

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À REDAÇÃO FINAL
TESE DEFENDIDA Sarah Sophia
Alves de Melo APROVADA P
COMISSÃO JULGADORA EM 16/03/00
Maria Helena Robert
ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

**Análise Comparativa de Dois Processos de
Produção de Matéria-Prima para
Tixotomização:
Agitação Mecânica e Fusão Parcial Controlada**

Autor : **Sarah Sophia Alves de Melo**
Orientador: **Maria Helena Robert**

35/00

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

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

**Análise Comparativa de Dois Processos de
Produção de Matéria-Prima para
Tixoconformação:
Agitação Mecânica e Fusão Parcial Controlada**

**Autor: Sarah Sophia Alves de Melo
Orientador: Maria Helena Robert**

**Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação**

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

**Campinas, 2000
S.P. - Brasil**



| | |
|--------------|-------------------------------------|
| UNIDADE | BC |
| N.º CHAMADA: | T/Unicamp |
| | M491a |
| V. | Ex. |
| TOMBO BC/ | 42259 |
| PROC. | 16.2F.8100 |
| C | <input type="checkbox"/> |
| D | <input checked="" type="checkbox"/> |
| PREÇO | R\$ 11,00 |
| DATA | 22/09/00 |
| N.º CPD | |

CM-00144239-0

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

M491a Melo, Sarah Sophia de Melo
Análise comparativa de dois processos de produção
de matéria-prima para tixoconformação: agitação
mecânica e fusão parcial controlada / Sarah Sophia
Alves de Melo. --Campinas, SP: [s.n.], 2000.

Orientadora: Maria Helena Robert.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

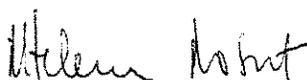
1. Processos de fabricação. 2. Fundição. 3. Metais -
Processos de solidificação rápida. I. Robert, Maria
Helena. II. Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**Análise Comparativa de Dois Processos de
Produção de Matéria-Prima para
Tixoconformação:
Agitação Mecânica e Fusão Parcial Controlada**

**Autor: Sarah Sophia Alves de Melo
Orientadora: Maria Helena Robert**



**Prof. Dra. Maria Helena Robert , Presidente
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP**



**Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini
Universidade Federal de São Carlos - UFSCar**



**Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP**

Campinas, 16 de março de 2000

Dedicatória:

Este trabalho é dedicado aos meus familiares e amigos por todo o apoio e incentivo prestados durante o período de realização do mesmo.

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ter sido concluído sem a ajuda de diversas pessoas às quais presto aqui a minha homenagem:

Aos meus pais por todo o incentivo durante todos os momentos da minha vida.

A minha orientadora Maria Helena, pelo grande apoio, orientação e compreensão durante o desenvolvimento do trabalho.

Ao Aldenir Clemente (Alcoa Alumínio S. A.), um amigo e incentivador deste trabalho.

Ao Wanderley Aparecido Setto (DEF), Sra. Rita Helena Buso Jacon (DEMA), Getúlio Sena (Alcoa Alumínio S.A.), S. José Alexandre (Alcoa Alumínio S.A) pela ajuda na realização das análises laboratoriais.

A Alcoa Alumínio S.A. por viabilizar a realização deste estudo e pela valiosa contribuição na minha formação profissional.

A todos os professores e colegas do Departamento de Engenharia de Fabricação que ajudaram de forma direta e indireta na conclusão deste trabalho.

“É a crença na possibilidade de realizar nossos sonhos que desperta a energia e a criatividade para ir à luta e mudar o mundo. Quem Crê na possibilidade Vê as coisas acontecerem”.

Índice

Capítulo 1

| | |
|---|---|
| Introdução..... | 1 |
| 1.1. – Histórico da reofundição..... | 1 |
| 1.2. – Utilização comercial e vantagens..... | 3 |
| 1.3. – Processos de obtenção de pastas reofundidas..... | 6 |
| 1.4. – Objetivos do trabalho..... | 8 |

Capítulo 2

| | |
|---|----|
| Fundamentos Teóricos – Processos de reofundição por agitação mecânica e por fusão parcial controlada..... | 11 |
| 2.1. – Processos de reofundição envolvendo agitação mecânica (RAM)..... | 11 |
| 2.1.1.- Equipamentos utilizados para a reofundição por agitação mecânica..... | 12 |
| 2.1.2.- Mecanismos envolvidos na formação de estruturas reofundidas por agitação mecânica..... | 17 |
| 2.1.3.- Parâmetros de controle dos processos de reofundição por agitação mecânica...21 | |
| 2.2. – Processos de reofundição por fusão parcial controlada (FPC)..... | 24 |

| | |
|---|----|
| 2.2.1.- Fusão parcial controlada de estruturas dendríticas..... | 24 |
| 2.2.2.- Fusão parcial controlada de estruturas ultra-refinadas..... | 26 |
| 2.2.3.- Fusão parcial controlada de estruturas dendríticas deformadas..... | 27 |
| 2.2.4.- Fusão parcial controlada de estruturas super-envelhecidas..... | 28 |
| 2.2.5.- Parâmetros de controle dos processos de reofundição por fusão parcial controlada..... | 29 |

Capítulo 3

| | |
|---|----|
| Procedimento Experimental..... | 32 |
| 3.1. – Matéria-prima..... | 32 |
| 3.1.1.- Caracterização microestrutural da liga Al-4,5%Cu..... | 33 |
| 3.1.2.- Composição química..... | 35 |
| 3.1.3.- Caracterização do intervalo de solidificação..... | 35 |
| 3.2. – Processos de reofundição utilizados..... | 37 |
| 3.3. – Obtenção de matéria-prima para reofundição..... | 38 |
| 3.4. – Procedimento experimental para a obtenção de estruturas reofundidas..... | 39 |
| 3.4.1.- Obtenção de estruturas reofundidas por agitação mecânica..... | 39 |
| 3.4.2.- Obtenção de estruturas reofundidas por fusão parcial controlada | 42 |
| 3.5. – Preparo de amostras para metalografia..... | 44 |
| 3.5.1.- Análises macroestruturais..... | 45 |
| 3.5.2.- Análises microestruturais..... | 46 |
| 3.5.3.- Análises quantitativas..... | 46 |

Capítulo 4

| | |
|---|----|
| Resultados e Discussões..... | 49 |
| 4.1. – Matéria-prima..... | 49 |
| 4.2. – Reofundidos obtidos por agitação mecânica..... | 54 |
| 4.2.1.- Reofundidos obtidos por agitação durante resfriamento contínuo..... | 54 |
| 4.2.2.- Reofundidos obtidos por agitação contínua + isotérmica..... | 60 |
| 4.2.3.- Comparação entre os processos de agitação mecânica..... | 69 |
| 4.3. – Reofundidos obtidos por fusão parcial controlada..... | 74 |
| 4.3.1.- Reofundidos obtidos por fusão parcial controlada de matéria-prima refinada . | 74 |
| 4.3.2.- Reofundidos obtidos por fusão parcial controlada de matéria-prima grosseira . | 80 |
| 4.3.3.- Comparação entre os processos de fusão parcial controlada..... | 87 |
| 4.4. – Comparação entre os processos de agitação mecânica e fusão parcial controlada..... | 92 |

Capítulo 5

| | |
|--|----|
| Conclusões..... | 97 |
| 5.5.1.- Conclusões quanto ao reofundido obtido por agitação mecânica..... | 97 |
| 5.5.2.- Conclusões quanto ao reofundido obtidos por tratamento térmico..... | 98 |
| 5.5.3.- Conclusões quanto à análise comparativa entre os processos de agitação mecânica e fusão parcial controlada..... | 99 |

| | |
|---------------------------------|-----|
| Referências Bibliográficas..... | 103 |
|---------------------------------|-----|

Resumo

MELO, Sarah Sophia Alves, *Análise Comparativa de Dois Processos de Produção de Matéria-Prima para Tixoconformação – Agitação Mecânica e Fusão Parcial Controlada*, Campinas,: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2000. 111 p. Dissertação (Mestrado)

Este trabalho compara dois distintos processos, agitação mecânica (RAM) e fusão parcial controlada (FPC) para a obtenção de estruturas no estado reofundido para a liga Al-4,5%Cu. Para a RAM é utilizada agitação contínua durante resfriamento da liga de 640°C a 630°C com velocidades de 1000rpm e 1500rpm, seguida ou não de agitação isotérmica a 630°C por tempos de 5 e 15 min. No processo de FPC foram feitos tratamentos térmicos a 620°C e 630°C por tempos de 0, 5 e 15min de matéria-prima com estruturas dendríticas refinada ou grosseira. Os reofundidos obtidos foram submetidos à análise metalográfica e microanálise, para caracterização de morfologia de fases (fator de forma), tamanho médio de glóbulos, perfil de soluto e índice de segregação. Os resultados obtidos mostraram uma melhor globularização e homogeneidade estrutural para os reofundidos obtidos pelo processo de FPC de estruturas refinadas. A RAM produziu estruturas reofundidas de boas qualidades apenas nas condições extremas de velocidades e tempos de agitação analisadas (máximos tempo e velocidade ou mínimos tempos e velocidade). A FPC de estruturas dendríticas grosseiras produziu os piores resultados, bem como a RAM nas condições intermediárias de tempos e velocidades de agitação analisados.

Palavras Chave

- reofundição, semi-sólido, fusão parcial controlada, agitação mecânica.

Abstract

MELO, Sarah Sophia Alves, *Comparative Analysis of two Processes for Production of Raw Material for Thixoforming: Mechanical Stirring and Partial Melting*, Campinas,: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2000. 111 p. Dissertação (Mestrado)

This work compares two processes, mechanical stirring (MS) and partial melting (PM) for the production of Al-4,5%Cu alloy with rheocast structure. For MS it was utilized continuous stirring from 640 °C to 630°C, speeds of 1000 and 1500rpm., followed by isothermal stirring at 630°C during 5 and 15min. In the PM process two different raw materials (coarse and refined as-cast) were heat treated at 620°C and 630°C for 5 and 15min. Rheocast samples produced were submitted to metallographic analysis and microanalysis, for characterization of primary phase morphology (shape factor), Cu profile in the primary phase, microsegregation coefficient and average globulae size. Results show the best spheroidization and structural homogeneity in the rheocasts produced by PM of originally refined material. MS produced acceptable results only in the extreme conditions analyzed (maximum stirring speed and time/minimum stirring speed and time). PM using coarse structures as raw material produced the worse results, as well as RAM in the intermediate conditions of stirring time and speed analyzed.

Key Words

- rheocasting, semisolid, partial melting, mechanical stirring.

Lista de Figuras

| | |
|---|----|
| Figura 2.1 - Esquema representativo de equipamento para refundição tipo viscosímetro..... | 13 |
| Figura 2.2 - Esquema representativo de equipamento para refundição com rotor cilíndrico central..... | 14 |
| Figura 2.3 - Esquema representativo de equipamento para refundição com propulsor..... | 15 |
| Figura 2.4 - Esquema representativo de equipamento para refundição pelo processo Shear Cooling Roll..... | 17 |
| Figura 2.5 – Microestrutura da fase Al- α dendrítica mostrando a possibilidade de separação de ramos secundários..... | 18 |
| Figura 2.6 - Modelos propostos para o mecanismos Ostwald <i>ripenning</i> | 20 |
| Figura 2.7- Modelos propostos para o mecanismo de coalescência..... | 20 |
| Figura 2.8 - Esquema representativo de modelo proposto na formação de refundido por FPC de estrutura dendrítica..... | 26 |
| Figura 3.1 - Diagrama de fases da liga Al-Cu. | 34 |
| Figura 3.2 – Microestrutura típica da liga Al-4,5% no estado fundido | 34 |
| Figura 3.3 - Curvas da análise térmica diferencial da liga Al-4,5wt%Cu | 36 |
| Figura 3.4 - Processos de refundição por agitação contínua e isotérmica..... | 38 |
| Figura 3.5 - Fotografia mostrando o equipamento geral de refundição utilizado nos experimentos com agitação mecânica | 41 |
| Figura 3.6 – Esquema representativo da região selecionada para a retirada das amostras para análise e para posteriores testes de refundição por FPC | 45 |

| | |
|---|----|
| Figura 3.7 - Esquema representativo dos pontos de microanálises | 48 |
| Figura 4.1 - Macroestrutura da seção longitudinal dos lingotes (matéria-prima para FPC) | 50 |
| Figura 4.2 - Microestrutura da matéria-prima para obtenção do reofundido através do processo de Fusão Parcial Controlada | 52 |
| Figura 4.3 - Perfil de distribuição de Cu na fase primária das matérias-primas | 51 |
| Figura 4.4 - Curva característica temperatura x tempo no metal durante reofundição por agitação agitação contínua para as velocidades de 1000 e 1500rpm | 54 |
| Figura 4.5 - Aspecto geral da macrografia dos lingotes obtidos através do processo de agitação contínua para as velocidades de 1000 e 1500rpm | 55 |
| Figura 4.6 - Microestrutura do reofundido obtido por agitação contínua para a velocidade de 1000rpm | 57 |
| Figura 4.7 - Microestrutura do reofundido obtido por agitação contínua para a velocidade de 1500rpm | 58 |
| Figura 4.8 - Perfil de Cu na fase primária da matéria-prima do reofundido por agitação contínua nas velocidades de 1000 e 1500rpm | 59 |
| Figura 4.9 - Curva característica temperatura x tempo no metal durante reofundição por agitação contínua + isotérmica | 61 |
| Figura 4.10 - Aspecto geral da macrografia dos lingotes obtidos através do processo de agitação contínua + isotérmica, velocidade 1000rpm | 62 |
| Figura 4.11 - Microestrutura do reofundido obtido por agitação contínua + isotérmica, velocidade 1000rpm | 63 |
| Figura 4.12 - Perfil de Cu na fase primária do reofundido obtido por agitação contínua + isotérmica, velocidade 1000rpm | 64 |
| Figura 4.13 - Aspecto geral da macrografia dos lingotes obtidos através do processo agitação contínua + isotérmica, velocidade 1500 rpm | 66 |
| Figura 4.14 - Microestrutura do reofundido obtido por agitação contínua + isotérmica, velocidade 1500rpm | 67 |
| Figura 4.15 - Perfil de Cu na fase primária do reofundido obtido por agitação contínua + isotérmica, velocidade 1500rpm | 68 |
| Figura 4.16 - Tamanho de glóbulo obtido para os diferentes processos de agitação mecânica ... | 70 |

| | |
|--|----|
| Figura 4.17 - Fator de forma obtido para os diferentes processos de agitação mecânica..... | 71 |
| Figura 4.18 - Índice de microsegregação obtido para os diferentes processos de agitação mecânica | 71 |
| Figura 4.19 - Microestrutura do refundido obtido por FPC de matéria-prima <i>refinada</i> , à temperatura de 620°C | 74 |
| Figura 4.20 - Perfil de Cu na fase primária para o refundido obtido por FPC de matéria-prima <i>refinada</i> à temperatura de 620°C | 75 |
| Figura 4.21 - Microestrutura do refundido obtido por FPC de matéria-prima <i>refinada</i> , à temperatura de 630°C | 77 |
| Figura 4.22 – Perfil de Cu na fase primária do refundido obtido por FPC de matéria-prima <i>refinada</i> à temperatura de 630°C | 78 |
| Figura 4.23 - Microestrutura do refundido obtido por FPC de matéria-prima <i>sem adição de refinador</i> à temperatura de 620°C | 81 |
| Figura 4.24 - Perfil de Cu na fase primária do refundido obtido por FPC de matéria-prima <i>sem adição de refinador</i> à temperatura de 620°C | 83 |
| Figura 4.25 - Microestrutura do refundido obtido por FPC de matéria-prima <i>sem a adição de refinador</i> à temperatura de 630°C | 85 |
| Figura 4.26 – Perfil de Cu na fase primária do refundido obtido por FPC de matéria-prima <i>sem adição do refinador</i> à temperatura de 630°C | 84 |
| Figura 4.27 – Tamanho de glóbulo do refundido obtido nas diferentes condições de processamento por FPC | 89 |
| Figura 4.28 – Fator de forma obtido do refundido nas diferentes condições de processamento por FPC | 91 |
| Figura 4.29 – Índice de microsegregação do refundido obtido nas diferentes condições de processamento por FPC | 92 |

Lista de Tabelas

| | |
|---|----|
| Tabela 3.1 - Composição química da liga utilizada no trabalho | 35 |
| Tabela 3.2 - Condições de processamento para a obtenção de estruturas reofundidas por Agitação Mecânica (RAM) | 42 |
| Tabela 3.2. - Condições de processamento para obtenção de estruturas reofundidas por Fusão Parcial Controlada (FPC) | 44 |
| Tabela 4.1 - Resultados de análises quantitativas da matéria-prima para o reofundido por FPC | 53 |
| Tabela 4.2 - Resultados de análises quantitativas dos lingotes obtidos por agitação contínua à temperatura de 630°C e velocidades de 1000 e 1500rpm | 60 |
| Tabela 4.3 - Resultados de análises quantitativas dos lingotes obtidos por agitação contínua + isotérmica, velocidade de 1000rpm | 65 |
| Tabela 4.4 - Resultados de análises quantitativas dos lingotes obtidos por agitação contínua + isotérmica, velocidade de 1500rpm | 69 |
| Tabela 4.5.– Resultados dos reofundidos obtidos por agitação mecânica em todas as condições de processamento | 70 |
| Tabela 4.6 - Resultados de análises quantitativas dos reofundidos obtidos por FPC de estrutura refinada, à temperatura de 620°C | 76 |
| Tabela 4.7 - Resultados de análises quantitativos dos reofundido obtidos por FPC de estrutura refinada, à temperatura de 630°C | 79 |
| Tabela 4.8 - Resultados de análises quantitativas dos lingotes obtidos por FPC de estrutura sem refino, à temperatura de 620°C | 83 |

| | |
|--|----|
| Tabela 4.9 - Resultados de análises quantitativas dos refundidos obtidos por FPC de estrutura <i>sem refino</i> , à temperatura de 630°C | 86 |
| Tabela 4.10- Resultados das análises quantitativas dos refundidos obtidos por FPC em todas as condições de processamento | 88 |

Capítulo 1

Introdução

1.1. Histórico da reofundição

Os primeiros estudos sobre a tecnologia da reofundição de ligas metálicas surgiram na década de 70 no Massachusetts Institute of Technology (MIT-EUA), durante experimentos de medidas de viscosidade de ligas Pb-Sn durante seu resfriamento no intervalo *liquidus/solidus*, para vários valores de sólido formado (SPENCER; D.B.; 1972). No método empregado, utilizando Viscosímetro de Couette, a medida da viscosidade é relacionada com as tensões de cisalhamento provocadas no material pelo movimento rotativo do recipiente que o contém, com relação a um eixo fixo e central no seu interior.

Os resultados destes experimentos mostraram que a tensão de cisalhamento pouco aumenta com a redução da temperatura abaixo da linha *liquidus*, ao contrário do que ocorre numa solidificação convencional (livre de tensões forçadas) onde a formação de sólido dendrítico reduz drasticamente a fluidez do material mesmo para reduzidas frações sólidas. Para um material dendrítico a tensão de cisalhamento máxima para uma fração sólida (f_s) da ordem de 0,4 é de 200KPa, enquanto os resultados obtidos nos experimentos utilizando Viscosímetro de Couette, para uma mesma fração sólida foi observado um valor três ordens de magnitude menor, o que corresponde à 0,2KPa (FLEMINGS, M.C.; 1991).

A observação da estrutura da liga solidificada nas condições dos ensaios revelou fase primária com uma morfologia distinta da usual dendrítica produzida em condições convencionais de resfriamento. Ao invés de uma rede dendrítica interconectada, o material produzido no Viscosímetro de Couette apresentou a fase primária como partículas esferoidizadas, circundadas por uma fina rede dendrítica da fase secundária, indicando que, entre as temperaturas *solidus* e *liquidus*, o material pastoso é constituído de sólido globular envolto em líquido.

A observada reduzida viscosidade, sob tensão, deste material é atribuída à sua particular constituição: glóbulos sólidos em meio líquido. Dada a possibilidade de construção e destruição de interação entre os glóbulos sólidos e a presença de líquido entre eles funcionando como uma espécie de lubrificante, estas pastas com estruturas globulares apresentam particulares propriedades reológicas. Graças a estas propriedades reológicas, passaram a ser denominadas pastas reofundidas.

Pastas reofundidas se comportam como fluidos não-Newtonianos, o que significa que a relação entre a tensão aplicada e o deslocamento provocado não é linear. Nestes casos a grandeza que define as propriedades de escoamento é a viscosidade aparente, determinada para um dado estado de tensão. Em termos práticos esta propriedade das pastas reofundidas implica na possibilidade de seu manuseio como sólido (apresenta alta viscosidade quando em repouso), e processamento a reduzidas tensões (apresenta alta fluidez quando submetida a tensões, quando as interações entre os glóbulos sólidos são rompidas).

