizar sua execução da forma mais simples possível.

Com base na análise dos resultados obtidos neste trabalho, as conclusões são apresentadas em função das cinco etapas propostas e executadas ao decorrer do trabalho, sendo elas: a produção das ligas Al-Si-0,5%Mg, a caracterização da fração sólida e tratamento de globularização, a caracterização da viscosidade, ensaios de tixoforjamento em prensa excêntrica com matriz aberta e ensaios de tração. Assim sendo, as conclusões tiradas do trabalho são:

- **Produção das ligas**

- Ligas fundidas com baixa porcentagem de Si pela técnica de ultra-refino tendem a apresentar uma morfologia globular, morfologia essa mais apropriada para o processo de tixoforjamento.
- Há ausência do efeito da liga refinadora acrescentada ao material, quando a porcentagem de Si é alta, como constatado na liga 7wt%Si. O aumento da porcentagem de elementos de

liga induz ao aumento do super-resfriamento constitucional e na interação entre os elementos com o Ti, inibindo a ação da liga refinadora.

- **Caracterização da fração sólida e tratamento de globularização**

- A caracterização da fração sólida de trabalho não é de fácil realização, pois conforme se constatou, sua determinação difere bastante da obtida de forma experimental com as fornecidas pela equação de *Scheil*, pelo software *Termo-Calc* e pelo *DSC*. Assim sendo, deve-se redobrar o cuidado ao determiná-la.

- Os tamanhos de grão e de glóbulo são maiores quando se adota maiores porcentagens de fração sólida. Também, houve maior dispersão nos resultados das ligas com maior porcentagem de sólido. Maiores frações sólidas favorecem o mecanismo de coalescência dos glóbulos.

- Para ambas as frações sólidas não há homogeneidade em seus tamanhos de grãos e de glóbulos.

- Há uma relação direta entre grão e glóbulo, pois quanto maior o tamanho de grão, maior foi o tamanho de glóbulo.

- Baseando-se nos valores de RQI obtidos, sugere-se que não há grande evolução morfológica no tratamento de globularização, pois seus valores foram bem próximos para as ligas com porcentagem inferior a 4wt%Si, indicando, então, serem essas as mais adequadas para o tixoforjamento. Assim, ligas com teores de Si inferiores a 4wt%Si são tixoforjáveis em função do RQI e também da sua estrutura morfológica.

- **Caracterização da viscosidade**

- De forma geral, a tensão de escoamento é mais elevada para elevada fração sólida, fato que é explicado pela menor quantidade de eutético. O eutético age como se fosse um lubrificante no decorrer da deformação. Neste caso, a maior fração sólida aumenta o contato sólido-sólido no decorrer da deformação. Também, como observado, há maior interconexão entre glóbulos para maiores frações sólidas.

– Há uma tendência de queda no valor da tensão de escoamento, conforme se aumenta os tempos de globularização, devido à melhor globularização da morfologia, conforme apresentaram os valores de RQI.

– A liga 4wt% Si com 45%fs foi a que apresentou as curvas tensão de escoamento versus deformação mais constantes, independentemente do tempo de globularização adotado. Assim sendo, logo se sugere ser ela, dentre todas, é a que apresenta melhor condição para o tixoforjamento.

– A maior linearidade, ou seja, o comportamento mais próximo ao newtoneano nos valores de RQI em função da viscosidade aparente foi apresentada pela liga 4wt%Si com 45%fs.

– Com relação ao comportamento no valor da viscosidade obtida, a morfologia é o fator principal para aumento ou queda no seu valor. Como observado, a liga 7wt%Si com 60%fs com morfologia dendrítica apresentou alta viscosidade; já a mesma liga com menor fs e estrutura em forma de roseta, apresentou viscosidade dentro da mesma faixa estabelecida para as outras ligas. Em altos níveis de fração sólida, a viscosidade aparente é superior.

- **Ensaio de tixoforjamento em prensa excêntrica com matriz aberta e de tração**

– Há menor fluidez do material semi-sólido ao longo do seu comprimento do que em relação a sua largura. Os resultados mostraram que para o preenchimento da matriz do tipo aberta o *blank* deve possuir as dimensões finais mais próximas da matriz.

– A força máxima necessária para a execução do processo de tixoforjamento nas distintas ligas manteve-se praticamente constante para ambas frações sólida e tempos de globularização, pois, os valores das forças foram irrisórios para a capacidade da prensa adotada.