Além de não-Newtoniana, a pasta reofundida é também tixotrópica, isto é, a variação da viscosidade aparente com a variação do estado de tensões é dependente do tempo de aplicação da tensão, isto é, não há variação imediata da viscosidade quando a tensão aplicada é subitamente modificada. Em termos práticos, isto significa a possibilidade de manutenção de regime de escoamento não turbulento da pasta mesmo quando há variações de seções no molde.

As perspectivas de utilização de pastas reofundidas levou ao rápido desenvolvimento da tecnologia da reofundição, ou, mais genericamente, da tixoconformação, uma vez que pastas reofundidas se prestam tanto à conformação por fundição, em processos como injeção e compressão (CHIARMETTA, G.; 1998) quanto por processos mecânicos como forjamento e extrusão (LANCINI, B.C.; 1998), dependendo somente da fração sólida presente na pasta.

Nas décadas de 80 e 90, um grande número de trabalhos publicados relatam potencialidades tecnológicas do uso de pastas reofundidas, desenvolvimentos de processos e equipamentos para a sua produção estanca ou contínua e estudos de suas propriedades de escoamento. As publicações são oriundas de centros de pesquisa de diversos países como Alemanha, Japão, Canadá; de universidades nos EUA, Inglaterra, Holanda, França e China; e também de empresas do ramo metal/mecânica, como Alumax Eng. Metal Processes, Inc.; Amax Research and Development Center; I.T.T. Industries Inc.; Westing-House Electric Co; Pratt and Whitney Aircraft; Suzuki Motor Co; Sumitomo Metals e Alcan Corp.

A aplicação industrial da reofundição, no entanto, foi retardada por cerca de 10 anos devido à questões de litígios entre várias companhias a respeito da patente do processo. No entanto, o campo da tixoconformação ou PSS – Processamento Semi-sólido, vem se expandindo significativamente nos últimos anos, principalmente na área de fundição sob pressão, na fabricação de produtos diversos. O crescente número de participantes em congressos específicos bianuais – International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites – têm demonstrado que a tixoconformação já não representa apenas um interessante campo potencial na manufatura de componentes metálicos mas já é uma realidade comercial.

1.2. Utilização comercial e vantagens

Dadas as propriedades reológicas das pastas reofundidas, sua utilização industrial é dirigida a processos de fabricação envolvendo aplicação de tensões, encontrando quase a totalidade da comercialização atual na manufatura de componentes por fundição sob pressão.

Produtos típicos produzidos pela tecnologia PSS são componentes para a indústria automobilística, como distribuidores de combustível, eixo comando de válvula da bomba injetora, cilindros mestres de freios, suportes de suspensão lateral, entre outras peças (IDEGOMORI, T., 1998). As ligas mais utilizadas na tecnologia semi-sólida são as ligas de Al, principalmente as das famílias Al-Si como AA356 e AA357, Al-Mg-Si-Cu como AA 6061, Al-Cu como AA2024, ligas de Mg como AZ91 (COLLOT, J.; 1998), ligas de Cu (NICHOLAS, N.H., 1998) e mesmo ligas ferrosas de elevado ponto de fusão, como aços de alta liga (PIRES, P.G.; 1998) e ferro fundido nodular (KAPRANOS, P.; 1998).

Existem já em operação no Japão, EUA, Europa e mesmo no Brasil mais de 40 células de manufatura de PSS. SHIBATA, R.; 1998, relata as principais atividades desenvolvidas na área de semi-sólidos nos últimos 27 anos no Japão, passando por um período de investigação de potencialidades e testes produtivos e iniciando recentemente o período do uso prático da tecnologia naquele país. O consórcio japonês Rheotechnology Ltd., cujo objetivo específico é o desenvolvimento da tecnologia PSS e a investigação da sua aplicação comercial, teve uma grande parcela nas atividades na área no país. Algumas das aplicações industriais correntes em algumas companhias japonesas são a fabricação de peças de bicicletas, rodas de automóveis, cilindro de suspensão hidráulica (Asahi-Tech. Corp., Toyota Co.), por tixofundição.

Na Europa se situam os principais produtores de matéria prima para a conformação semi-sólida: a indústria francesa Pechiney Alumimun (PECHINEY ALUMINUM, 1996) produz tarugos refundidos de ligas Al-Si AA 356 e 357 de diâmetros de 75 a 150mm, para suprir plantas de várias partes do mundo, assim como a SAG na Áustria e a Alussuisse-Lonza na Suíça. Exemplos de aplicação comercial podem ser citados: na Itália, a empresa Stampal SpA produz diversas peças para a Fiat automóveis e Alfa Romeo, como o sistema de injeção eletrônica, carcaça para suspensão traseira, etc; enquanto a Buhler Suíça produz para a Porsche Boxster o braço de controle da suspensão de seus autos (EISEN, P.; 1998).

Nos EUA, as empresas Alumax e Northwest Aluminum produzem sua própria matéria prima para a fabricação de componentes diversos em ligas de Al, como distribuidores de combustível; enquanto a nova empresa Formcast Inc., se especializou na fabricação de pequenas peças fundidas de ligas Al-Si, ligas de Cu e compósitos Al-SiC (NICHOLAS, N.H.; 1998).

No Brasil uma única empresa explora comercialmente a tecnologia do processamento semi-sólido: a companhia Magneti Marelli fabrica cilindros para injeção eletrônica de motores a gasolina, por tixofundição por injeção.

O sucesso, ainda restrito devido à sua juventude, mas em vias de crescimento, da tecnologia do processamento de ligas no estado semi-sólido reofundido se deve às vantagens que apresenta e que podem ser sumarizadas como segue:

- possibilidade de fundição a temperaturas inferiores à fundição convencional, já que se trabalha com uma determinada fração de sólido já formado – isto pode representar significativa redução de insumos de energia;
- aumento de vida útil de equipamentos, principalmente moldes e câmaras de injeção, dada a menor temperatura de trabalho e o menor tempo de contato metal/molde;
- uma menor turbulência no preenchimento de moldes - dadas as propriedades tixotrópicas da pasta reofundida, fluxo não turbulento é mantido durante preenchimento, evitando efeito de jateamento e absorção de gases. Como resultado, produtos de melhor qualidade, em termos de estanqueidade, são obtidos;
- menores contrações de solidificação, uma vez que a estrutura é globular e parcialmente solidificada, minimizando ou mesmo dispensando o uso de alimentadores;
- possibilidade de produção de paredes mais finas, o que somado à eliminação de alimentadores, significa economia na fabricação e na utilização de produtos mais leves;
- estruturas mais homogêneas e de reduzido tamanho de grão são produzidas;
- dada a elevada plasticidade, na conformação mecânica é possível a produção de geometrias complexas em um só passe – produtos *near net shape* podem ser produzidos;

- possibilidade de automação, eliminando a necessidade do manuseio do metal e levando a uma maior produtividade.

As vantagens do processamento semi-sólido tornam esta tecnologia atraente para inúmeros tipos de aplicações, algumas já correntes, citadas anteriormente, e outras ainda em investigação. De maneira geral, as aplicações e potencialidades do PPS podem ser resumidas nas seguintes:

- na fundição/conformação de ligas não-ferrosas – qualquer tipo de processamento de ligas metálicas que empregue alguma forma de tensão pode ter sua operacionalidade, produtividade e qualidade do produto obtido aumentados, se utilizar o material no estado semi-sólido reofundido ao invés de totalmente sólido ou totalmente líquido;
- na fundição sob pressão/compressão de ligas ferrosas e não ferrosas de alto ponto de fusão, hoje não conformadas por estes processos devido às elevadas temperaturas envolvidas;
- na produção de compósitos, processo denominado compofundição. O processo envolve a adição de partículas cerâmicas na pasta metálica reofundida da liga submetida a uma agitação vigorosa. Durante agitação, a pasta apresenta alta fluidez, permitindo a incorporação das partículas do reforço; cessada a agitação, a viscosidade é aumentada prevenindo a sedimentação, acomodação, flutuação e aglomeração de partículas. Partículas de uma variedade de materiais, incluindo SiC (FOGAGNOLO, J.; 1996), Al_2O_3 , MgO, boro, mica, carbono podem ser facilmente adicionadas ao Alumínio no estado pastoso reofundido segundo FLEMINGS, M.C., já em 1976.

1.3. Processos de obtenção de pastas reofundidas

Diferentes processos para a produção de matéria prima para ao PSS foram desenvolvidos ao longo dos anos.

Como explicado anteriormente, uma pasta reofundida é constituída de uma mistura de sólido e líquido, onde o sólido apresenta morfologia globular. Na prática este material pode ser produzido basicamente de duas diferentes maneiras:

- por intervenção no processo de solidificação, provocando a modificação da estrutura dendrítica em formação para uma estrutura globularizada;
- por tratamentos térmicos a temperaturas superiores à *solidus*, de estruturas solidificadas convencionalmente.

O primeiro grupo de processos envolve a promoção de tensões de cisalhamento entre o líquido e o sólido em formação durante o resfriamento da liga. Estas tensões promovem mecanismos de multiplicação cristalina e de transferência de massa, resultando na globularização da estrutura dendrítica em crescimento.

Diferentes técnicas foram desenvolvidas e podem ser utilizadas para a promoção das tensões requeridas: agitação mecânica no líquido em solidificação (FLEMINGS, M.C.; 1991), agitação eletromagnética (PECHINEY ALUMINUM; 1996), promoção de tensões cisalhantes entre rolos (KIUCHI, N.; 1992) ou ainda por centrifugação do líquido em resfriamento (COLLOT, J.; 1987).

Estes processos envolvem a utilização de equipamentos muitas vezes sofisticados e de difícil operacionalidade. As tensões provocadas no material no interior do equipamento podem promover seu rápido desgaste e cuidados devem ser tomados para evitar a contaminação da liga em processamento; no entanto, podem se prestar a elevadas taxas de produção.

Dentre estes processos, são populares e de utilização industrial a agitação mecânica para a produção de compósitos (CORNIE, J.; 1990) e a agitação eletromagnética para a produção de tarugos por lingotamento semi-contínuo (PECHINEY ALUMINUM; 1996).

As pastas reofundidas obtidas por utilização destes processos apresentam estruturas contendo a fase sólida com morfologia de rosetas ou de dendritas fragmentadas, com diferentes

graus de globularização dependentes das variáveis do processo. Reaquecimentos posteriores podem ser requeridos para a complementação da globularização da fase sólida, em casos onde a eficiência do processo é baixa.

Outro grupo de processos envolve o aquecimento de estruturas solidificadas convencionalmente, a temperaturas acima da *sólidus*. Neste caso é promovida a fusão preferencial de fases secundárias e estimulados mecanismos de transferência de massa, que tendem a globularizar a fase sólida não fundida. O resultado é a pasta reofundida característica.

A este grupo de processos denomina-se fusão parcial controlada, o qual constitui um mais recente desenvolvimento no campo da reofundição. A técnica é bastante simples, não requerendo equipamentos especiais; os resultados obtidos são fundamentalmente dependentes da condição inicial da matéria prima e, em menor grau, das condições de tratamento: diferentes graus de globularização podem ser obtidos manipulando a condição inicial, tempos e temperaturas de tratamento.

Os diferentes processos e técnicas já disponíveis de produção de matéria prima para o PSS e a manipulação de suas variáveis de controle podem resultar em pastas reofundidas com distintas características estruturais e, conseqüentemente, com distintas propriedades de escoamento. As propriedades de escoamento definem, por seu lado, os parâmetros operacionais na conformação do semi-sólido, quer por processos de fundição, quer por processos de conformação mecânica. A qualidade do produto final é, portanto, dependente das características metalúrgicas da matéria prima reofundida, da perfeita escolha do processo de conformação e da adequada manipulação de seus parâmetros operacionais.

Do ponto de vista tecnológico é, portanto, de fundamental importância o conhecimento prévio das características da pasta reofundida, resultantes do processo empregado em sua fabricação, para a garantia do sucesso da operação de tixoconformação e a obtenção de produtos tixoconformados com a qualidade desejada.

1.4. Objetivos do trabalho

Considerando:

- a variedade de processos e técnicas para a produção de pastas reofundidas já experimentalmente desenvolvidos;
- que os diferentes princípios de operação destes diferentes processos e técnicas levam a distintos resultados em termos de características estruturais na pasta reofundida;
- que o sucesso da utilização das pastas reofundidas, tanto durante o processamento no estado semi-sólido quanto na qualidade do produto final, dependem das suas características estruturais, principalmente morfologia e dimensões da fase sólida presente para uma dada fração líquido/sólido;

este trabalho tem como objetivo geral realizar um estudo comparativo das características macro e microestruturais de pastas reofundidas produzidas por dois distintos processos de reofundição, um caracterizado como clássico, sendo o primeiro processo desenvolvido e ainda bastante popular – a agitação mecânica - e outro considerado o de desenvolvimento mais recente – fusão parcial controlada, utilizando uma liga Al-4,5%Cu.

Objetiva-se ainda analisar os fenômenos de modificação estrutural envolvidos em cada tipo de processo testado, buscando fornecer subsídios tecnológicos e científicos ao usuário da reofundição que o auxiliem na definição do processo e condições mais adequadas para produção de pastas reofundidas para uma determinada aplicação. Com o conhecimento prévio do tipo de pasta reofundida a ser obtida em determinadas condições e com determinado tipo de processo, é possível programar o ciclo produtivo para a obtenção do melhor produto tixoconformado.

Para tanto, serão variadas técnicas e condições operacionais como segue: para o processo de agitação mecânica, serão utilizadas diferentes técnicas de agitação (contínua durante o resfriamento do líquido a partir da temperatura *liquidus* até uma determinada fração sólida pré-determinada, e contínua até tal temperatura seguida de agitação isotérmica por diferentes tempos) e variáveis do processo (velocidade e tempo de agitação); para o processo de fusão parcial

controlada serão variadas condições de tratamento térmico (condição inicial da matéria prima, tempo e temperatura de tratamento).

A análise comparativa da eficiência dos diferentes processos/técnicas e condições será feita pela análise das estruturas refundidas produzidas. A caracterização dos refundidos produzidos em todas as condições será feita através de análise metalográfica para medida de unidades macro e microestruturais (determinação e análise de dimensões de grãos, glóbulos e espaçamento interdendrítico), distribuição de soluto (determinação e análise do índice de micro-segregação), e morfologia da fase primária (determinação e análise do fator de forma).

Capítulo 2

Fundamentos Teóricos – Processos de reofundição por agitação mecânica e por fusão parcial controlada

Serão apresentados neste capítulo fundamentos teóricos básicos dos dois grupos de técnicas de reofundição nos quais se inserem os processos analisados neste trabalho: reofundição envolvendo agitação mecânica (RAM) e por fusão parcial controlada (FPC).

2.1. Processos de reofundição envolvendo agitação mecânica (RAM)

Como já comentado, para a obtenção de pastas com estruturas globulares, isto é, pastas reofundidas, pode-se utilizar dois caminhos básicos: a modificação da morfologia de crescimento a partir do líquido durante a sua solidificação ou a modificação de estruturas já solidificadas. No primeiro caso, a interferência na solidificação pode ser feita pela ação de agitação mecânica do líquido durante determinados estágios de seu resfriamento.

A turbulência gerada na frente da interface sólido/líquido, constituída de formações dendríticas para a maioria das ligas metálicas, pode ocasionar a ruptura destas dendritas, aumentando a quantidade de sólido livre no líquido, o qual pode crescer equiaxialmente como um novo grão. A turbulência pode ainda estimular fenômenos de transporte, incentivando mecanismos de engrossamento do sólido em formação. Os dois efeitos somados resultam na globularização da fase sólida presente na mistura líquido/sólido.

A promoção de agitação mecânica do líquido durante sua solidificação requer a utilização de equipamentos especialmente construídos para este fim, os reatores de reofundição. Diferentes tipos de reatores já foram desenvolvidos e testados para a produção de pastas reofundidas por agitação mecânica, com maior ou menor sucesso. Em seguida são apresentados os tipos de equipamentos mais conhecidos.

2.1.1. Equipamentos utilizados para a reofundição por agitação mecânica

Nos primeiros experimentos para obtenção de pastas reofundidas foi utilizado para a promoção da agitação do líquido durante o resfriamento um equipamento tipo viscosímetro adaptado para altas temperaturas (SPENCER, D.B.; 1972). Um esquema representativo do equipamento é apresentado na Figura 2.1.

Neste tipo de equipamento o metal líquido é colocado na região anelar entre o cilindro externo do viscosímetro e um eixo fixo central contido em seu interior. O cilindro externo é rotacionado, quando o metal encontra-se na região anelar, atingindo-se velocidades superiores a 1000rpm, enquanto o eixo central mantém-se fixo. Fortes correntes cisalhantes são geradas no líquido durante a sua solidificação, promovendo a modificação estrutural desejada. Espaços anelares típicos da ordem de 4 à 10mm de espessura garantem as forças cisalhantes requeridas para uma adequada reofundição (FLEMINGS, M.C.; 1976).

Espaços anelares de grandes dimensões podem ocasionar um estado de reduzidas tensões no interior do metal, não promovendo a necessária condição para o rompimento dendrítico e a modificação da estrutura.

Este tipo de equipamento, inicialmente utilizado na produção de pastas reofundidas de ligas de baixo ponto de fusão como ligas Pb-Sn, deu origem a outros tipos de reatores, visando o aumento da operacionalidade e da produtividade para a produção de pastas para uma gama maior de ligas metálicas.

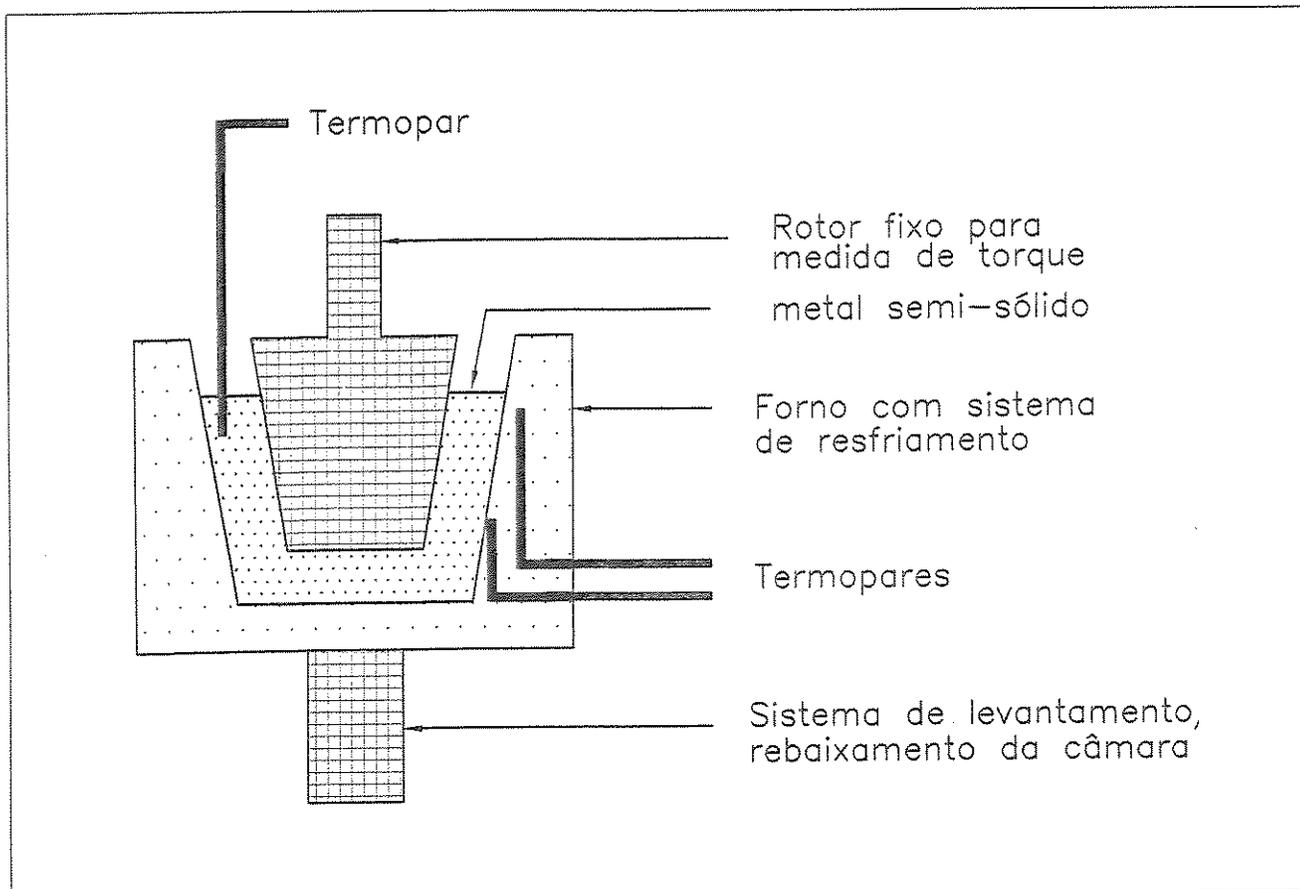


Figura 2.1 - Esquema representativo de equipamento para reofundição, tipo viscosímetro (SPENCER, D.B.; 1972).