– Longo tempo de tratamento de globularização torna difícil a execução do processo de tixoforjamento, devido ao fato do material apresentar-se mais pastoso ao final do tratamento, como decorrência da evolução morfológica da liga.

– Ligas com 45%fs apresentam maior facilidade no preenchimento da matriz, fato justificado pela menor viscosidade.

- As ligas com maior porcentagem de silício apresentam maior quantidade de rebarbas, devido à maior quantidade de eutético. Neste caso, as ligas com 2 e 4wt%Si foram as que apresentaram melhores resultados quanto a sua formatação e acabamento final.
- Ao realizar os ensaios de tração, observou-se que menores tempos de globularização com menor fração sólida são melhores para obtenção do maior limite de escoamento do material.
- O valor da tensão de escoamento, não variou com alteração da liga de 4wt%Si para 7wt%Si, com 45%fs e t_{GL} de 0s.
- A liga 4wt%Si, submetidas ao tratamento de globularização de 0s a uma fs de 45%, aparenta a melhor morfologia (RQI- 0,58), a melhor viscosidade (1,7E+05 Pa.s), a melhor tixoforjabilidade e um bom limite de escoamento.
- A relação σ_e versus ϵ é melhor nos tixoforjados.

5.2 - Sugestões para trabalhos futuros

Para suprir algumas lacunas que existem na literatura de materiais semi-sólidos, possibilitando que esta tecnologia seja no futuro aplicada com grande êxito, alguns trabalhos são sugeridos para dar continuidade a este e suprir algumas dúvidas deixadas pelo mesmo, sendo das quais destacam-se:

- Aprofundar o estudo da liga com 3wt%Si, uma vez que já foi iniciado o trabalho de caracterização, restando apenas caracterizá-la quanto suas propriedades mecânicas sob a condição de tixoforjada.
- Caracterizar de forma macro e microestrutural as peças tixoforjadas obtidas neste processo. Assim, executar um estudo com relação a incidência de defeitos nas peças tixoforjadas, tal como a quantificação dos poros formados.
- Executar um comparativo entre a liga 3wt%Si com a liga 4wt%Si, sugerindo então qual apresenta melhores propriedades mecânicas sob o estado tixoforjado. Neste estudo, vale a pena realizar um comparativo entre as ligas com e sem desgaseificação.
- Produção de peças com a mesma geometria em uma matriz do tipo fechada. Desta forma então, realizar uma comparação entre os resultados das duas matrizes.
- Produzir as mesmas ligas sob agitação eletromagnética, e tixoforja-la.

Referências Bibliográficas

ABAL. Associação Brasileira do Alumínio. Disponível em: http://www.abal.org.br/imprensa/index.cfc?frame=imprensa_release; Acesso em: 28 de outubro de 2004.

ABDEL-REIHIM, M.; HESS, N.; REIF, W. Effect of solute content on the grain refinement of binary alloys. *Journal of Materials Science*, v. 22, p. 213-218, 1987.

ABDEL-HAMID, A. A. R.; DURAND, F. *Metallurgical Transaction A*, v. 17A, p. 349, 1987.

APAYDIN, N. Effect of stitting on the bulk solidification of hypoeutectic and eutectic Al-Si alloys. *Journal of Materials Science Letters*, v. 1, p. 39-43, 1982.

ADAMIAK, A.; ROBERT, M. H. Preliminary studies on the rheocast Al alloys for deep drawing. *In: 7th INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE ACHIEVEMENTS IN MECHANICAL & MATERIAL ENGINEERING*. Gliwice, Poland: 1999, p. 6-8.

APELIAN, D. A roadmap for semi-solid processing. *In: PROCEEDING OF THE 6TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITE*. Turim, 2000. p. 47-54.

ARNBERG, L. BACKERUD, L., KLANG, H. 1: Production and properties of master alloys of Al-Ti-B type and their ability to grain refine aluminium - 2: Intermetallic particles in Al-Ti-B type master alloys for grain refinement of aluminium - 3: Evidence of metastable phase in Al-Ti(B) system. *Metals Technology*, v. 2, p. 1-17, January 1982.