Um equipamento que sucedeu o pioneiro viscosímetro para a produção de reofundidos através da promoção da agitação mecânica, foi o reator com rotor proposto por FLEMINGS, M.C., 1991, utilizando cadinho cilíndrico fixo e o eixo central rotativo (rotores internos ao líquido). Este tipo de equipamento pode se prestar à produção contínua de pastas reofundidas e foi testado com relativo sucesso para ligas de Al.

Este tipo de equipamento, apresentado esquematicamente na Figura 2.2, permite a movimentação do rotor durante a sua rotação facilitando a promoção de correntes por todo o líquido, aumentando a homogeneidade das estruturas reofundidas produzidas. Espaços anelares típicos são da ordem de 4 à 10mm.

Diversos trabalhos para obtenção de estruturas refundidas de diferentes ligas metálicas (ligas à base de Cu, aços inoxidáveis 440C e 304, aço ferramenta M-2, e algumas ligas à base de Cr, entre outras) foram desenvolvidos utilizando este tipo de equipamento pelo grupo liderado por FLEMINGS, M.C; 1976. Esforços no sentido da adaptação do processo à escala industrial não tiveram sucesso devido a fatores como a erosão do agitador (fabricado de material cerâmico para a re fundição de ligas com alto ponto de fusão), altas taxas de cisalhamento requeridas para a promoção da adequada globularização, presença de filmes de óxidos e porosidade na pasta reofundida, além da baixa produtividade e dificuldade de controle de variáveis do processo (KIRKWOOD, D.H.; 1994).

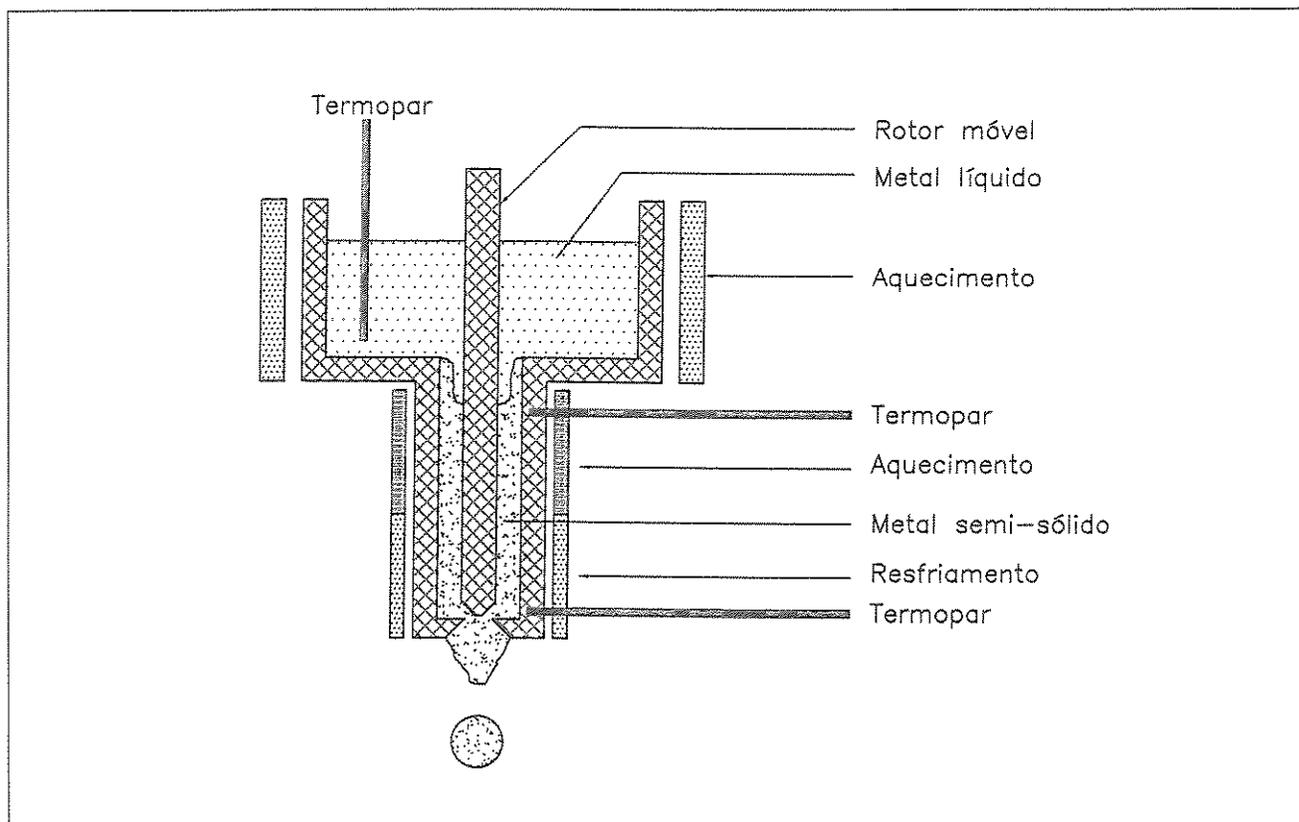


Figura 2.2 - Esquema representativo de equipamento para reofundição com rotor cilíndrico central (FLEMINGS, M.C; 1991).

Um terceiro tipo de equipamento desenvolvido para promoção da agitação mecânica no líquido em solidificação utiliza propulsores. São equipamentos de simples concepção utilizando

desde pás simples a sistemas complexos de propulsores. Estes equipamentos foram desenvolvidos a princípio para a produção de compósitos no chamado processo de compofundição, pois o pequeno espaço anelar dos equipamentos com rotor dificultava a adição do reforço à pasta reofundida, porém se prestam à produção de pastas reofundidas sem reforço.

Esquema representativo de equipamento com propulsores para a reofundição é apresentado na Figura 2.3. Na agitação mecânica utilizando reator com propulsores, os mesmos ficam mergulhados no líquido e são agitados à temperatura desejada e pelo tempo determinado, podendo ou não o propulsor ser retirado da câmara para o descarregamento da pasta.

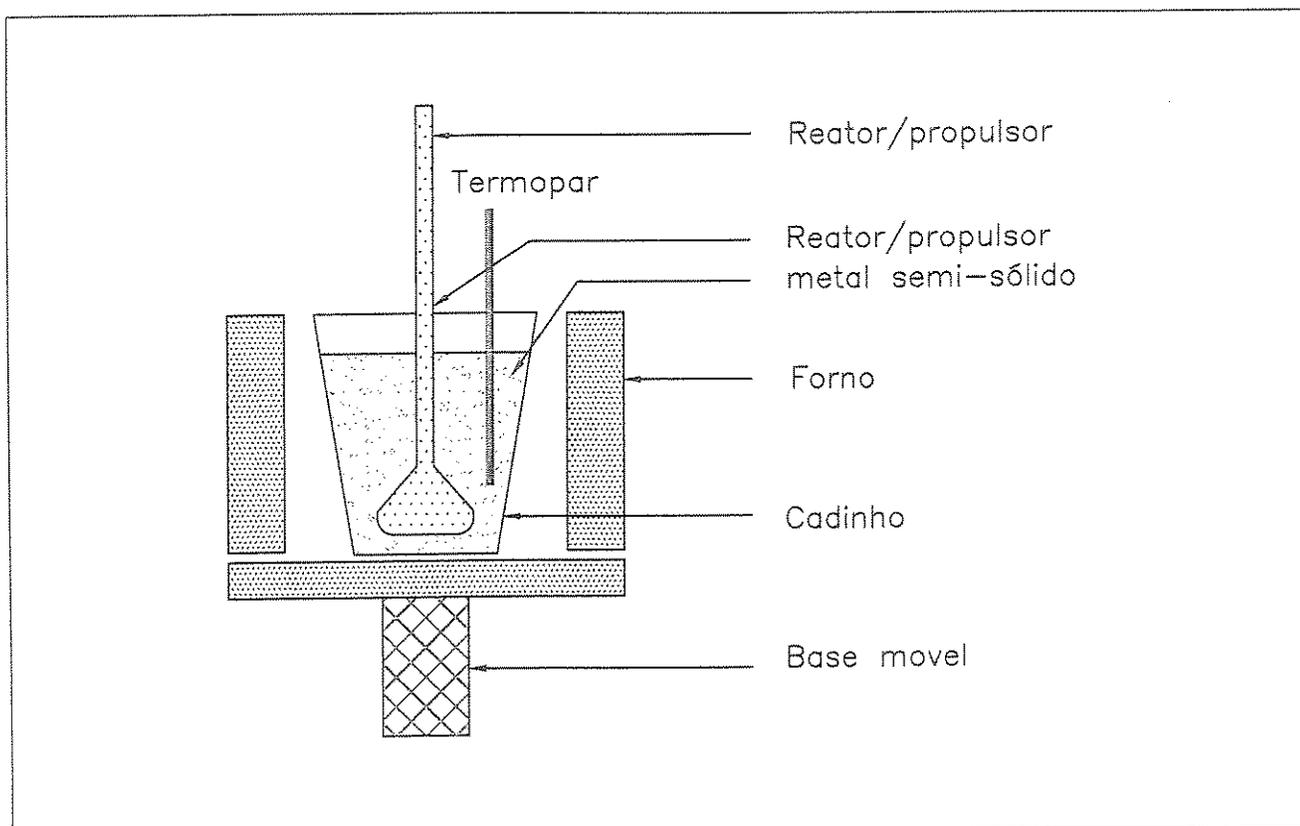


Figura 2.3 - Esquema representativo de equipamento para reofundição com propulsor (FOGAGNOLO, J.B.; 1996).

PRASAD, P.R.; 1986, obtém a modificação estrutural de dendrítica para globular para a liga Al-4,5%Cu, pela promoção da agitação através de reator com propulsor, utilizando

de rotação de 500 à 1200rpm. FOGAGNOLO, J.B.; 1996, utilizando equipamento com propulsor tipo pá simples, produz reofundidos da liga de alumínio AA7075 e compósitos AA7075 + SiC, utilizando velocidades da ordem de até 1000rpm.

A utilização comercial do processo de compofundição (produção de compósitos por adição de reforços cerâmicos no metal no estado reofundido), utilizando como processo de reofundição equipamentos com propulsores múltiplos, é já uma realidade desde o início dos anos 90: tubos extrudados de compósitos de ligas de Al fabricados por este processo são comercializados pela ALCAN (JEFFREY, P.W.; 1990).

Além dos equipamentos descritos para a produção de pastas reofundidas por RAM, outros equipamentos envolvendo ação mecânica sobre líquidos em solidificação foram desenvolvidos, com aplicação ainda restrita a nível laboratorial, como por exemplo, o processo denominado SCR – Shear Cooling Roll (KIUCHI, N.; 1992). O equipamento é apresentado de maneira esquemática na Figura 2.4.

O processo consiste em vaziar o metal líquido, a uma temperatura adequada, no espaço entre um cilindro metálico refrigerado e uma sapata fixa. O cilindro é rotacionado, provocando o cisalhamento no metal em solidificação em contato com a sua superfície e a da sapata, promovendo a globularização da estrutura em formação. O equipamento foi testado com relativo sucesso para a produção de pastas reofundidas de ligas Pb-Sn e algumas ligas de alumínio como AA2017 e AA5056, utilizando velocidades de rotação máximas de 112rpm.

Sistemas mecânicos para a produção de pastas reofundidas têm encontrado maior utilização na compofundição (PAI, B.C; 1998), embora novas aplicações desta técnica estejam em desenvolvimento, como a fabricação de esponjas metálicas de ligas de Al (AOYIAGI, N.; 1998). Neste último caso, durante reofundição da liga é introduzido TiH_2 como agente gaseificante, resultando em esponjas para aplicações onde são requeridos isolamento acústico e eletromagnético, alta capacidade de absorção de energia, entre outras propriedades.

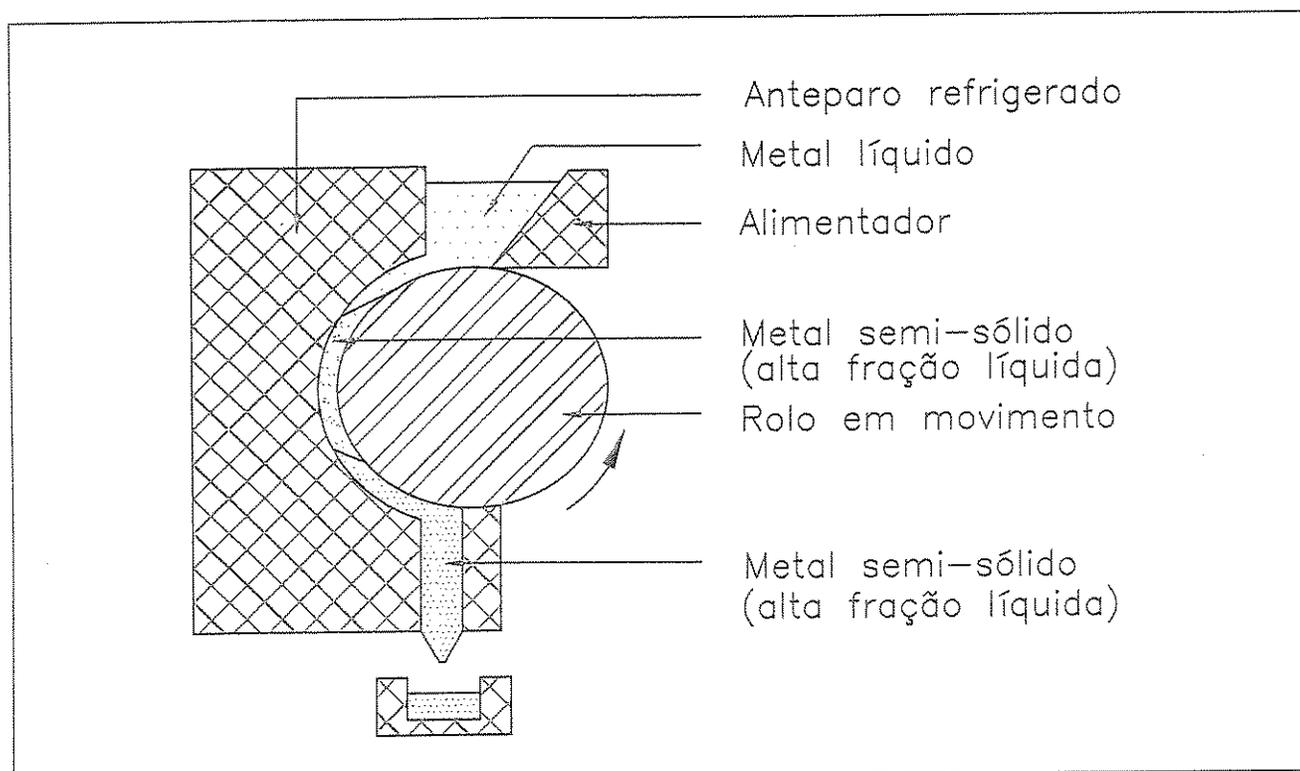


Figura 2.4 - Esquema representativo de equipamento para reofundição pelo processo SCR - Shear Cooling Roll (KIUCHI, N.; 1992, 1996).

2.1.2. Mecanismos envolvidos na formação de estruturas reofundidas por agitação mecânica

A agitação imposta ao metal líquido durante a sua solidificação provoca a modificação da estrutura em formação, de dendrítica para globular, devido às vigorosas correntes cisalhantes provocadas no metal líquido na frente da interface sólida.

Mecanismos clássicos da teoria da solidificação de ligas metálicas auxiliam a compreensão também dos fenômenos envolvidos na globularização da estrutura durante a reofundição. JACKSON, K.A.; 1966, demonstra que na solidificação em condições de forte agitação, há possibilidade de ruptura, por efeito mecânico ou térmico, de raízes de ramos dendríticos afinados por efeito de empescoamento junto à região de sua ligação com o ramo principal. Tal empescoamento (*necking*) ocorre por dificuldade de difusão de soluto na região da junção do

ramo secundário com o primário, levando à redução local da taxa de crescimento. A base do ramo dendrítico, nesta condições, pode ser facilmente rompida, liberando partículas sólidas para o líquido.

A Figura 2.5 apresenta estrutura primária dendrítica de Al- α mostrando claramente a possibilidade de separação de ramos secundários. As partículas desprendidas passam a crescer de maneira independente se constituindo em um novo cristal. Este mecanismo é chamado multiplicação cristalina.

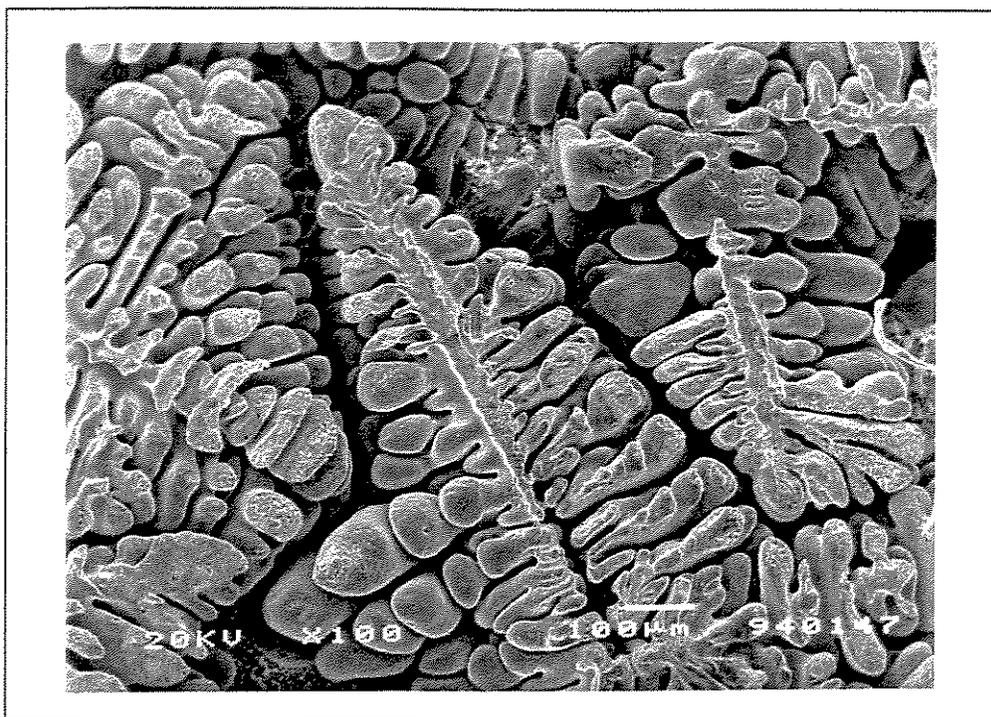


Figura 2.5 – Microestrutura da fase Al- α dendrítica mostrando a possibilidade de separação de ramos secundários. Foto de R. FUOCO, IPT; SP, 1998.

Em meio líquido, todas as partículas sólidas tendem naturalmente à globularização, para a redução de tensões superficiais. A modificação da morfologia do sólido ocorre através de fenômenos de engrossamento (*coarsening*), também amplamente estudados na teoria clássica de crescimento dendrítico.

Embora diferentes mecanismos de engrossamento tenham sido propostos, a força motriz para a sua ocorrência é, em qualquer caso, a redução de superfícies internas ao sistema, pelo aumento da relação V/S (V = volume do sólido, S =superfície da interface sólido/líquido) e seu agente é a transferência preferencial de massa de superfícies com reduzido raio de curvatura para outras com elevado raio.

Os mecanismos de engrossamento podem ser divididos em 2 grupos principais: os mecanismos de *ripening* de Ostwald, e os de coalescência. As Figura 2.6 e 2.7 apresentam esquematicamente estes mecanismos segundo alguns modelos propostos. No primeiro grupo, apresentado na Figura 2.6, estão os mecanismos que envolvem a dissolução de ramos dendríticos menores, a difusão de soluto em meio líquido e a sua incorporação em ramos mais grosseiros. O resultado é a redução geral do número de ramos e o aumento do espaçamento ente eles (KATTAMIS, T.;1967; KAHLWEIT, M.;1968).

No segundo grupo, apresentado na Figura 2.6, estão os mecanismos que envolvem aglomeração de ramos secundários devido à deposição preferencial de soluto em regiões de alta concavidade, ou a aproximação de duas superfícies e seu contato. Ambos os casos envolvem a supressão de superfícies de separação levando à coalescência de dois ou mais ramos em um só de maior dimensão (YOUNG, K.P.;1992, GENDA, G.; 1987).

Assim, partículas sólidas (ramos dendríticos desprendidos, ramos primários isolados) circundadas por líquido tendem naturalmente à morfologia globular. A reofundição nada mais faz do que estimular a ocorrência de tais mecanismos, de modo a produzir estruturas totalmente globulares.

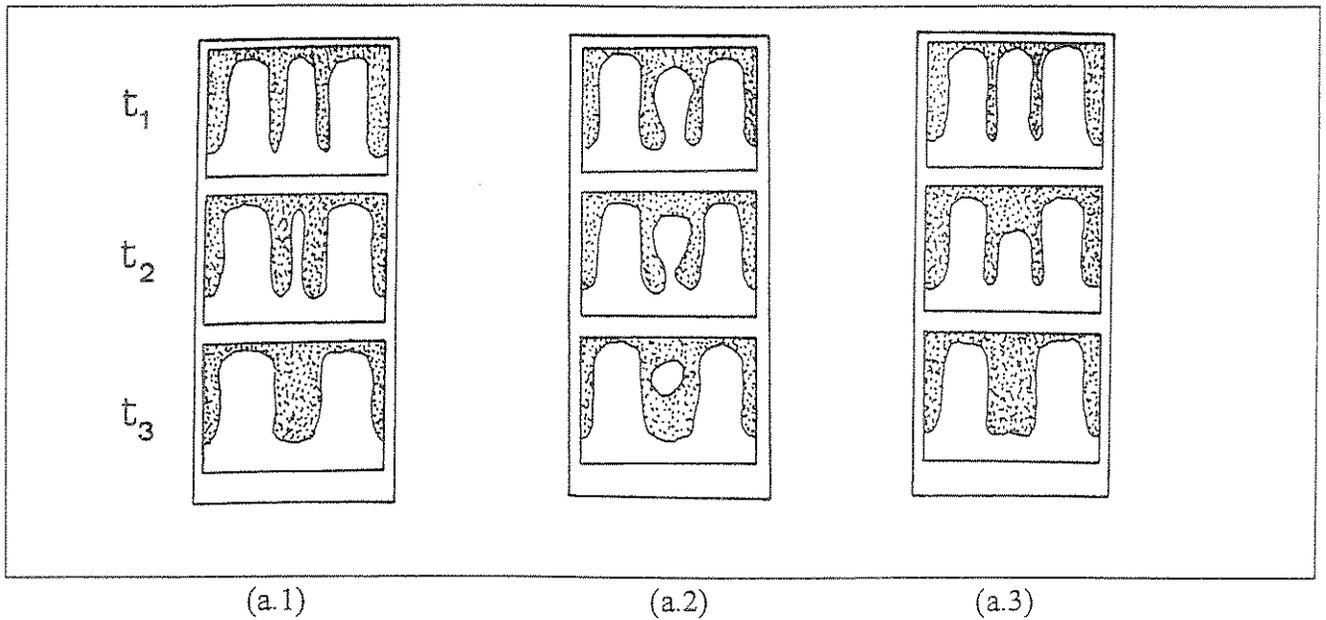


Figura 2.6 – Modelos propostos para o mecanismos Ostwald ripening: (a.1) dissolução de ramo de menor raio de curvatura por afinamento de sua espessura, (a.2) desprendimento de ramo dendrítico por empescoçamento da raiz, (a.3) dissolução de ramo de menor raio de curvatura por redução de altura (KATTAMIS, T.;1967; KAHLWEIT, M.;1968).

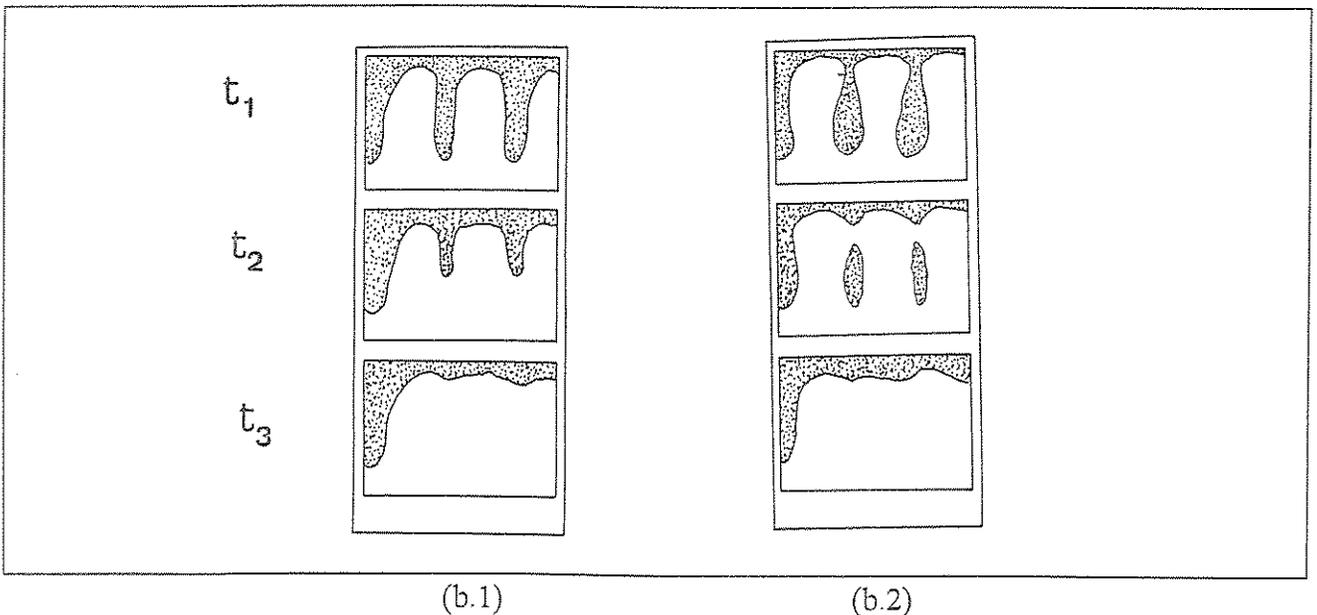


Figura 2.7- Modelos propostos para o mecanismo de coalescência: (b.1) supressão de contornos por acúmulo de soluto em regiões preferenciais, (b.2) supressão de superfícies de separação por aproximação e difusão (YOUNG, K.P.;1992, GENDA, G.; 1987).

2.1.3. Parâmetros de controle dos processos de refundição por agitação mecânica

Os principais parâmetros de controle de processos de refundição baseados na agitação mecânica do líquido em solidificação são:

- temperatura de agitação - define a fração sólida presente na pasta;
- tempo de agitação – define o tempo de ação dos mecanismos de formação de estrutura;
- velocidade de agitação – define a eficiência da turbulência provocada, na promoção dos mecanismos de modificação estrutural;
- taxa de resfriamento, para o caso de agitação durante resfriamento do líquido – define o valor da relação sólido/líquido presente na pasta.

Muitos trabalhos têm sido apresentados na literatura, buscando relacionar parâmetros do processo RAM com a estrutura da pasta refundida produzida. Alguns representativos podem ser citados:

A análise do efeito de parâmetros de processo como velocidade de agitação, temperatura e tempo de agitação na fluidez de pastas refundidas da liga Al-10%Cu, foi verificada por ASSAR, A.; 1982, utilizando equipamento tipo rotor cilíndrico para os processos de agitação contínua e agitação isotérmica. O autor observou que um aumento na temperatura de agitação, de 590 para 620°C, provoca um aumento de cerca de quatro vezes na fluidez, para uma mesma velocidade de agitação. Estas variações da fluidez com relação à temperatura mostraram-se mais evidentes com a redução da velocidade de agitação. Com o aumento da temperatura, menor o efeito da velocidade da agitação na fluidez da pasta refundida. Quanto ao tempo de agitação, não foi encontrado nenhum efeito na fluidez da pasta obtida. Através de análises microestruturais, o autor verificou que a velocidade apresenta um maior efeito na morfologia e tamanho das partículas sólidas formadas se comparado com o efeito da temperatura; conclui que um aumento na velocidade de agitação promove uma melhor distribuição das partículas sólidas e redução na

dimensão das mesmas, enquanto que a influência da temperatura é mais evidenciada no volume da fração sólido/líquido na pasta reofundida.

PRASAD, P.R.; 1986, analisou o efeito da temperatura e da velocidade de agitação (500, 700, 1000 e 1200rpm) na microestrutura da liga Al-4,5% Cu produzida em equipamento de agitação mecânica por pá. O autor observou que, durante agitação, as partículas sólidas que estão continuamente em colisão podem permanecer em contato por um longo período, podendo resultar na formação de partículas de grandes dimensões. A probabilidade desta colisão levar à formação de partículas primárias de grandes dimensões é aumentada com o aumento do volume da fração sólida na pasta, isto é, com a redução da temperatura. Quanto ao efeito da velocidade de agitação o autor observou que as partículas se mantêm em contato por longos períodos de tempo, favorecendo a formação de partículas coalescidas de grandes dimensões mesmo quando a fração sólida na pasta é pequena. Por outro lado, quando altas velocidades de agitação são impostas, as partículas em colisão permanecem em contato por pouco tempo e apenas algumas partículas coalescidas são formadas, resultando em pastas com maior uniformidade dimensional na fase sólida.

ICHIKAWA, K., 1985, 1987, observou o efeito da agitação no refino de grão utilizando ligas Al-Cu com diferentes concentrações de Cu e com velocidades de agitação acima de 1000rpm. Partículas sólidas com morfologia globular e dimensão da ordem de 133 μ m foram obtidas para rotação de 1350rpm e tempos de 10min, para a liga Al-4%Cu. O aumento da velocidade promove a redução da dimensão das partículas sólidas da pasta reofundida. O autor observou que este efeito da velocidade de agitação é mais evidenciado em ligas com maiores concentrações de Cu (Al-10%Cu e Al-24%Cu). Diferentes taxas de resfriamento foram impostas à pasta semi-sólida, indicando que uma diminuição na dimensão média do glóbulo sólido é obtida para uma maior taxa de resfriamento.

WANG, N.; 1994, investigou a influência do tipo de liga e da fração sólida na qualidade de ligas Al-5%Cu e Al 80%Zn reofundidas por processo de agitação mecânica utilizando

equipamento tipo viscosímetro, nas condições: rotações de 1000rpm e taxa de resfriamento da ordem de 0,5°C/min. O autor relata que aumentos da fração sólida no intervalo de 0,25-0,50 provocam um aumento de 2 à 10 vezes no tamanho do glóbulo. Obtenção de fina estrutura para frações sólidas abaixo de 0,15 é atribuída à nucleação no metal superesfriado causada pela agitação e à fragmentação de precipitados dendríticos, sendo estes posteriormente efetivos substratos para o crescimento do sólido em finas partículas sólidas separadas. Para frações sólidas acima de 0,20, o sólido obtido é em sua maioria devido à fragmentação de dendritas em crescimento.

O efeito de parâmetros operacionais da RAM foi também estudado por BARTOS-TAUSIG, G.; 1996, utilizando equipamento tipo rotor. Foi estudada a liga AA2618 reofundida nas condições: velocidade de agitação de 1000rpm e taxa de resfriamento de 4°C/min para agitação contínua e em diferentes temperaturas de agitação isotérmica, sempre com frações sólidas acima de 0,3. O autor obteve reofundidos com dimensões de partículas sólidas de 100 à 300µm; observou que a dimensão média diminui à medida que a temperatura de agitação aumenta; observou também que menor a taxa de resfriamento, maior o tempo na região semi-sólida e maior o tempo de contato entre partículas devido ao maior volume de fração sólida presente na pasta, resultando em maiores dimensões finais no sólido. O autor ainda observou que os fatores de forma da fase sólida para as diferentes temperaturas de processamento (630, 633 e 636°C) foram bastante semelhantes.

SUKUMARAN, K.; 1998, analisou a formação da estrutura da liga Al-7Si-0,3Mg durante processamento por RAM utilizando equipamento com propulsor. Observou que o aumento da velocidade de agitação leva à redução do tamanho de glóbulos; quanto ao efeito da temperatura de agitação à uma velocidade fixa, observou que o aumento do tempo promove redução do tamanho de partículas sólidas até um valor mínimo (da ordem de 30-40µm para 30 min de agitação sob tensão cisalhante de 165s⁻¹); a partir deste tempo há aumento das dimensões de partículas sólidas por efeito de aglomeração ou Ostwald *ripening*. O tempo requerido para se

atingir o valor mínimo depende da taxa de cisalhamento causada pela velocidade de agitação: com o aumento da velocidade, o valor mínimo é atingido em menor tempo.

2.2. Processos de re fundição por fusão parcial controlada (FPC)

O estudo dos mecanismos envolvidos na formação de re fundidos por agitação do sólido durante sua solidificação levou ao desenvolvimento de novos processos para a produção de pastas re fundidas. Um mais recente grupo de processos surgiu, baseado na possibilidade de manipulação de fenômenos responsáveis pela formação das estruturas globulares observadas na RAM: os mecanismos de globularização são agora estimulados em estruturas brutas de fusão e não em líquidos em solidificação.

Nestes processos são utilizados tratamentos térmicos de estruturas dendríticas em temperaturas superiores à *sólidus*, isto é, na presença de líquido. A idéia básica é promover a globularização de sólidos em meio líquido, movida pelo requisito termodinâmico de mínima energia. Pastas re fundidas podem assim ser produzidas sem a necessidade do emprego de equipamentos especiais, muitas vezes de alto custo e complexa operacionalidade.

Estes novos processos são denominados fusão parcial controlada (FPC); diferentes técnicas têm sido desenvolvidos, as quais podem ser classificadas de acordo com a condição da matéria-prima empregada, em FPC de estruturas dendríticas; FPC de estruturas ultra-refinadas; FPC de estruturas dendríticas previamente deformadas; FPC de estruturas super-envelhecidas.

2.2.1. Fusão parcial controlada de estruturas dendríticas

Já no final da década de 80 foi observada a possibilidade de produção de estruturas globulares re fundidas pela simples manutenção de estruturas brutas de fusão a temperaturas superiores à *solidus*. ROBERT, M.H; 1987, obtém pastas de ligas Al-Si com sólido globular de dimensões da ordem de 120µm de diâmetro médio, após manutenção do material (originalmente

em estado fundido convencional - dendrítico), a temperaturas no interior da zona *solidus/liquidus* por tempos da ordem de 15 min.

O processo é testado com sucesso para outros tipos de ligas: ligas Al-Cu (DAMASCO, A.; 1992; ZOQUI, E.J.; 1995, 1996), Cu-Zn (DAMASCO, A.; 1992); aços ferramenta do tipo M2 (CAU, E.; 1992); e mais recentemente ferros fundidos nodulares (KAPRANOS, P.; 1998).

Na reofundição utilizando tratamentos térmicos de estruturas brutas de fundição, a morfologia dendrítica original passa por fenômenos de engrossamento que levam à sua globularização e à eliminação de sua morfologia dendrítica típica. No aquecimento à temperaturas superiores à *solidus* as fases secundárias são fundidas formando líquido que circunda as dendritas da fase primária. Estas dendritas sofrem globularização por fenômenos naturais de engrossamento (já descritos em item anterior), com objetivo de redução de energia superficial. Os fenômenos de globularização são termicamente ativados pois envolvem difusão de massa, resultando na completa globularização da morfologia da fase sólida da pasta em tempos da ordem de 10-15 min à temperatura de tratamento (ROBERT, M.H.; 1993).

A transformação da estrutura se dá através de estágios intermediários de morfologia, passando de completamente dendrítica para formas irregulares tendendo a rosetas, para rosetas e finalmente para glóbulos. Nestas transformações, braços dendríticos vizinhos podem aprisionar pequenas regiões de líquido. A pasta reofundida resultante em geral apresenta glóbulos irregulares de grandes dimensões com poças de líquido em seu interior.

A formação desta estrutura globular é apresentada esquematicamente na Figura 2.8, segundo modelo proposto por ZOQUI, E.J.; 1998. Segundo este modelo um grão com, por exemplo, três dendritas, evolui para três glóbulos distintos, onde o líquido de composição eutética existente no espaçamento interdendrítico pode ficar aprisionado dentro do glóbulo, gerando poças de eutético na pasta reofundida solidificada. Assim, o tamanho de grão final no reofundido é menor do que o da matéria prima que o gerou. O líquido dos contornos e o aprisionado no interior

do sólido já globularizado formam espessos contornos e poças de eutéticos na estrutura final do reofundido.

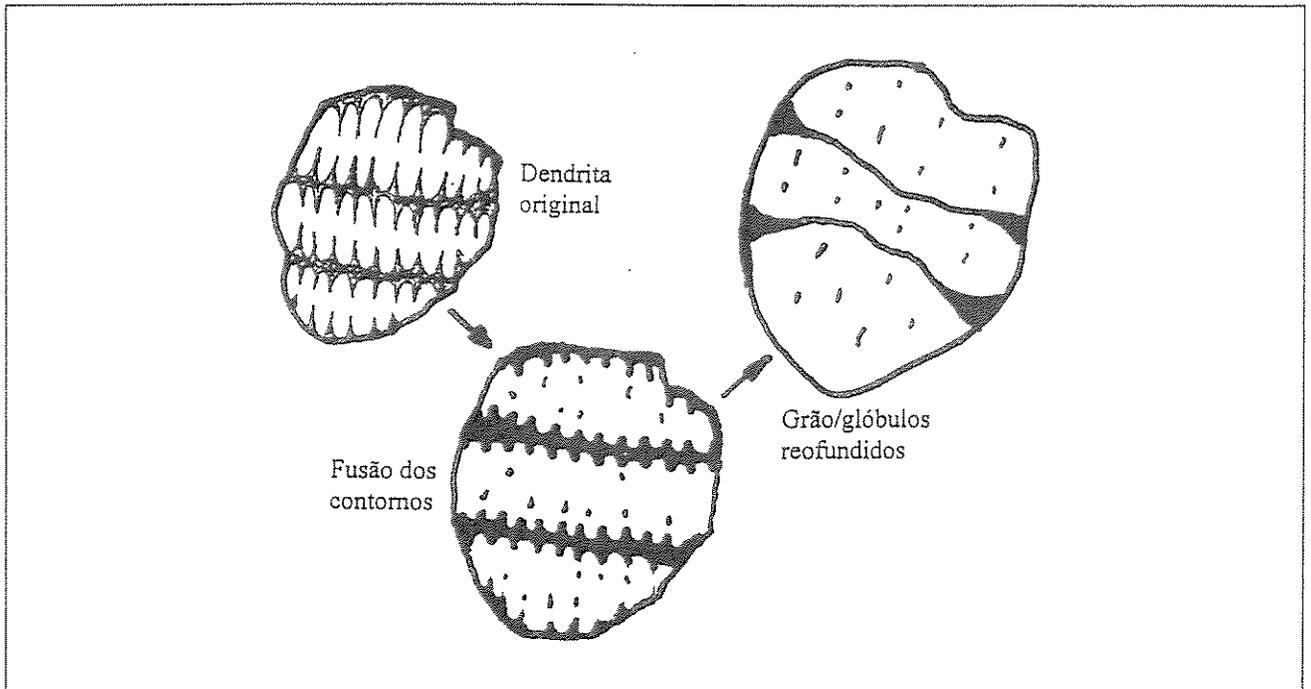


Figura 2.8 – Esquema representativo de modelo proposto por ZOQUI, E.J. (1998) para a formação de reofundido por FPC de estrutura dendrítica.

2.2.2. Fusão parcial controlada de estruturas ultra-refinadas

Buscando a redução do tamanho de glóbulos em pastas reofundidas e a aceleração do processo de reofundição, ROVIRA, M.M.; 1996 utilizou estruturas brutas de fusão ultra-refinadas como matéria prima. Entende-se por estruturas ultra-refinadas aquelas constituídas de grãos equiaxiais finos internamente homogêneos, obtidas por solidificação em condições tais a não permitir a formação dendrítica. No caso, o autor utilizou associadamente técnicas químicas e térmicas de refino para a obtenção de estrutura ultra-refinada em ligas Al-Cu.

Na produção de reofundidos por FPC de estruturas ultra-refinadas (sem dendritas, portanto), a globularização se dá diretamente, sem estágios morfológicos intermediários, uma vez

que a estrutura original é já equiaxial e refinada. Os mecanismos de engrossamento necessários à completa globularização são rápidos dadas as pequenas distâncias para a difusão na estrutura refinada, resultando em reduzidos tempos para a reofundição. Neste caso um grão da estrutura original resulta em um glóbulo na pasta reofundida.

São obtidas pastas de boa qualidade, com reduzido diâmetro de glóbulo e ausência de líquido no seu interior, de qualidade superior às pastas obtidas que envolvem interferência no processo de solidificação (ROVIRA, M.M.;1998).

2.2.3. Fusão parcial controlada de estruturas dendríticas deformadas

Também na tentativa de obtenção de estruturas reofundidas com sólido perfeitamente globular e de dimensões finas, foram desenvolvidos processos de reofundição utilizando como matéria prima material previamente deformado. Nestes casos são estimulados fenômenos de recristalização.

O princípio destes processos consiste em deformar a frio estruturas brutas de fusão (dendríticas), seguido do aquecimento à temperatura superior à *sólidus* e manutenção do material nesta condição por tempo suficiente para promoção da globularização. No aquecimento há recristalização da estrutura original; acima da temperatura *solidus* há fusão de fases secundárias e consequente formação de líquido; se a condição $\gamma_{cg} \geq 2\gamma_{sl}$ (onde γ_{cg} é a energia de contorno de grão recristalizado e γ_{sl} é a energia da interface sólido/líquido) é satisfeita, ocorre a penetração de líquido (molhamento) nos novos contornos formados (VOGEL, A.; 1978) promovendo a separação dos grãos recristalizados para o líquido vizinho. Uma grande quantidade de pequenos grãos equiaxiais é assim formada; tais grãos são globularizados no meio líquido, resultando em pastas reofundidas de excelente qualidade, com estrutura fina e sem a presença de líquido retido no interior dos glóbulos.