- ASSAR, A.; EL MAHALLAWY, N.; TAHA, M. A. Influence of processing variables on structure and porosity in stir-casting Al-Cu alloys. *Metals Technology*, v. 9, p.165-170, May 1982.
- ASM Handbook. *Casting*. ASM Handbook Committee, International, Ninth Edition, v. 15, 1988.
- ASM Handbook. *Heat treating -Heat treating of aluminium alloys*. ASM Handbook Committee, International, V. 4, p. 1884, 1991.
- ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. E 112: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshohocken, 1996. 26 p.
- ATKINSON, H. V. Modelling the semisolid processing of metallic alloys. *Progress in Materials Science*, v. 50, p. 341-412, 2005.
- BACKERUD; L. JERNKONT. Ann. vol. 155, pag. 422, 1971
- BARTOS-TAUSIG, G.; XIA, K. Rheocast microstructure of a usually wrought aluminium alloy. *Materials Science Forum*, v. 217-222, p. 323-328, 1996.
- BASNER, T. Rheocast of semi-solid A357 aluminum. In: SAE 2000 WORLD CONGRESS, Detroit, Michigan: *SAE TECHNICAL PAPER SERIES 2000-01-0059*, March 6-9, 2000.
- BIGOT, R.; FAVIER, V.; ROUFF, C. Characterization of semi-solid material behaviour by indentation test. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 160, p. 43-53, 2005.
- BINNEY, M. N.; STJHON, D. H.; DAHLE, A. K.; Taylor, J. A.; Burhop, E. C.; Cooper, P. S. Grain Refinement of secondary aluminium-silicon casting alloys. *Light Metals, Edited by P. Crepau TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*, 2003.
- BOOT, D.; COOPER, P.; STJOHN, D. H.; DAHLE, A. K. A comparison of grain refiner master alloys for the foundry. *131ST ANNUAL MEETING & EXHIBITION, SEATTLE-Washington*, p. 17-21, 2002.

- CALLISTER, W. D. *Ciência e Engenharia*. 5nd ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC- Livros Técnicos e Científicos, 2002, 589 p.
- CARNAHAN, R. Thixomolded magnesium: It's status and model relating structure and solid state properties. *In: 3th INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES*. Japan, 1994. p. 65-74.
- CHANG, S. Y.; FUKATSU, A.; TEZUKA, H.; KAMIO, A. Tensile behaviour of Mg-Ca-Zr alloy forged in semi-solid state. *Materials Transactions, JIM*, v. 40, n.6, p. 546-551, 1999. 2000.
- CHAYONG, S.; KAPRANOS, P.; ATKINSON, H. V. Semi-solid processing of aluminium 7075. *In: PROCEEDING OF THE 6TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITE*. Turin, Italy, p. 649-655, 2000.
- CHEN, C. P.; TSAO, C. Semi-solid deformation of A356 Al alloys. *In: 4th INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES*. Sheffield, UK: 1996. p. 16-21.
- CHIARMETTA, G.; ZANARDI, L. Production of structural components by thixoforming aluminium alloys. *In: 3th INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES*. Japan, 1994. p. 235-244.
- CIBULA, A. The mechanism of grain refinement of sand casting in aluminium alloys. *Journal of the Institute of Metals*, v. 76, p. 321-360, 1949-50.
- CIBULA, A. The grain refinement of aluminium alloy castings by additions of titanium and boron. *Journal of the Institute of Metals*, v. 80, p. 1-16, 1951-52.
- CISSÉ, J.; BOLLING, G. F. Crystallographic orientations between aluminum grown from the melt and various titanium compounds. *Journal of Crystal Growth*, v. 13/14, p. 777-781, 1972.

- CLAUSER, G. Advancing the frontier of aluminium technology: the multilink project. *In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITE*. Sheffield, 1996. p. 234-238.
- CORNISH, A. J. The influence of boron on the mechanism of grain refinement in dilute aluminium-titanium alloys. *Metal Science*, v. 9, p. 477-484, 1975.
- CROSSLEY, F. A.; MONDOLFO, L. F. *Transaction AIME*, 1951, v. 191, p. 1143-1148.
- DAVIES, I. G.; DENNIS, J. M.; HELLAWELL, A. The nucleation of aluminium grains in alloys of aluminium with titanium and boron. *Metallurgical Transactions*, v. 1, p. 275-280, January 1970.
- DEMAIN, P.; DURAND, F.; BLOCH, D.; MEYER, J. L.; RIQUET, J. P. Effets of the electromagnetic stirring on the grain size of industrial aluminium alloys: experimentals and theoretical predictions. *PROCEEDING OF LIGH METALS*, San Diego, California, USA, p. 487-493, 1988.
- DHINDAW, B.; KUMAR, L.; ALKARKHI, A.; FREDRIKSSON, H. Microstructure development and solute redistribution in aluminium alloys under low and moderate shear rates during rheo processing. *Materials Science Engineering*, v. 413-414, p. 156-164, August 2005.
- DOERTY, R. D.; LEE, H.O.; FEEST, E. A. Microstructure of stir-cast metals. *Materials Science Engineering*, v. 65, p. 181-189, 1984.
- EASTON, M.; STJOHN, D. Grain refinement of aluminium alloys: Part I. The Nucleant and solute paradigms - A review of the literature. *Metallurgical and Materials Transactions*, v. 30A, p. 1613-1622, 1999.
- EBORALL, M. D. *Journal of Institute of Metals*, v. 76, p. 295, 1949/50.
- FAN, Z. Semisolid metal processing. *International Materials Reviews*, v. 47, n. 2, p. 49-85, 2002.

- FEHLBIER, M.; KLAASEN, O.; SAHM, P. R. Thixocasting: “New methods for the characterization of the flow lengths and the mold filling behaviour of semi-solid alloys”. ***In: PROCEEDING OF THE 6TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITE***. Turim, Italy, p. 665-660, 2000.
- FERREIRA, José M. G. Carvalho. ***Tecnologia da fundição***. Fundação Caloust Gulbenkian. Lisboa, 1999. 544p.
- FIGUEREDO, Anacleto. ***Science and technology of semi-solid metal processing***. Edited by: Worcester Polytechnic Institute Worcester, MA. 2001.
- FINCH, N. J. The mutual solubilities of titanium and boron in pure aluminium. ***Metallurgical Transactions***, v. 3, p. 2709-2711, October 1972.
- FLEMINGS, M. C. ***Materials Science and Engineering Series: Solidification Processing***. New York: McGraw-Hill, 1974. p. 172.
- FLEMINGS, M. C.; RIEK, R. G.; YOUNG, K. P. Rheocasting. ***Materials Science and Engineering***, v. 25, p. 103-117, 1976.
- FLEMINGS, M. C. Behavior of metal alloys in the semisolid state. ***Metallurgical Transactions A***, v. 22A, p. 957-981, May 1991.
- FLEMINGS, M. C. SSM: Some thoughts on past milestones and on the path ahead. ***In: PROCEEDING OF THE 6TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITE***. Turim, Italy, 2000. p. 11-14.
- FURUI, M.; KOJIMA, Y.; MATSUO, M. Fabrication of small aluminium ingot by electromagnetic casting. ***ISIJ International***, v. 33, n. 3, p. 400-404, 1993.
- GARCIA, Amauri. ***Solidificação: fundamentos e aplicações***. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2001. 399 p.

GARAT, M.; MAENNER, L; STZUR, CH. State of the art of thixocasting. **INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITE**. Turim, Italy, 2000. p. 187-194.

GUO, H.; YANG, X.; ZHANG, M. Microstructure characteristics and mechanical properties of rheoformed wrought aluminium alloys 2024. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China - Science Direct**, v. 18, p. 555-561, 2008.

GOULART, P. R. **Variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas hipoeutéticas Al-Si**. 2005. 105 f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

GUZOWSKI, M. M.; SIGWORTH, G. K.; SENTRNER, D. A. The role of boron in the grain refinement of aluminium with titanium. **Metallurgical Transactions A**, v. 18A, p. 603-619, 1987.

ITO, Y.; FLEMINGS, M. C.; CORNIE, J. A. Rheological behaviour and microstructure of Al-6,5wt%Si alloy. **PROCEEDINGS OF TMS SYMPOSIUM NATURE AND PROPERTIES OF SEMI-SOLID MATERIALS**, San Diego, CA, USA, p. 3-17, 1992.

JOHANSSON, M., BACKERUD, L., SIGWORTH, G. K. Study of the mechanism of grain refinement of aluminium after additions of Ti- and B- Containing master alloys. **Metallurgical Transactions A**, v. 24, p. 481-491, 1993.

JONES, G. P.; PEARSON, J. Factors affecting the grain-refinement of aluminium using titanium and boron additives. **Metallurgical Transactions B**, v. 7B, p. 223-234, June 1976.

JONES, G. P. **New ideas on the mechanism of heterogeneous nucleation in liquid aluminium**. NPL Report. DMA (A) 19, National Physical Laboratory, Teddington, London, Nov. 1983.