Diferentes técnicas de deformação prévia podem ser utilizadas: o processo SIMA (Stress Induced Melt Activated), patenteado pela ITT CORP.- USA; 1983, consiste na deformação inicial à quente acima da temperatura de recristalização, seguida por deformação à frio; enquanto no processo RAP (Recrystallization and Partial Melting), KIRKWOOD, D.H.; 1994, o material é deformado a temperatura acima da temperatura de recristalização seguido de deformação à quente, porém abaixo da temperatura de recristalização. Ambos processos produzem reofundidos de excelente qualidade.

Ainda é possível a produção de pastas reofundidas de ligas ferrosas (aços de alta liga) e não ferrosas (ligas Al-Cu, Cu-Zn) pelo tratamento a temperaturas superiores à *solidus* de estruturas deformadas à temperatura ambiente (ROBERT, M.H.; 1993). Tempos da ordem de 10 min são requeridos para a formação de estruturas perfeitamente globulares, homogêneas e de grãos finos.

Utilizando o processo SIMA, MIDSON, S.P.; 1992 obteve reofundidos de aços de alta liga, como aços ferramenta M4 e inoxidáveis 304 e 440C. Aços inoxidáveis do tipo 304 podem ser reofundidos a partir de estruturas extrudadas a quente, segundo (PIRES, G.P., 1998), por tratamentos térmicos por períodos da ordem de 15min.

O processo de fusão parcial controlada de estruturas previamente deformadas tem sido apreciado graças à sua facilidade operacional e à qualidade do produto reofundido obtido; por estes motivos, a sua aplicação a novas ligas, como Al-Ge, tem sido estudadas (VALER, J.; 1998).

2.2.4. Fusão parcial controlada de estruturas super-envelhecidas

À medida que são entendidos os fenômenos envolvidos na formação de estruturas reofundidas, os processos de reofundição evoluem buscando o aumento de sua operacionalidade e do seu controle e a melhoria do produto reofundido obtido.

Levando em conta que estruturas globulares refinadas apresentam melhores propriedades mecânicas (ZOQUI, E.J.; 1996), são buscados processos que permitam a produção de pastas contendo fase sólida globular com pequeno diâmetro médio.

Com este intuito, MARGARIDO, M.; 1998, analisou a possibilidade de obtenção de estruturas refundidas da liga Al-3,3%Cu por fusão parcial controlada a partir de matéria prima submetida à tratamento de solubilização e super-envelhecimento, seguido de deformação a frio. O autor observou que a presença de partículas precipitadas no interior da fase primária estimula a recristalização durante aquecimento e inibe o crescimento de glóbulos durante a reofundição. São produzidas assim pastas reofundidas constituídas de sólido globular de pequenas dimensões.

Neste caso os mecanismos envolvidos na formação da estrutura reofundida são os mesmos já anteriormente discutidos para estruturas deformadas: recristalização com formação de novos contornos de grãos, formação de líquido e sua penetração nos contornos formados seguida da separação dos grãos para o líquido, constituindo a pasta reofundida. Na estrutura super-envelhecida, a nucleação dos grãos recristalizados ocorre em regiões com alta deformação localizada devido à presença de precipitados incoerentes na matriz submetida à deformação; o crescimento dos grãos recristalizados é ainda inibido pela presença dos precipitados, levando à obtenção de estruturas refinadas.

2.2.5. Parâmetros de controle dos processos de reofundição por fusão parcial controlada

Os principais parâmetros de controle dos processos de reofundição por fusão parcial controlada são:

- Tamanho de grão da matéria prima – interfere na morfologia e tamanho final dos glóbulos
- Grau de deformação prévia – interfere na morfologia e tamanho dos glóbulos; define os tipos de mecanismos envolvidos

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

- Temperatura do tratamento térmico - define quantidade de sólido e líquido presentes
- Tempo do tratamento térmico - define a cinética dos mecanismos envolvidos
- Presença de precipitados na matéria prima – define a morfologia e tamanho final dos glóbulos através da presença de grãos recristalizados.

TIETMANN, A.; 1992, investigou a produção por FPC das ligas de alumínio comerciais AA2024 e 7075 submetidas a diferentes graus de deformação inicial. O autor verificou que para um mesmo tempo de permanência na temperatura de tratamento, crescentes taxas de aquecimento promovem aumento no tempo total de processamento, resultando em maiores tamanhos de grão finais no reofundido obtido.

DAMASCO, A.; 1992, analisou a influência de parâmetros de processo na estrutura das ligas Al-8%Cu, Al-7%Si e Cu-33%Zn reofundidas por FPC a partir de estruturas brutas de fusão e deformadas. Verificou que o aumento do tempo de tratamento aumenta a taxa de crescimento do glóbulo, e que a temperatura de tratamento estimula a cinética dos mecanismos de globularização mas não interfere na natureza destes mecanismos.

CAU, E. R.; 1992, analisou a produção de pastas reofundidas de aços M-2 e 308-L através de tratamento isotérmico a diferentes temperaturas entre a *solidus* e *liquidus* e diferentes tempos de tratamento, partindo de diferentes graus de deformação inicial. Fase primária perfeitamente globular com baixos índices de microsegregação no seu interior foi obtida após reduzido tempo de tratamento (5 min). O autor também constatou que o diâmetro médio da fase primária aumenta com o aumento do tempo de tratamento, e que a temperatura de tratamento influencia a cinética de transformação estrutural, a globularização sendo acelerada a temperaturas mais elevadas.

SALVO, L.; 1994, investigou a influência da condição inicial da matéria-prima na estrutura final de reofundidos obtidos por FPC. Utilizou como matéria prima liga AA357 solidificada convencionalmente, com e sem adição de refinador, e solidificada sob agitação eletromagnética, submetida em seguida a deformação inicial de 50 %. Estes materiais em diferentes condições de processamento foram tratados a temperaturas suficientes para a formação de fração sólida da

ordem de 0,45. Verificou que tempos de tratamento da ordem de 5min são necessários para a modificação estrutural da matéria-prima inicial obtida por agitação eletromagnética e com 50% de deformação, enquanto que este tempo é da ordem de 10 à 20min para aquela obtida com o mesmo grau de deformação porém de estrutura bruta de fusão.

TURKELI, A.; 1996; e YUNHUA, W.; 1998, analisaram o efeito da deformação inicial, temperatura e tempo de tratamento na reofundição por SIMA das ligas AA7075 e Zn-12%Al. Observaram que altas temperaturas proporcionam o aumento do diâmetro médio das partículas sólidas e que a morfologia das mesmas tende a ficar mais globular com o aumento da fração líquida. O aumento da fração líquida pode também causar porosidade no reofundido pelo aumento do teor de hidrogênio no líquido, reduzindo as propriedades mecânicas do produto final. Segundo o estudo, o aumento do grau de deformação e do tempo de tratamento estimulam a globularização mas, para deformações acima de 20%, pode ocorrer um aumento no tamanho de glóbulo final. Os autores concluem pela necessidade de uma combinação favorável entre deformação e temperatura de tratamento para a obtenção de estrutura reofundida com as adequadas propriedades reológicas.

Utilizando-se de tratamentos termomecânicos alternativos ao tradicional SIMA, MARGARIDO, M.; 1998, obteve estruturas reofundidas para a liga Al-3,35%Cu através de processos envolvendo solubilização e envelhecimento da matéria prima, seguidos de sua deformação. Observou que no estado superenvelhecimento a liga produz reofundidos com reduzidos tamanhos de glóbulos. A presença de precipitados dispersos de segunda fase teve a finalidade de incentivar a recristalização e reduzir a taxa de grãos recristalizados, resultando em estrutura reofundida refinada.

Capítulo 3

Procedimento Experimental

3.1. Matéria – prima

Foi selecionada para uso neste trabalho, a liga Al 4,5% Cu. A escolha desta particular liga para o desenvolvimento deste trabalho deveu-se aos seguintes fatores:

- 1) A liga Al-4,5wt%Cu apresenta uma faixa de solidificação suficiente para manipulação de parâmetros operacionais para a obtenção de pastas reofundidas .
- 2) Os padrões de microsegregação em ligas Al-Cu são facilmente identificáveis e já bem caracterizados para estruturas solidificadas convencionalmente, sendo então facilitada a análise dos fenômenos envolvidos em modificações estruturais durante a reofundição.
- 3) Ligas Al-Cu com composições próximas à 4,5wt%Cu apresentam grande utilização comercial na indústria automobilística, eletrodoméstica, aeronáutica e de máquinas em geral. Estas ligas do grupo 2XXX (ligas Al-Cu) apresentam grande suscetibilidade a tratamentos térmicos visando aumento de propriedades mecânicas.

4) A disponibilidade da referida liga no mercado foi fator importante na escolha da mesma para a realização da parte experimental do trabalho.

3.1.1. Caracterização microestrutural da liga Al-4,5%Cu

A Figura 3.1 apresenta o diagrama de fases binário Al-Cu, com destaque para a liga Al-4,5%Cu utilizada neste trabalho.

Pode-se observar que, após a solidificação em equilíbrio, ligas Al-Cu hipoeutéticas apresentam a fase primária Al- α , com solubilidade máxima de 5,7wt%Cu à temperatura de 820K (574°C) e a fase secundária eutética (Al- α + CuAl₂). À esta temperatura o líquido com composição 33,2% transforma-se na fase eutética Al + CuAl₂. A fase CuAl₂, usualmente designada θ , é formada diretamente do líquido e apresenta 53,3wt%Cu à temperatura de 820K (574°C), e com uma faixa limitante de existência entre 52,5 e 53,9%Cu. (MONDOLFO, L.F. 1976).

Na Figura 3.2. é apresentada a microestrutura típica da liga Al-4,5%Cu em estado bruto de fusão, onde se nota a presença da fase Al- α com morfologia dendrítica decorrente dos elevados níveis de microsegregação do elemento Cu durante solidificação. Contornos dendríticos são preenchidos com a fase θ precipitada no resfriamento do sólido, por saturação de Cu na fase primária α e também por alguma fase eutética formada nos estágios finais da solidificação fora de equilíbrio.

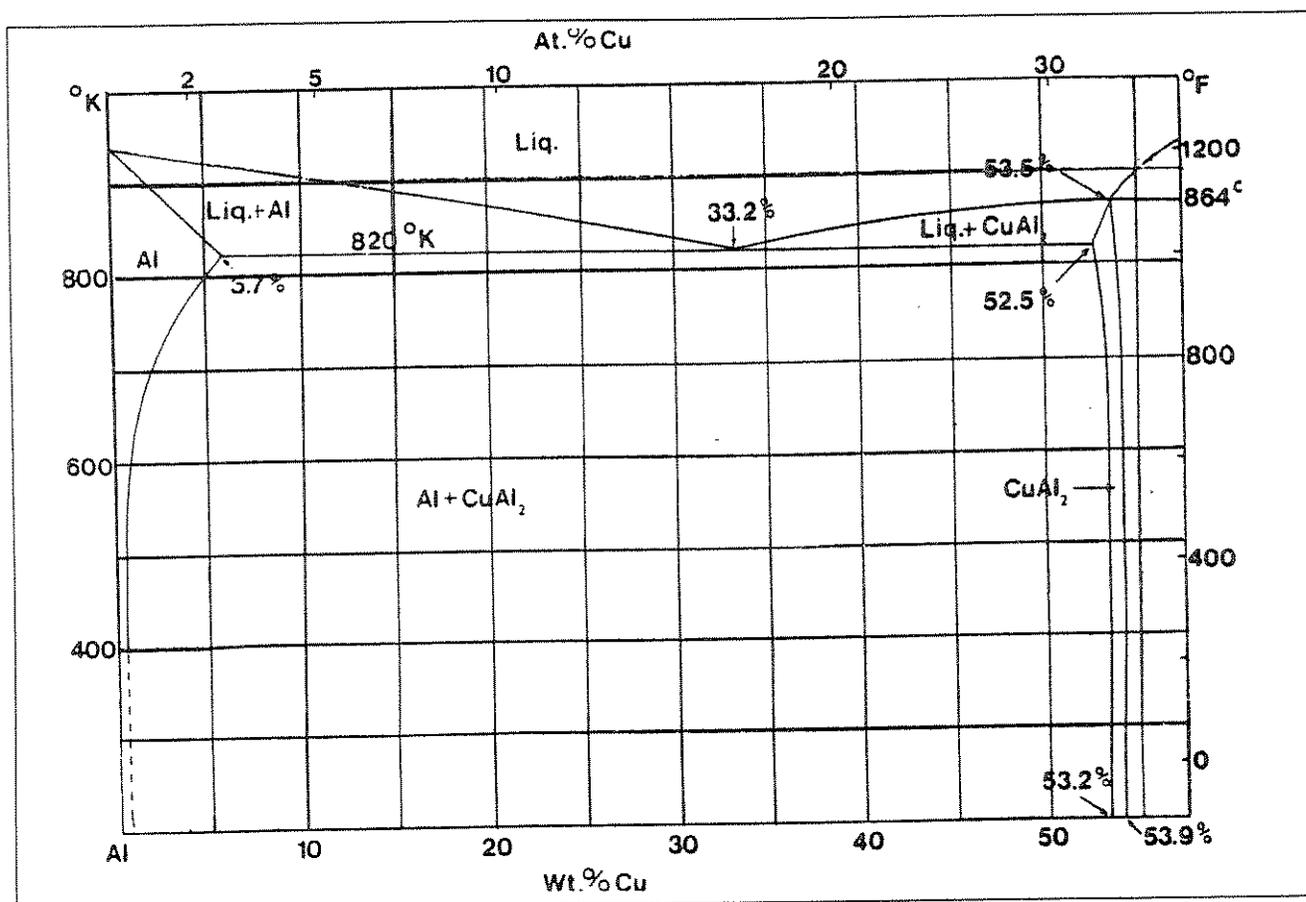


Figura 3.1 - Diagrama de fases da liga Al-Cu. MONDOLFO, L.F.; 1976.

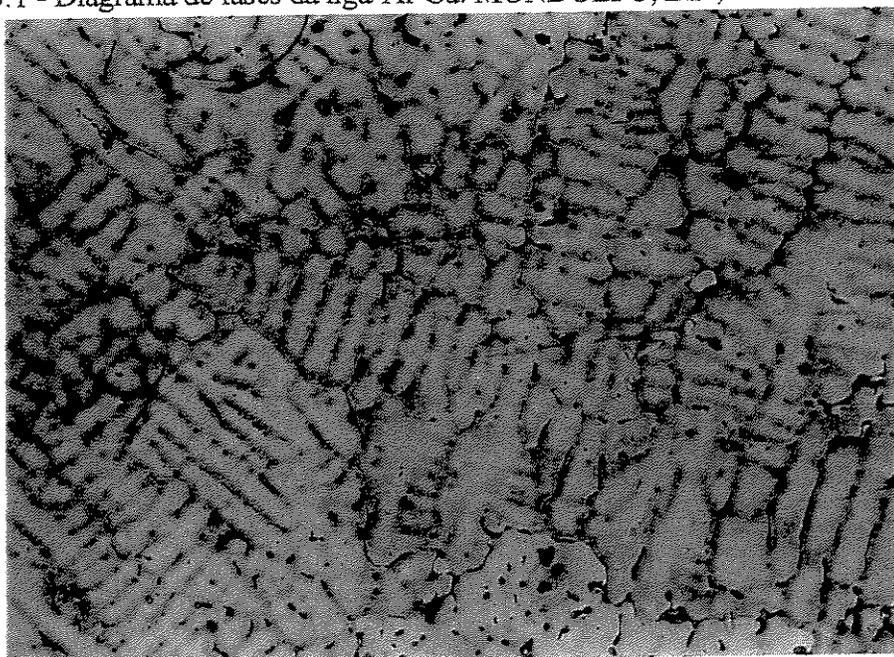


Figura 3.2 - Microestrutura típica da liga Al-4,5% no estado fundido (estrutura dendrítica)

3.1.2. Composição química

A liga utilizada nos experimentos deste trabalho apresenta a composição química, analisada através do método de espectrometria ótica, mostrada na Tabela 3.1.:

Tabela 3.1 - Composição química da liga utilizada no trabalho

| Elemento | Teor (% peso) |
|----------|---------------|
| Cobre | 4,55 |
| Silício | 0,20 |
| Magnésio | 0,00 |
| Ferro | 0,60 |
| Manganês | 0,00 |
| Zinco | 0,01 |
| Níquel | 0,05 |
| Titânio | 0,03 |
| Chumbo | 0,02 |
| Cromo | - |

3.1.3. Caracterização do intervalo de solidificação

A determinação do intervalo de solidificação para conhecimento das temperaturas *sólidas* e *líquidas* faz-se necessária para a correta definição de parâmetros de reofundição.

ZOQUI, E.J.; 1995, obteve para a liga em estudo as curvas de resfriamento simples ($T \times t$) durante a sua solidificação e curvas de liberação de energia durante aquecimento e resfriamento por análise térmica diferencial (ATD). Para a curva de resfriamento a temperatura *líquida* foi estimada em $637 \pm 2^\circ\text{C}$ e a temperatura *sólida* em $617 \pm 2^\circ\text{C}$, com um intervalo de solidificação de 20°C .

Na curva de análise térmica diferencial (ATD), obtida para uma maior precisão e confiabilidade dos resultados, representada na Figura 3.3., os picos indicativos de elevada absorção ou liberação de calor indicam as temperaturas de início e final da transformação de estado. A temperatura *liquidus* equivale à $638 \pm 2^\circ\text{C}$ e a temperatura *sólidus* equivale à $617 \pm 2^\circ\text{C}$, que resulta num intervalo de solidificação de $21 \pm 2^\circ\text{C}$, suficiente para a manipulação dos parâmetros operacionais no processo de reofundição.

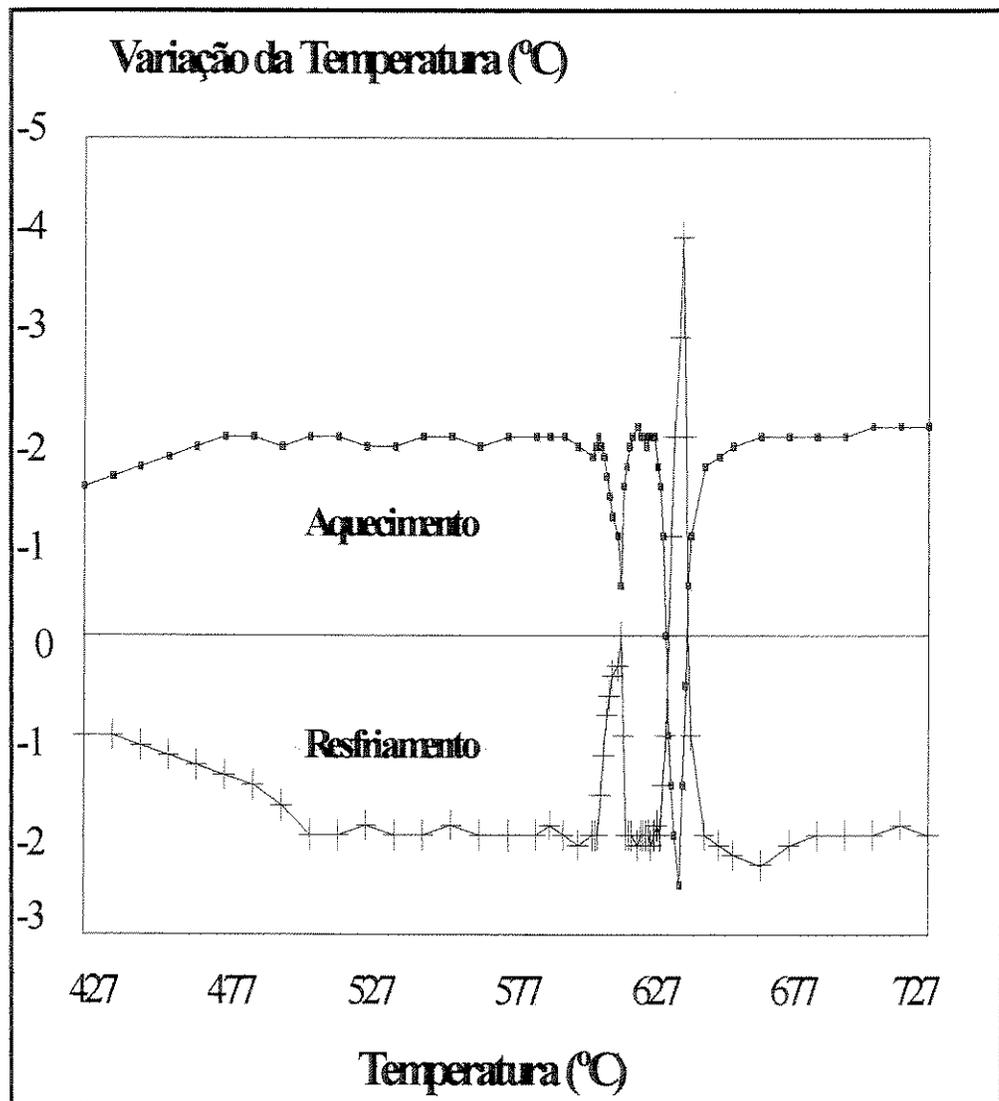


Figura 3.3 - Curvas da análise térmica diferencial da liga Al-4,5wt%Cu. ZOQUI, E.J.; 1995.

3.2. Processos de reofundição utilizados

Foram utilizados neste trabalho dois diferentes processos para obtenção de estruturas reofundidas. São eles:

A) Reofundição por Agitação Mecânica (RAM) - Consiste na promoção de agitação vigorosa do metal durante determinados estágios (entre a linha *liquidus* e a *sólidus*) do seu processo de solidificação.

O processo de modificação estrutural envolvendo agitação vigorosa do metal durante a solidificação utilizado no presente trabalho consiste de um processo de agitação mecânica utilizando reator com propulsor tipo pá simples.

Esta agitação pode ser promovida desde uma temperatura acima da linha *liquidus* até uma temperatura definida (T_1), quando então o processo é interrompido e o metal sob agitação é submetido ao vazamento (segundo esquema apresentado na Figura 3.4a), ou então, o líquido é resfriado sob agitação até a temperatura definida (T_1) e mantido durante um determinado período de tempo a esta temperatura, em seguida é vazado (segundo esquema apresentado na Figura 3.4b). Temos assim, no primeiro caso, o processo de agitação contínua e no segundo caso, agitação contínua + agitação isotérmica. Em ambos os casos a pasta é resfriada rapidamente a partir da temperatura T_1 , para o “congelamento” da estrutura e sua análise à temperatura ambiente.

Os parâmetros de controle nestes processos são a velocidade de agitação, taxa de resfriamento, para o primeiro caso, e velocidade, tempo de agitação, taxa de resfriamento para o segundo caso. A temperatura final de agitação e vazamento do material deve definir a fração sólida presente na pasta produzida.

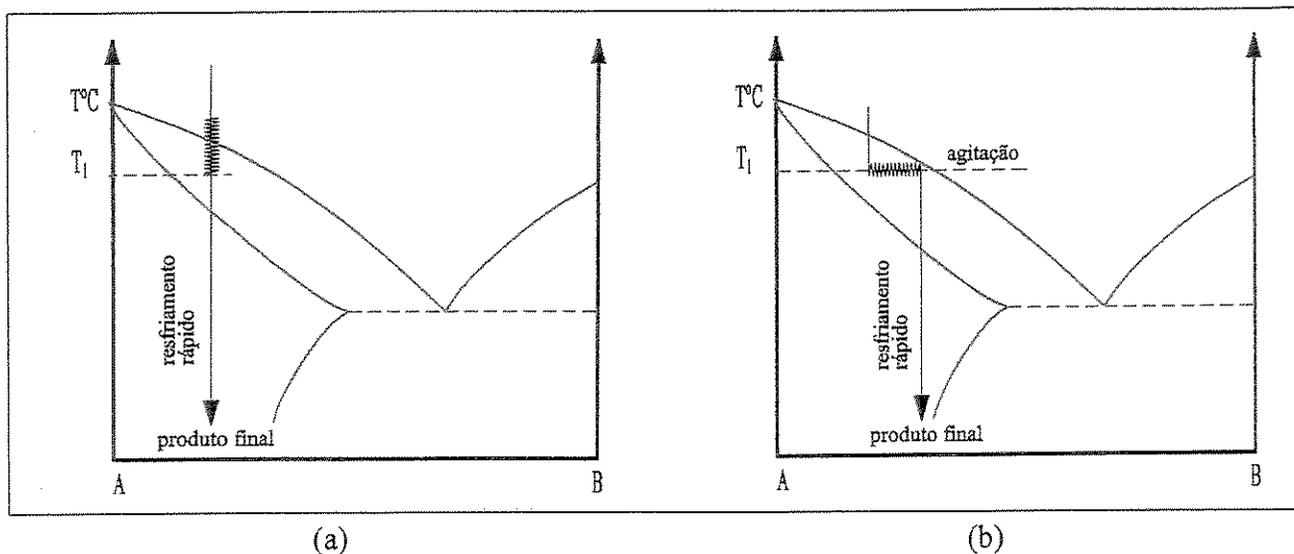


Figura 3.4 – Esquema representativo dos processos de reofundição por: (a) agitação contínua, (b) agitação isotérmica.

B) Reofundição por Tratamento Térmico (FPC)- Consiste de tratamento térmico de estruturas dendríticas, deformadas ou super-envelhecidas à temperaturas superiores à *sólidus*, para fusão das fases secundárias e globularização da fase primária.

Neste trabalho foi utilizado o processo de FPC de estruturas dendríticas, com dois diferentes tamanhos de grãos iniciais: dendrítica grosseira e dendrítica refinada. Os parâmetros de controle do processo de fusão parcial controlada de estruturas dendríticas são o tamanho de grão inicial do material, o tempo de tratamento, a temperatura de tratamento que naturalmente define a fração sólida da pasta reofundida produzida.

3.3. Obtenção de matéria-prima para reofundição

No trabalho, portanto, são analisados dois diferentes processos, agitação mecânica (RAM) e fusão parcial controlada (FPC), na obtenção de estruturas refundidas os quais utilizam matéria-prima em diferentes condições iniciais.

Para o processo de agitação mecânica foi utilizado como matéria prima o material líquido, obtido a partir da fusão da liga como recebida (tarugos).

Como matéria-prima para a produção de refundidos envolvendo tratamentos térmicos (FPC), foram especialmente fundidos lingotes em diferentes condições, de modo a produzir estruturas com dois diferentes tamanhos de grãos na condição bruta de fusão. Para tanto, a liga recebida foi refundida em forno elétrico de resistência, em cadinho de carboneto de silício revestido com alumina e vazada à temperatura de 750°C em lingoteira cilíndrica de aço aquecida à 150°C e revestida internamente com alumina, para obtenção de grãos grosseiros.

Para obtenção de matéria-prima com grãos finos foi produzido lingote a partir da fusão da liga e adição, previamente ao vazamento, do inoculante Al-3%Ti-1%B, para um teor de 0,02% em peso de Ti no banho, à temperatura de 730°C. A liga foi posteriormente vazada à temperatura de 720°C em lingoteira de aço revestida internamente com alumina, à temperatura ambiente.

Após a solidificação os dois diferentes tipos de lingote, com e sem a adição de refinadores, foram seccionados longitudinalmente e submetidos a análise macro e microestrutural, segundo indicado em item posterior.

3.4. Procedimento experimental para a obtenção de estruturas refundidas

3.4.1. Obtenção de estruturas refundidas por agitação mecânica (RAM)

Para obtenção de estruturas refundidas por agitação mecânica foi utilizado equipamento apropriado, do tipo reator para re fundição com propulsor tipo pá (FOGAGNOLO, J. B., 1996), apresentado na Figura 3.5.

O equipamento utilizado é constituído de cadinho com capacidade de 400 gramas de alumínio; sistema de controle de temperatura suficiente para manter as temperaturas predeterminadas com oscilações menores que 5°C na câmara aquecida eletricamente; câmara de resfriamento com alimentação de água para a troca de calor com o lingote após o final da agitação mecânica; propulsor tipo pá fabricada de aço inoxidável, para a agitação do metal contido no cadinho durante a solidificação. O equipamento possui motor com velocidade controlável ligado ao eixo do propulsor para a sua movimentação.

A parte central e principal constituinte do equipamento é um forno com aquecimento resistivo onde é posicionado o cadinho, no qual é contido o metal líquido e promovida a sua agitação para a obtenção de pastas re fundidas. O cadinho tem a sua parede interna com ângulo de conicidade de 1,5 grau, facilitando assim a saída do material nele processado. O cadinho tem basicamente duas posições: no interior da câmara do forno enquanto o material está em processamento e no interior da câmara de refrigeração, após completada a etapa de agitação da pasta, para o resfriamento final do lingote produzido. A temperatura do metal em processamento é monitorada através de termopar inserido no banho, enquanto a temperatura do forno é monitorada através de termopar posicionado na sua parede, próximo a elemento resistivo.

Nos experimentos com o processo de agitação contínua, inicialmente a liga Al-4,5wt%Cu foi fundida em forno elétrico tipo mufla, em cadinho de carboneto de silício revestido com alumina. À temperatura de 720°C, o metal foi transferido para o cadinho do equipamento, estando o mesmo à 630°C. A agitação deu-se início quando o metal atingiu a temperatura de 650°C e foi mantida até o líquido atingir a temperatura de 630°C, quando então foi interrompida a agitação e a pasta foi rapidamente resfriada em água. Para tanto, a pá de agitação foi retirada da pasta, assim como o termopar de monitoramento, o cadinho foi movimentado para a posição no interior da

câmara de refrigeração e a água acionada. O tempo total de agitação foi da ordem de 15 min, portanto a taxa de resfriamento foi da ordem de $0,7^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

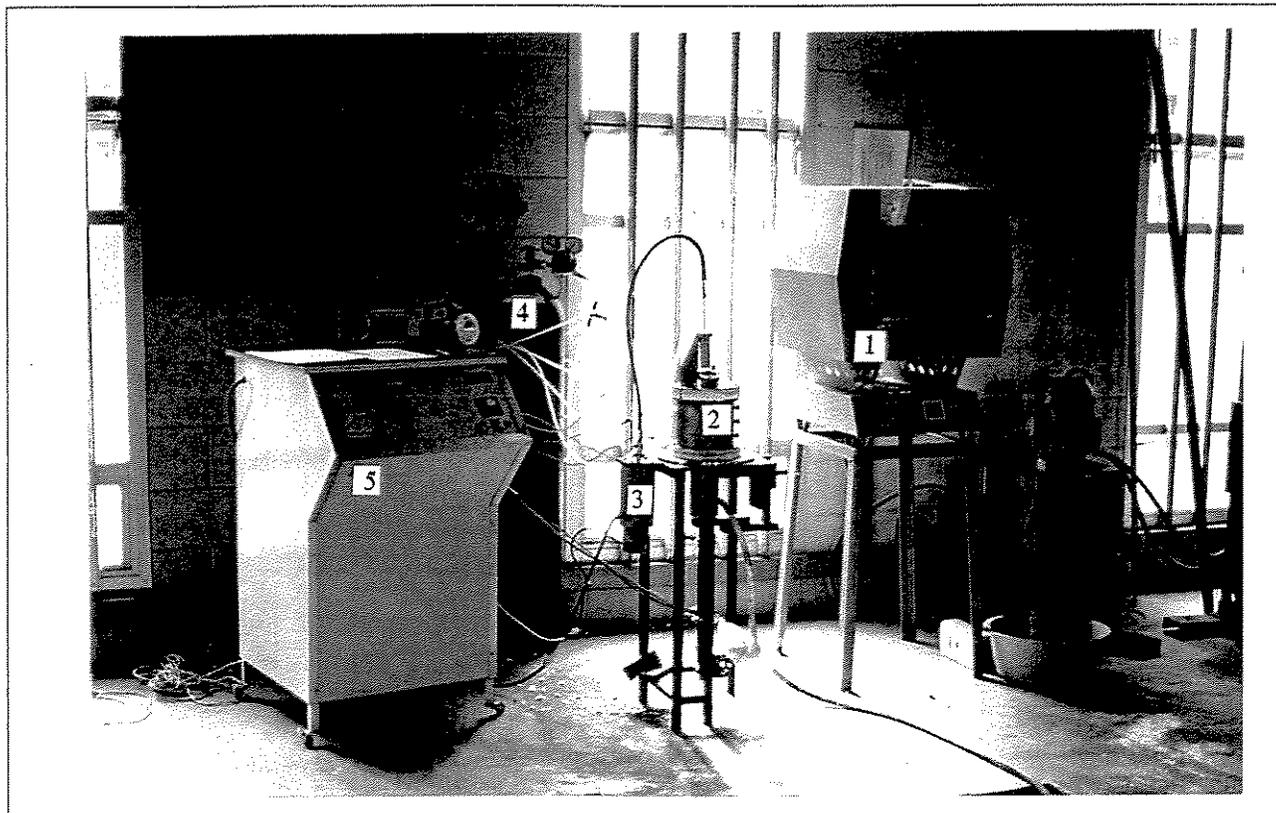


Figura 3.5 - Fotografia mostrando o equipamento geral de reofundição utilizado nos experimentos com agitação mecânica: (1)forno; (2)agitador; (3)câmara de refrigeração; (4)argônio; (5)módulo de controle (v,T). FOGAGNOLO, J. B., 1996.

Nos experimentos utilizando agitação contínua + isotérmica o procedimento foi o mesmo, acrescentando um tempo pré-determinado (5 ou 15 min) de agitação à temperatura de 630°C , após o qual o material foi resfriado. Em todos os experimentos foi utilizado argônio para proteção do banho.

A Tabela 3.2. apresenta as condições de processamento utilizadas nos testes para a produção de pastas reofundidas por agitação mecânica. Foram, portanto, variados os parâmetros:

tipo de agitação (contínua e contínua + isotérmica), velocidade de agitação (1000 e 1500rpm) e tempo total de agitação para o processo isotérmico (20 e 30 min). Foram realizados 2 ensaios em cada condição, para garantir a repetibilidade dos resultados.

Tabela 3.2 – Condições de processamento para a obtenção de estruturas reofundidas por agitação mecânica (RAM).

| Processo | Temperatura (°C) | Velocidade do Propulsor (rpm) | Tempo de Agitação (min) |
|---|------------------|-------------------------------|-------------------------|
| Agitação Contínua | 630 | 1000 | 15 |
| Agitação Contínua | 630 | 1500 | 15 |
| Agitação Contínua + Agitação Isotérmica | 630 | 1000 | 15 + 5 |
| Agitação Contínua + Agitação Isotérmica | 630 | 1000 | 15 + 15 |
| Agitação Contínua + Agitação Isotérmica | 630 | 1500 | 15 + 5 |
| Agitação Contínua + Agitação Isotérmica | 630 | 1500 | 15 + 15 |

Os lingotes reofundidos, de dimensões 70mm de altura e diâmetro de 50mm foram seccionados para preparo metalográfico para análise macro e microestrutural, segundo indicado em item posterior.

3.4.2. Obtenção de estrutura reofundidas por fusão parcial controlada (FPC)

Os lingotes, ou seja, a matéria-prima produzida com estrutura dendrítica grosseira e com estrutura dendrítica refinada, foram seccionados em pequenas amostras de seção quadrada (1 cm de lado) de aproximadamente 1 cm³ e submetidas a tratamentos térmicos à temperaturas

superiores à *sólidus*. Foi utilizado forno elétrico resistivo, com as temperaturas da câmara do forno e da amostra monitoradas durante todo o experimento.

Para o monitoramento da temperatura da amostra foi inserido termopar no seu interior, através de um pequeno furo. A contagem do tempo de tratamento se deu a partir do ponto em que a amostra atingiu a temperatura definida de tratamento; após o período pré-estabelecido do tratamento isotérmico as amostras foram retiradas rapidamente do forno e resfriadas em água.

Na Tabela 3.3 estão representadas as condições de processamento (temperatura/tempo) utilizadas nos ensaios de reofundição por FPC. Foram variados os parâmetros: tamanho de grão da matéria-prima (grosseiro e refinado); temperatura de tratamento (620 e 630°C) e tempo de tratamento (5 e 15min após atingida a temperatura de tratamento). As temperaturas de tratamento de 620 e 630°C para reofundição, correspondem a fração sólida da ordem de 55% e 35% segundo equação de Scheil, dada por:

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

- Onde:
- T_F = temperatura de fusão do metal puro
 - T_L = temperatura de fusão da liga
 - T = temperatura correspondente a fração sólida
 - K = coeficiente de partição

Tabela 3.3 – Condições de processamento para obtenção de estruturas reofundidas por fusão parcial controlada (FPC).

| Condição da matéria-prima | Temperatura de tratamento (°C) | Tempo de tratamento (min) |
|----------------------------------|---------------------------------------|----------------------------------|
| Dendrítica Grosseira | 620 | 5 |
| Dendrítica Grosseira | 620 | 15 |
| Dendrítica Refinada | 620 | 5 |
| Dendrítica Refinada | 620 | 15 |
| Dendrítica Grosseira | 630 | 5 |
| Dendrítica Grosseira | 630 | 15 |
| Dendrítica Refinada | 630 | 5 |
| Dendrítica Refinada | 630 | 15 |

Foram executadas 04 amostras em cada condição de processamento para garantia da reprodutibilidade dos resultados.

3.5. Preparo de amostras para metalografia

A matéria prima para obtenção de reofundidos através de fusão parcial controlada, com e sem a adição de refino de grão, os reofundidos obtidos após tratamento térmico (FPC) e aqueles obtidos através do processo de agitação mecânica (RAM), foram todos submetidos à análise macro e microestrutural.

3.5.1. Análises macroestruturais

Para observação e análise da macroestrutura, os lingotes (matéria-prima) utilizados nos ensaios de reofundição por FPC foram seccionados longitudinalmente, assim como os lingotes obtidos após a agitação mecânica (produto final reofundido).

Em seguida foram lixados com lixas de carboneto de silício (220, 320, 400 e 600), entre as trocas de lixas lavadas com água e sabão. Na última etapa do lixamento (600) foram atacadas com reagente (15ml HF; 4,5ml HNO₃; 9ml HCl e 275,5ml H₂O).

No caso dos lingotes fundidos sem ação de refinadores a serem utilizados nos ensaios de reofundição por FPC, foi observada heterogeneidade estrutural, com dois tipos de zonas presentes, conforme esquema representativo na Figura 3.6. Neste caso somente a parte central do lingote contendo zona equiaxial foi utilizada para a confecção de corpos de provas para os ensaios de reofundição.

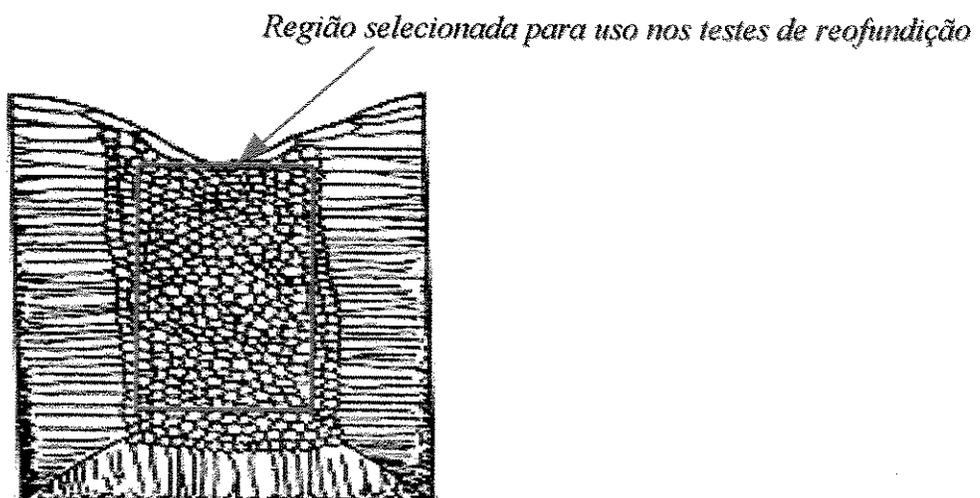


Figura 3.6 – Esquema representativo da região selecionada para a retirada das amostras para análises e para posteriores testes de reofundição por FPC, a partir de lingote fundido sem adição de refinador de grão.

3.5.2. Análises microestruturais

Para a análise da microestrutura (na matéria prima fundida, com diferentes tamanhos de grão, utilizada no processo de FPC, nas amostras refundidas obtidas através de FPC e nos lingotes refundidos obtidos através de processo envolvendo agitação do líquido durante o seu processo de solidificação), as amostras foram lixadas com lixas de carboneto de silício (220, 320, 400, 600, 1000 e 1200 mesh), sendo lavadas com água e sabão entre lixamentos. Posteriormente foram polidas em feltro, sendo usados abrasivos de diâmetros de $6\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ e $1\mu\text{m}$. Entre os estágios de polimento as amostras foram lavadas com água e sabão e secadas usando-se álcool e ar quente. Na última etapa deste processo de preparação de amostra para análise microestrutural, as mesmas foram submetidas a um polimento final usando sílica coloidal, conferindo assim um melhor acabamento no polimento e posteriormente atacadas com reativo 0,5%HF por 10 segundos.

As amostras foram então observadas e fotografadas em microscópio ótico modelo Versamet-2 Union.