JSW. Disponível em: http://www.jsw.co.jp/en/mg_tixo_f/mg_tixo.proce.htm, Acesso em: 15 de Maio de 2008.

- KANG, C. G.; CHOI, J. S. The effect of strain rate on macroscopic behaviour in the compression forming of semi-solid aluminium alloys. *Journal Materials Processing Technology*. v. 88, p. 159-168, 1999.
- KANG, C. G.; YOUN, S. W.; SEO, P. K. Data base construction on mechanical properties of thixoformed aluminium parts and their microstructure evaluation. *Journal Materials Processing Technology*, 2004.
- KAPRANOS, P.; KIRKWOOD, D. H.; SELLARS, C. M. Properties of thixoformed tool steels. *In: 3th INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES*. Japan, 1994.
- KASHYAP, K. T.; CHANDRASHEKAR, T. Effects and mechanisms of grain refinement in aluminium alloys. *Bull. Materials Science*, v. 24, n. 4, p. 345-353, 2001.
- KATTAMIS, T. Z.; PICCONNE, T. J. Rheology of semi solid Al-4.5%Cu-1.5%Mg alloy. *Materials Science Engineering*, v. A931, p. 262-272, 1991.
- KIUCHI, M.; SUGIYAMA, S. Mashy – state extrusion, rolling and forming. *In: 3th INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES*. Japan, 1994. p. 245-257.
- KIUSALAAS, R., BACKERUD, L. *Solidification Processing*. , London: The Institute of Metals, v. 137., 1998.
- KIUSALAAS, R. Chem. Comm. (Stockholm), 1, 1986
- KIRKWOOD, D. H. *International Materials Review*, v. 39,p. 173-179, 1994.
- KITAMURA, K.; ANDO, Y.; HIRONAKA, K.; YAKATA, S.; YOSHIDA, C> Die casting of aluminium alloys in semi-solid state. *PROCEEDINGS OF THE 3th INTERNATIONAL CONFERENCE ‘SEMI-SOLID ALLOYS AND COMPOSITES’*, Editor: Kiuchi, University of Tokyo, Japan, p. 181-189, Jun 13-15, 1994.

- KONDIC, Voya. *Princípios Metalúrgicos de Fundição*. Editora da Universidade de São Paulo- Editora Polígono, 1973. 340p.
- KORI, S. A.; MURTY, B. S.; CHAKRABORTY, M. Development of an grain refiner for Al-7Si alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 280, p. 58-61, 2000.
- KORI, S. A.; MURTY, B. S.; CHAKRABORTY, M. Development of efficient grain refiner for Al-Si alloy and its modification with strontium. *Materials Science and Engineering A*, v. 283, p. 94-104, 2000.
- KURS, W.; FISHER, D. J. *Fundamentals of Solidification*. Tras. Tech Publications LTD, Switzerland, 2002.
- LASHAKARI, O.; GHOMASHCHI, R. The implication of rheology in semi-solid metal processes : An overview. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 182, p.229-240, 2007.
- LAXMANAN, V.; FLEMINGS, M. C. Deformation of semi-solid Sn-15 Pct Pb alloy. *Metallurgical Transactions A*, v. 11A, p. 1927-1937, 1980.
- LEE, Y. C.; DAHLE, A. K.; STJOHN, D. H.; HUTT, J. E. C. The effect of grain refinement and silicon content on grain formation in hypoeutectic Al-Si alloys. *Materials Science and Engineering*, v. A259, p. 43-52, 1999.
- LIU, T. Y.; ATKINSON, H. V.; KAPRANOS, P.; KIRKWOOD, D. H.; HOGG, S. C. Rapid compression of aluminium alloys and its relationship to thixoformability. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 34A, n. 7, p. 1545-1554, July 2002.
- LOUÉ, W. R.; SUERY, M. Microstructural evolution during partial remelting of Al-Si7Mg alloys. *Journal of Materials Science Engineering A*, v. 203A, p. 1-13, 1995.
- LOZANO, A. C.; ROBERT, M. H. Rheofundição: Estudo de variáveis de processamento. *In: Anais das Jornadas Metalúrgicas - Sociedad Argentina de Metales, Córdoba, Maio 1990.* p. 95-98.