3.5.3. Análises quantitativas

Em todas as microestruturas observadas (matéria-prima, refundidos pelos dois diferentes processos) foram feitas análises quantitativas de:

- Diâmetro médio de grãos (na matéria prima)
- Espaçamento interdendrítico (na matéria-prima)
- Perfil de distribuição do Cu (na matéria-prima e refundidos obtidos)
- Dimensão média dos glóbulos (nos refundidos)
- Fator de forma (nos refundidos)

Para as análises quantitativas de tamanho de grão e de glóbulos e ainda fator de forma, foi utilizado sistema de análise de imagens acoplado ao microscópio ótico modelo Versamet-2 Union, utilizando-se no mínimo dez campos diferentes em cada amostra. O tamanho de grão ou de glóbulo foi medido através do método de interseção com segmentos de 100mm e contagem de no mínimo 22 pontos por segmento; o software dedicado calcula ao final a media para os valores encontrados.

O fator de forma utilizado para caracterizar a geometria do glóbulo na pasta reofundida é dado pela raiz quadrada da relação entre a área da seção analisada e a área do maior círculo a ela circunscrita. Assim, valores de fatores de forma próximos à unidade indicam morfologia circular; uma estrutura convencional, com ramo primário alongado com comprimento de cerca de 3X o comprimento dos ramos secundários apresenta fator de forma da ordem de 30.

Para a contagem do espaçamento interdendrítico secundário médio foi também utilizado analisador de imagens acoplado ao microscópio ótico onde a contagem foi realizada manualmente, com mínimo de dez campos para cada amostra.

Quanto ao perfil de distribuição de Cu foi utilizado microscopia eletrônica de varredura nas estruturas obtidas nas diferentes condições de processamento. Para isto foram escolhidos 11 pontos de uma linha reta, distantes 10 μ m um do outro. No caso de estruturas reofundidas a reta foi traçada de modo a cruzar 2 glóbulos adjacentes, onde o ponto central (P6) coincide exatamente com contorno do glóbulo, e a distância entre pontos escolhida fornece uma varredura aproximada entre os centros dos dois glóbulos adjacentes, conforme indicado na Figura 3.7. Para as análises foi utilizado microscópio eletrônico modelo S440 – LEO.

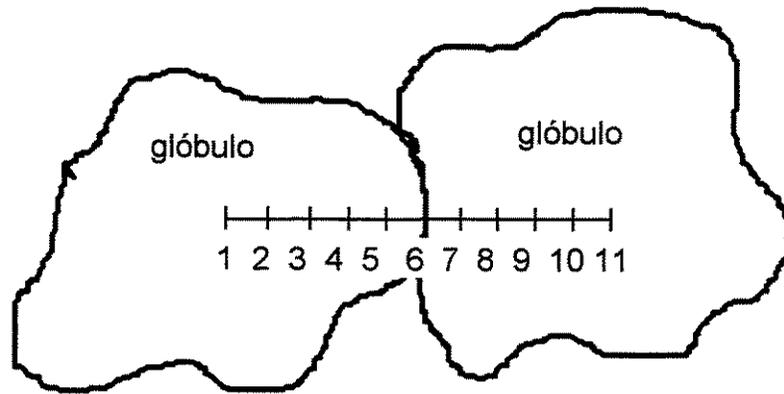


Figura 3.7 – Esquema representativo dos pontos de microanálises nas estruturas reofundidas.

No caso de estruturas dendríticas para a determinação do perfil de distribuição do Cobre, a varredura partiu da região central de uma dendrita para a o centro de outra, de modo que também o ponto central coincidissem com a região de separação entre as duas dendritas fornecendo uma varredura entre os centros de estruturas dendríticas adjacentes.

A partir dos resultados obtidos para o perfil de distribuição do Cu foi calculado o Índice de Microsegregação (I_s) na fase primária dado por:

$$I_s = \frac{C_M}{C_m}$$

onde: C_M - concentração máxima de soluto

C_m - concentração mínima de soluto

Capítulo 4

Resultados e Discussões

Neste capítulo são apresentados primeiramente os resultados obtidos no preparo dos dois diferentes tipos de matéria-prima, refinada e grosseira, submetidas aos experimentos de reofundição por fusão parcial controlada. Em seguida são apresentados e analisados os resultados obtidos na produção de estruturas reofundidas pelos processos de agitação mecânica (agitação contínua e agitação contínua + isotérmica) e posteriormente os resultados dos reofundidos obtidos através do processo de tratamento térmico (fusão parcial controlada de estruturas dendríticas refinadas e grosseiras). Ao final do capítulo é apresentada uma avaliação comparativa através das análises das microestruturas obtidas e do tamanho médio de glóbulo ou grão, índice de microsegregação e fator de forma, dos dois tipos de processos (RAM e FPC) estudados.

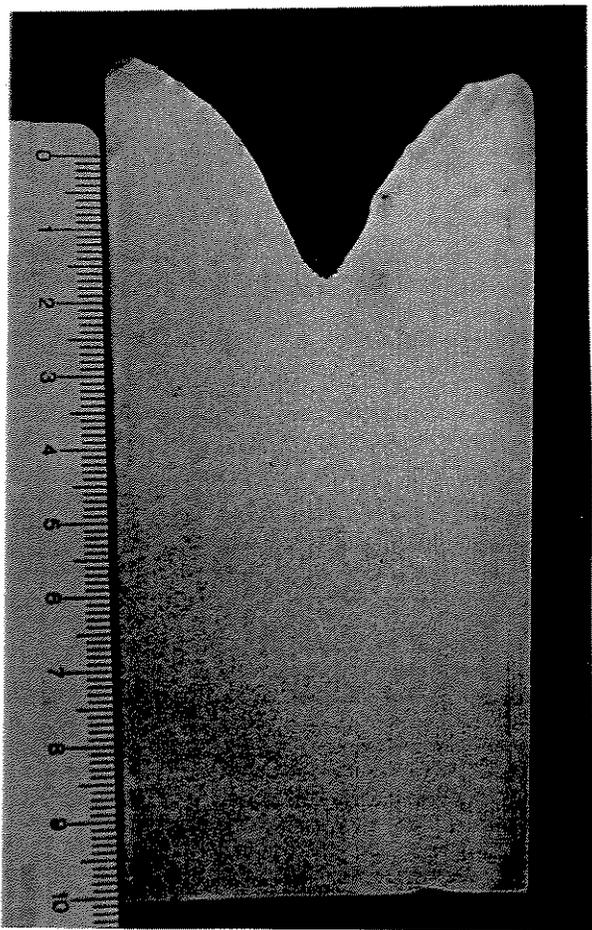
4.1. Matéria-prima

Como indicado no Capítulo 3, foram produzidos lingotes em duas diferentes condições de solidificação, para a obtenção de dois diferentes tamanhos de grãos para utilização como matéria-prima na produção de reofundidos por FPC.

As seções longitudinais dos lingotes produzidos são apresentadas da Figura 4.1(a) e (b). Pode-se facilmente observar na macroestrutura da Figura 4.1(a), a presença de grãos equiaxiais finos em toda a extensão do lingote submetido a ação do refinador Al-3%Ti-1%B; enquanto que a

a estrutura solidificada em molde aquecido, sem a adição do refinador apresenta grãos colunares na periferia e grãos equiaxiais grosseiros no centro do lingote, como observado na Figura 4.1(b).

Tomando o cuidado de se utilizar matéria-prima com estrutura homogênea, foi empregada somente a região equiaxial central para a retirada de amostras para reofundição, no caso de lingotes com heterogeneidade estrutural como apresentado na Figura 4.1(b).



(a)



(b)

Figura 4.1 - Macroestruturas das seções longitudinais dos lingotes (matéria-prima para FPC) obtidos por solidificação: (a) com adição de refinador; (b) sem adição de refinador, molde aquecido.

Quanto às microestruturas dos lingotes produzidos, os resultados são apresentados na Figura 4.2. As distintas condições de solidificação permitiram a obtenção de microestruturas bastante diferenciadas: a adição do refinador promoveu a formação de dendritas equiaxiais ou rosetas, conforme mostrado na Figura 4.2(a), enquanto que o lingote produzido sem a adição de refinador e vazado em molde aquecido, apresenta estrutura dendrítica bem desenvolvida, com dendritas alongadas, conforme pode-se observar na Figura 4.2(b). Em ambas, é claramente visível a microsegregação do Cu, com sua crescente concentração do centro para a periferia dos braços dendríticos. A fase eutética apresenta-se como uma rede de veios contínuos ou interrompidos, nos contornos da fase primária.

A Figura 4.3 apresenta o perfil de distribuição do Cu nos dois tipos de estruturas, segundo resultados de microanálises efetuadas. Pode-se observar valores de teores de Cu no interior da fase Al- α variando de cerca de 2% no centro da dendrita a cerca de 4% na sua periferia nos dois casos, com tendência à menores valores de Cu em solução para a estrutura refinada. Contornos dendríticos apresentaram valores de 33%Cu, correspondente à fase eutética.

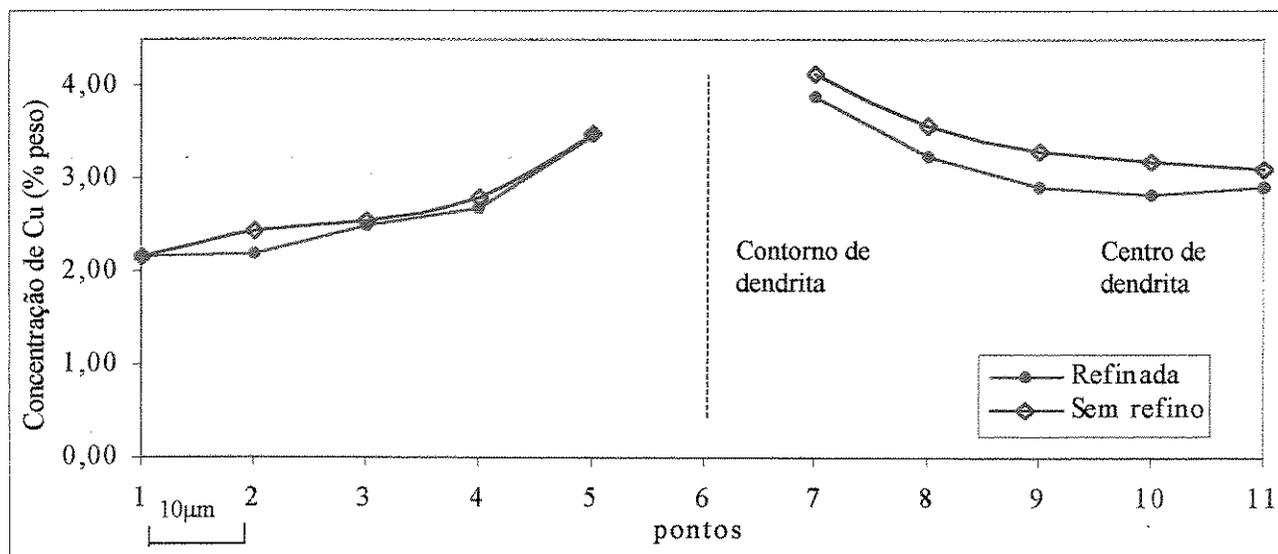
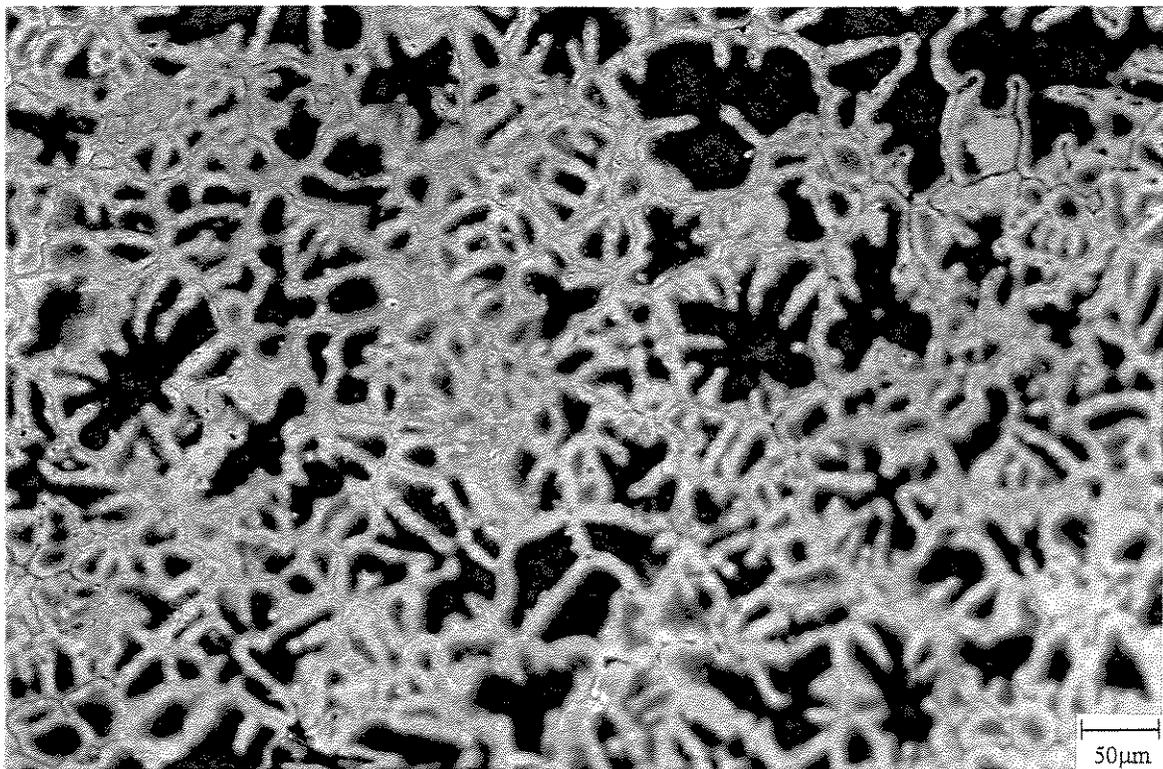
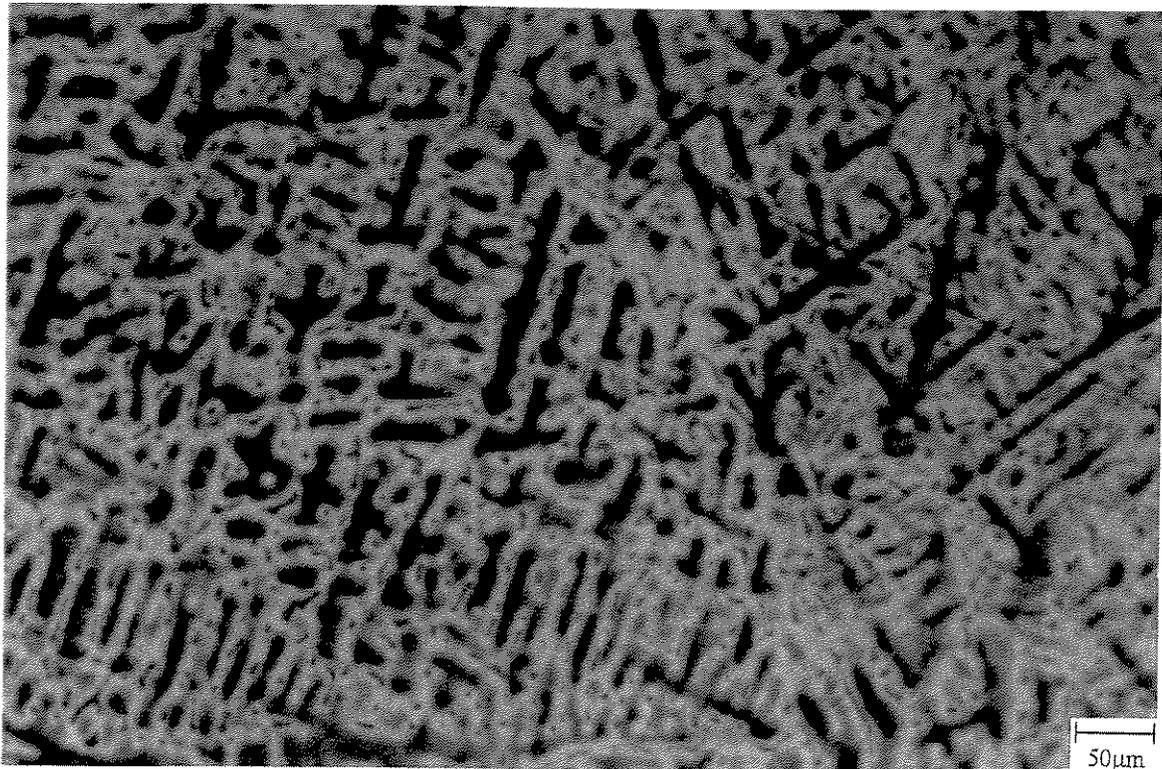


Figura 4.3 - Perfil de distribuição de Cu na fase primária das matérias-primas, refinada e sem refino, produzidas para experimentos de reofundição por FPC.



(a)



(b)

Figura 4.2 - Microestruturas das matérias-primas produzidas para utilização nos testes de reofundição por FPC: (a) refinada; (b) sem refino.

Para sua completa caracterização e posterior comparação com refundidos obtidos por fusão parcial controlada de diferentes tipos de matéria-prima, as microestruturas destes lingotes foram avaliadas quanto ao tamanho médio de grãos (ϕ_g), espaçamento interdendrítico secundário (λ), fator de forma (F_f) e índice de microsegregação (I_s). Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Resultados de análises quantitativas da matéria-prima produzida para utilização nos testes de re fundição por FPC.

| Condições da matéria-prima | ϕ_g (μm) | λ (μm) | F_f | I_s |
|----------------------------|----------------------------|-----------------------------|----------------|-----------------|
| Refinada | 606 \pm 2 | 13,9 \pm 3 | 1,43 \pm 0,1 | 1,77 \pm 0,05 |
| Sem refino | 1878 \pm 11 | 17,2 \pm 4 | 32 \pm 5 | 1,93 \pm 0,06 |

Pode-se observar significativa diferença entre as duas estruturas produzidas com relação ao tamanho médio de grãos, conforme observado qualitativamente nas macrografias. Quanto ao espaçamento interdendrítico secundário, os valores obtidos não apresentam distinção marcante entre os dois tipos de microestruturas, indicando tempos locais de solidificação semelhantes, mas a eficiência do agente refinador como nucleante resultou em distintas morfologias de dendritas equiaxial na estrutura refinada e alongada na grosseira, o que pode ter grande influência no processo de re fundição.

Quanto ao fator de forma, o elevado valor obtido para a estrutura não refinada reflete sua morfologia dendrítica alongada, enquanto o reduzido valor da estrutura refinada reflete a morfologia esferoidizada da fase primária.

Quanto ao índice de microsegregação (I_s), verifica-se que os valores encontrados refletem uma melhor, embora não tão significativa, distribuição do Cu na estrutura refinada.

4.2. Refundidos obtidos por agitação mecânica

4.2.1. Refundidos obtidos por agitação durante resfriamento contínuo

Para a obtenção de pastas refundidas através do processo de agitação mecânica durante resfriamento contínuo do líquido durante solidificação até a temperatura de 630°C, foram utilizadas neste estudo duas velocidades de agitação, 1000rpm e 1500rpm. Nas duas condições de processamento a temperatura do metal foi monitorada durante todo o processamento da reofundição, objetivando o conhecimento da história térmica do banho.

A Figura 4.4 apresenta uma curva característica da variação da temperatura do metal com o tempo de processamento para a reofundição por agitação contínua.

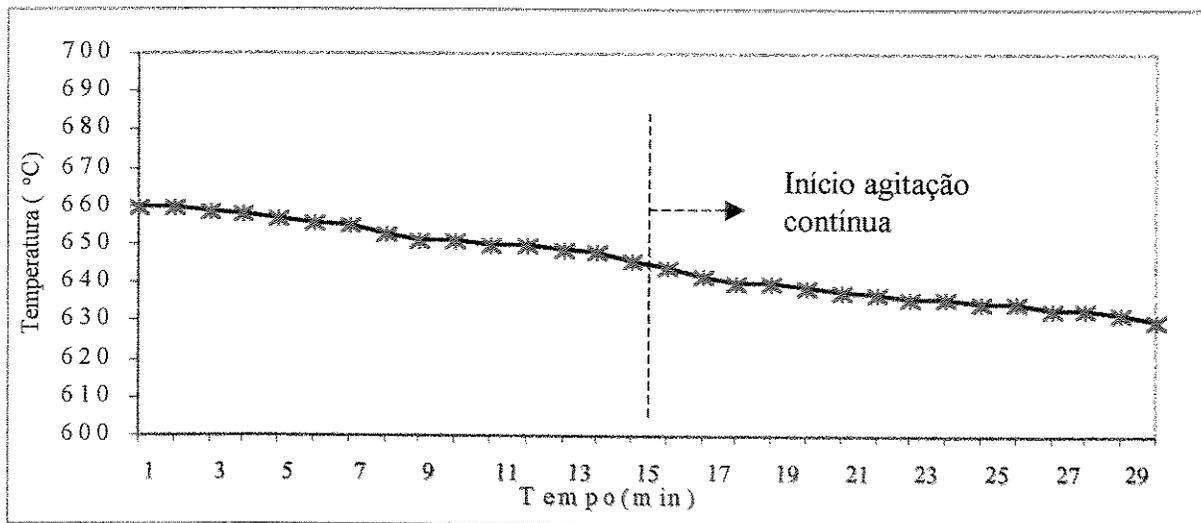


Figura 4.4 - Curva característica temperatura x tempo no metal durante reofundição por agitação durante resfriamento contínuo. (Velocidade de agitação: 1000 rpm)

A agitação do metal é iniciada quando o mesmo atinge a temperatura de 650°C, e continua até a temperatura final de 630°C. A agitação é então interrompida e a pasta metálica submetida a resfriamento rápido em água. O tempo total de agitação é da ordem de 15 min. Pode-se observar uma variação aproximadamente linear da temperatura durante a agitação, a uma taxa de resfriamento da ordem de 1 - 1,2°C/min.