- MAKHLOUF, M. M.; GUTHY, H. V. The aluminium-silicon eutectic reaction: mechanisms and crystallography. *Journal of Light Metals*, v. 1, p. 199-218, 2001.
- MARCANTONIO, J. A.; MONDOLFO, L. F. Grain refinement in aluminium alloyed with titanium and boron. *Metallurgical Transactions*, v. 2, p. 465-471, February 1971.
- MAXWELL, I., HELLAWELL, A simple model for grain refinement during solidification. *Acta Metallurgica*, v. 23, p. 229-237, 1975.
- MCCARTNEY, D. G. Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants. *International Materials Reviews*, v. 34, n° 5, p. 247-260, 1989.
- MEHRABIAN, R.; FLEMINGS, M. C. Casting of semi-solid aluminium alloys. *PROCEEDING OF THE 6TH INT. CONFERENCE ON LIGHT METALS*, Ledoen, Austria, p. 214-217, 1975.
- MOSCHINI, R. Fuel rails by pressure die-casting. *Feature on Foundry*, p. 55-58, Jan. 1995.
- MOHANTY, P. S.; GRUZLESKI, J. E. Mechanism of grain refinement in aluminium. *Acta Metallurgical Material*, v. 43, n. 5, p. 2001-2012, 1994.
- MOON, H. K. 1990. 106 f. Thesis (PhD) - Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, M.A.
- MURTY, B. S.; KORI, S. A.; VENKATESWARLU, K.; BHAT, R. R.; CHAKRABORTY, M. Manufacture of Al-Ti-B master alloys by the reaction of complex halide salts with molten aluminium. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 89-90, p. 152-158, 1999.
- OHNO, A.; MOTEGI, T. Principles of grain refining of cast structures. *AFS Cast Metals Research Journal*, v. 11, n° 2, p.45-51, 1975.
- OGRIS, E.; WAHLEN, A.; LUCHINGER, H.; UGGOWITZER, P. J. On the silicon spheroidization in Al-Si alloys. *Journal of Light Metals*, v. 2, p. 263-269, 2002.

OGRIS, Erhard. **Development of Al-Si-Mg alloys for semi-solid processing and silicon spheroidization treatment (SST) for Al-Si cast alloys.** 1975. 128 f. Tese (Doctor of Technical Sciences) - Swiss Federal Institute of Technology Zurich, Austria.

PAES, Marcelo. **Obtenção e caracterização de novas ligas Al-Si-Mg para tixoconformação.** 2004. 155 f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

Pires, Gisele Puime. **Estudo sobre a estampabilidade, no estado sólido, da liga de alumínio A5052 tixofundida e viabilidade da sua tixoestampagem.** 2005. 211 f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

PRASAD, P. R.; RAY, S.; GAINDHAR, J. L.; KAPOOR, M. L. Microstructure and mechanical properties of rhocast Al-10%wtCu alloys. **Z.Metallkde**, v. 73, n.2, p.420-425, 1982.

REEVES, J. J.; KATTAMIS, T. Z. A model for isothermal dendritic coarsening. *Scripta Metallurgica*, v. 5, p. 223-229, 1971.

ROBERT, M. H.; KIRKWOOD, D. H. Alloy slurry formation by partial melting. **PROCEEDINGS OF SOLIDIFICATION PROCESSING CONFERENCE.** Sheffield, 1987. p. 373-376.

ROBERT, Maria Helena. **Refino de estruturas de alumínio pela adição de nióbio, zircônio e titânio via sais halôgeneos, e implicações nas suas propriedades mecânicas e elétricas.** 1983. 335 f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

ROBERT, Maria Helena. **Proposição de um novo processo para a obtenção de pastas metálicas refundidas.** 1989. 217 f. Tese (Livre-Docência) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

ROBERT, M. H.; MONTEL, M. Uma contribuição ao estudo da conformação de ligas metálicas no estado semi-sólido. **IN: 9º CONGRESO CHILENO DE INGENIERÍA MECÁNICA Y IV CONGRESO NACIONAL DE ENERGÍA.** Valpariso, Chile, p.86-93, 2000.

- ROUFF, Carole. *Contribution a la caracterisation et a la modelisation du comportement d'un acier a l'etat semi-solide*. 2003. 186 f. Thèse (Docteur) - Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Centre de Metz, France.
- ROVIRA, Maximino Manuel Montel. *Forjamento da liga AA2011 no estado semi-sólido: estudo do processo e do produto*. 2001. 194 f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- SALVO, L.; LOUÉ, W. R.; SUÉRY, M. Influence of prior solidification conditions on the structure and rheological behaviour of partially remelted Al-Si alloys. **ISIJ International**, v. 35, n. 6, p. 798-804, 1995.
- SIGWORTH, G. K. Communication of mechanism of grain refinement in aluminium. *Scripta Materialia*, v. 34, n. 6, p. 919-922, 1996.
- SIGWORTH, G. K. Rheological properties of metal alloys in the semi-solid state. *Canadian Metallurgical Quarterly*, v. 35, n. 2, p. 101-122, 1996.
- SPENCER, D. B.; MEHRABIAN, R.; FLEMINGS, M. C. Rheological behaviour of Sn-15%Pb in the crystallization range. *Metallurgical Transactions*, v. 3, p. 1925-1932, July 1972.
- STEINHOFF, K.; GULLO, R.; KOPP, R.; UGGOWITETZER, P. J. A new integrated production concept for semi-solid processing of high quality al-products. In: **6TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES**. Turim, Itália, p. 121-128, 2000.
- SUÉRY, M.; FLEMINGS, M. C. Effect of strain rate on deformation behaviour of semi-solid dendritic alloys. *Metallurgical Transactions A*, v. 13A, p. 1809-1819, 1982.
- SCHEIL, E. Zeitschrift fur Metallkunde, v. 34, p. 70, 1942.
- TAHAMTAN, S.; GOLOZAR, M. A.; KARIMZADEH, F.; NIROUMAND, B. Microstructure and tensile properties of thixoformed A356 alloy. *Materials Characterization*, v.59, p. 223-228, 2008.

- TZIMAS, E.; ZAVALIANGOS, A. A comparative evaluation of MHD, SIMA, and spray cast microstructures. *PROCEEDINGS OF TMS LIGHT METALS 1998*, KANSAS, CO, USA, 1998, p. 1107-1112.
- UGGOWITZER, P.; WAHLEN, A. On the formation of eutectic phase in magnesium alloys during cooling from the semi-solid state. *In: PROCEEDING OF THE 6TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITE*. Turim, Italy 2000. p. 429-435.
- VIVÉS, C. Elaboration of semisolid alloys by means of new electromagnetic rheocasting processes. *Metallurgical Transactions*, v. 23B, p. 189-206, April 1992.
- VOGEL, A. DOHERTY, R. D.; CAMTOR, B. Stir casting microstructure and slow crack growth. *Solidification of Metals -The Metals Society*, p. 518-525, 1979.
- WARMUZEK, M. *Metallographic techniques for aluminium and its alloys, Metallography and microstructures*. ASM Handbook, ASM, International, v. 9, p. 711-751, 2004.
- WINTER, J.; DANTTZING, J.; TYLER, D. UK Patent Application Number GB 2042 386 A, 1980.
- ZOQUI, Eugênio José. *Obtenção e caracterização de ligas Al-Si reofundidas*. 2001. 192 f. Tese (Livre-Docência) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- ZOQUI, E. J.; PAES, M. SSM Aluminum alloys produced by electromagnetic stirring: the Brazilian way. *PROCEEDINGS OF THE 6TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES*. Turim, Itália, p. 693-698, 2000.
- ZOQUI, E. J.; PAES, M.; ROBERT, M. H. Effect of macrostructure and microstructure on viscosity of the A356 alloy in the semi-solid state. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 153-154, p. 300-306, 2004.

ZOQUI, E. J.; Paes, M. Semi-solid behavior of new Al-Si-Mg alloys for thixoforming. **Materials Science and Engineering A**, v. 406, p. 63-73, 2005.

YANG, X.; SHUISHENG, X; TLLER, M.; ALTAN, T. An investigation to determination the influence of geometric parameters on semi-solid metal flow. **In: PROCEEDING OF THE 6TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE PROCESSING OF SEMISOLID ALLOYS AND COMPOSITE**. Turim, Italy, 2000. p. 789-793.

YOUNG, K. P. United States Patent N. 4.565.241, 1986.

YOKOKAWA, H.; SAKAI, N.; KAWADA, T.; DOKIYA, M. Chemical Potential diagram of Al-Ti-C system: Al_4C_3 formation on TiC formed in Al-Ti liquids containing carbon. **Metallurgical Transactions A**, v. 22A, p. 3075-3076, 1991.

YURKO, J. A.; FLEMINGS, M. C. **Metallurgical Materials Transactions A**, v. 33A, p. 2734-46, 2001.