Os lingotes assim produzidos são apresentados na Figura 4.5.

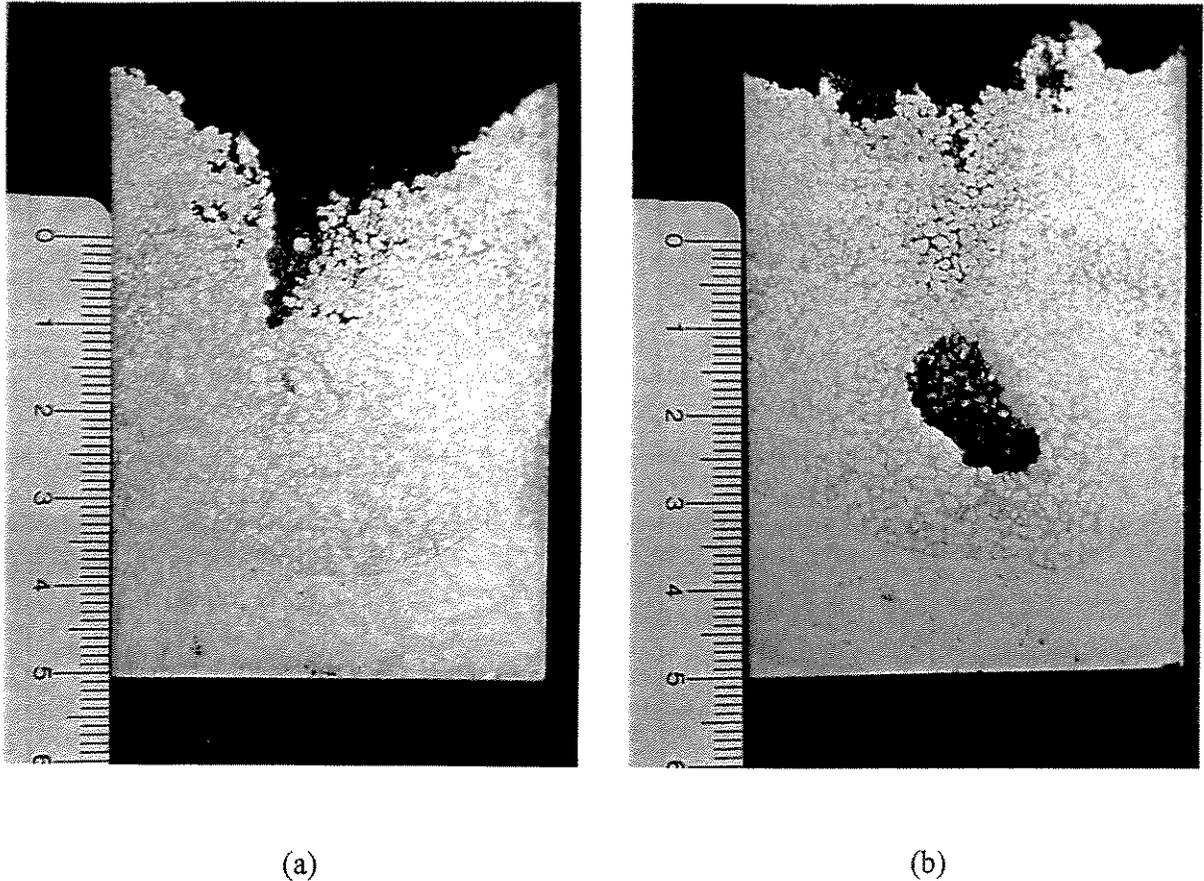


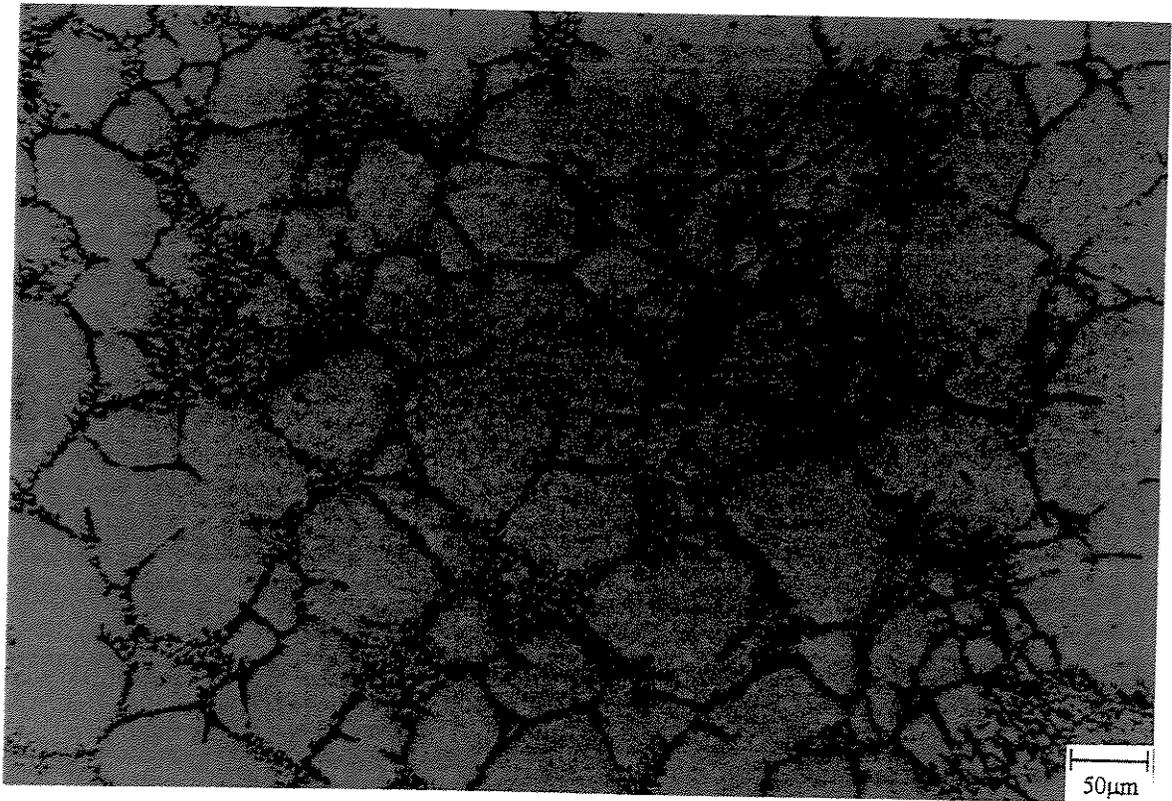
Figura 4.5 - Macrografias dos lingotes refundidos obtidos por processo de agitação com resfriamento contínuo até 630°C com as seguintes velocidades: (a)1000rpm, (b)1500rpm.

Pode-se observar o efeito da presença da pá na região central dos lingotes, provocando uma região de falha de material no local que a mesma ocupara. Ao ser retirada a pá, uma certa quantidade de material é carregada devido à elevada viscosidade da pasta refundida ao ser cessado o movimento de rotação, ocasionando com isto a presença dos vazios observados. A macroestrutura revela uma visível heterogeneidade nos lingotes obtidos nas duas velocidades de agitação; distintas zonas estruturais são observadas no topo e na base dos lingotes.

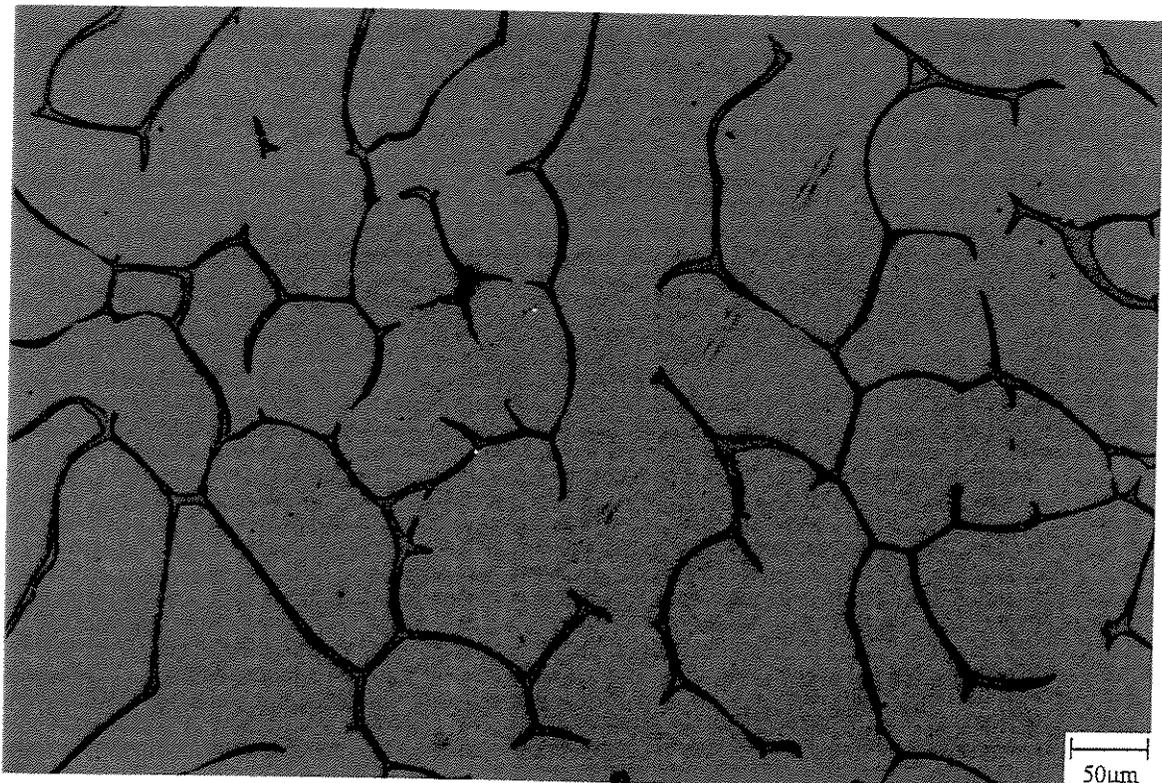
As diferentes zonas estruturais presentes nos lingotes podem ser observadas nas microestruturas apresentadas na Figura 4.6. Pode-se notar na região do topo do lingote, Figura 4.6 (a), a presença de uma estrutura composta de fase primária Al- α globularizada com alguma formação dendrítica entre regiões globulares. Na base do lingote, Figura 4.6 (b), a região interglobular é ocupada apenas pela fase eutética.

As distintas zonas estruturais observadas (topo e base dos lingotes) são provavelmente devidas à não uniformidade do movimento gerado no interior do metal pelo método de agitação empregado, significando não uniformidade da fração sólido/líquido em todo o volume de material durante o processo. Acrescentando a possibilidade de separação do sólido e do líquido devido à diferença de suas densidades, pode-se explicar a maior presença de líquido no topo do lingote (resultando na fase dendrítica observada, formada durante a solidificação rápida quando do resfriamento da pasta). A decantação das partículas sólidas da fase primária da pasta reofundida resultando em menor fração líquida na base de lingotes reofundidos por RAM foi também observada por FOGAGNOLO, J.B.; 1996, ao estudar a reofundição de ligas Al-Zn.

O aumento da velocidade de agitação não parece alterar a possibilidade de separação do sólido e líquido da pasta reofundida: o mesmo efeito é observado nos lingotes produzidos nas duas diferentes velocidades de agitação. Assim, neste trabalho foram tomadas para análise somente as regiões superiores dos lingotes, consideradas mais representativas da estrutura reofundida produzida.



(a)



(b)

Figura 4.6 - Microestruturas dos refundidos obtidos por agitação com resfriamento contínuo para a velocidade de 1000rpm: (a) região superior do lingote; (b) região inferior do lingote.

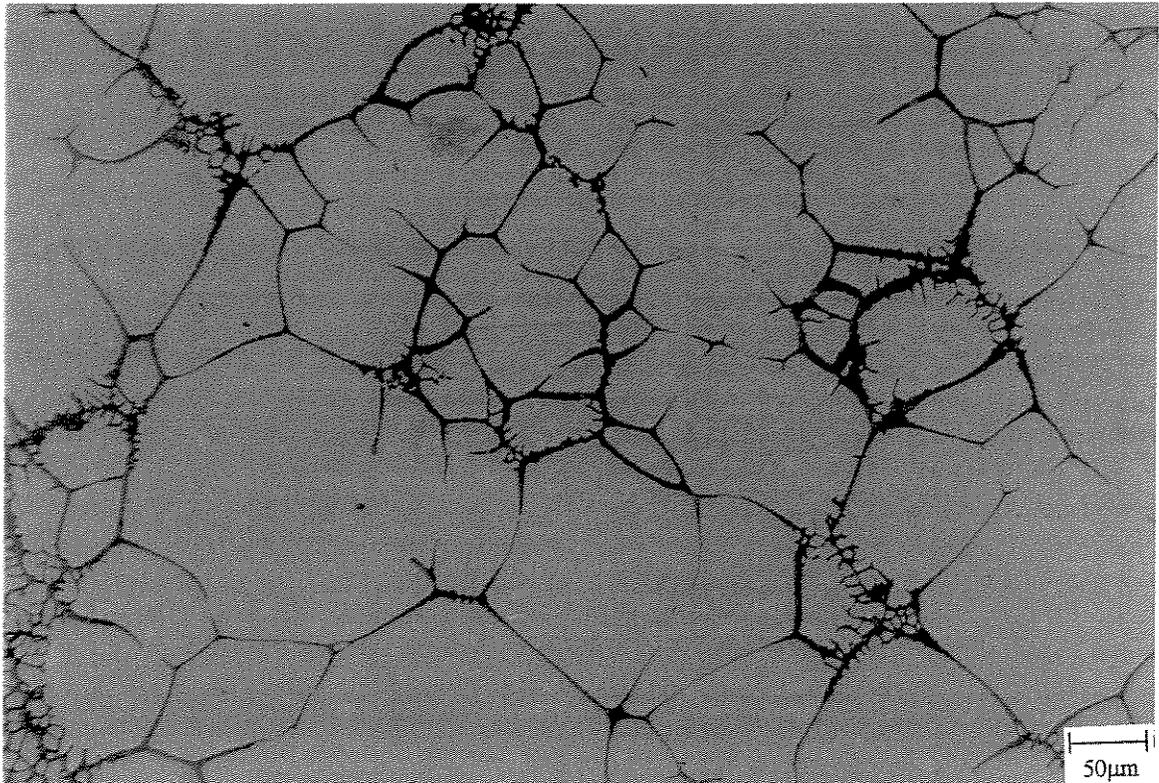


Figura 4.7 - Microestrutura dos refundidos obtidos por agitação com resfriamento contínuo para a velocidade de 1500rpm.

Na Figura 4.7 é apresentada a microestrutura obtida por processamento RAM com a maior velocidade de agitação. Pode-se observar a morfologia globular da fase primária e a presença de alguma fase dendrítica nas regiões interglóbulos. Os glóbulos da fase primária são de maiores dimensões que os obtidos com a menor velocidade de agitação. Estes resultados, opostos aos esperados, podem ser consequência do aumento da frequência de choques entre partículas sólidas, com o aumento da velocidade de agitação. Segundo SUKUMARAN, R.; 1998, durante agitação partículas que entram em contato podem permanecer juntas e coalescer, levando ao crescimento do sólido. O fenômeno é dependente do tempo de maneira não linear, segundo o autor, como comentado no Capítulo 2.

Não se observa em nenhum caso a presença de microsegregação no interior da fase primária. A Figura 4.8 apresenta o perfil de distribuição de Cu na fase primária dos refundidos obtidos nas duas condições de agitação testadas, segundo resultados de microanálises realizadas.

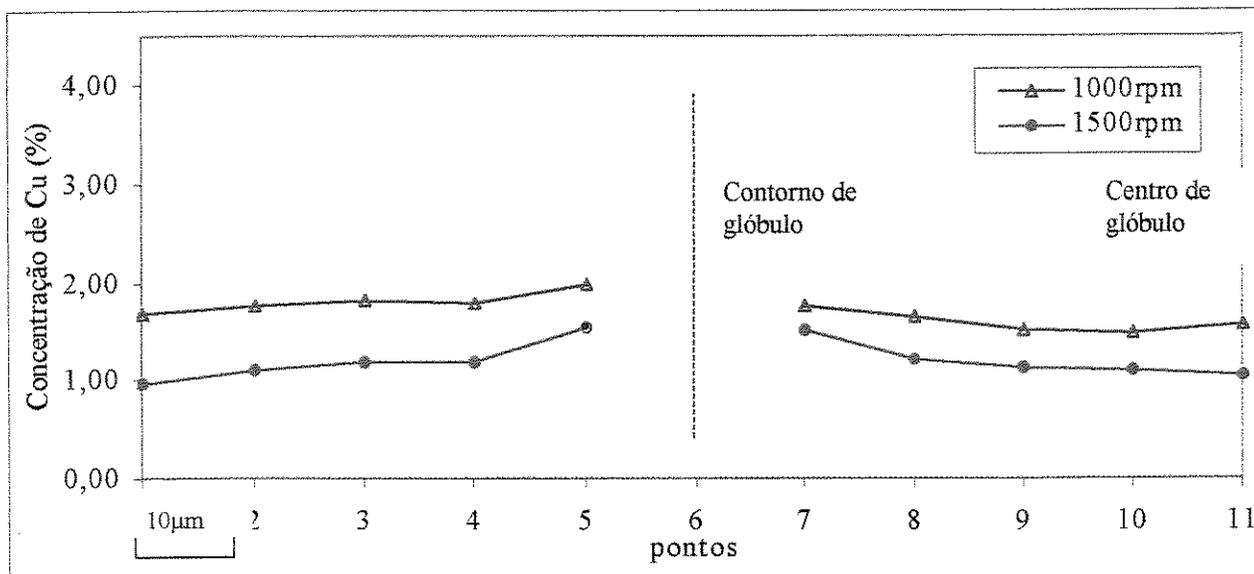


Figura 4.8 - Perfil de distribuição de Cu na fase primária do refundido obtido por processo de agitação com resfriamento contínuo nas velocidades de 1000 e 1500rpm

Pode-se observar, nos dois casos, uma reduzida variação de teor de Cu no interior da fase Al- α , além de valores médios inferiores quando comparados com estruturas dendríticas (comparar com perfil de distribuição do Cu na fase primária de fundidos, Figura 4.3). Neste caso, valores máximos em torno de 2%Cu e mínimos em torno de 1%Cu são obtidos. A solidificação sob agitação promove homogeneização do soluto sendo rejeitado durante crescimento do sólido, reduzindo o seu teor no sólido dele formado; assim, o aumento da velocidade de agitação leva à redução do teor médio de Cu na fase primária globular do pasta reofundida, conforme observado na Figura 4.8.

Para uma análise quantitativa de parâmetros estruturais dos lingotes processados por agitação contínua nas diferentes condições operacionais, foram realizadas medições do tamanho médio de glóbulos, fator de forma e índice de microsegregação (I_s), os quais são apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Resultados de análises quantitativas dos lingotes refundidos por processo de agitação durante resfriamento contínuo até a temperatura de 630°C nas velocidades de 1000 e 1500rpm.

| Velocidade de agitação | ϕ (μm) | F_f | \bar{I}_s |
|------------------------|--------------------------|----------------|-----------------|
| 1000rpm | 109 ± 7 | $1,57 \pm 0,1$ | $1,32 \pm 0,05$ |
| 1500rpm | 189 ± 5 | $1,91 \pm 0,3$ | $1,61 \pm 0,08$ |

Observando-se as duas condições de processamento, 1000rpm e 1500rpm, observa-se que o aumento da velocidade de agitação de 1000 para 1500rpm provoca o aumento no tamanho médio de glóbulo refundido, no fator de forma e no índice de microsegregação (embora o teor médio de Cu na fase primária seja menor na estrutura produzida com a mais alta velocidade de agitação).

O efeito do aumento da probabilidade de choques entre partículas sólidas na pasta refundida seguida de sua aglomeração, ocasionada pelo aumento da velocidade de agitação poderia resultar em maiores tamanhos de glóbulos como também nos maiores valores de F_f e I_s observados (incorporação de soluto de contornos coalescidos, por exemplo, poderiam aumentar o valor de I_s).

4.2.2. Agitação com resfriamento contínuo + agitação isotérmica

Nos experimentos de RAM envolvendo um período de agitação isotérmica na temperatura desejada, também foi monitorada a variação da temperatura do banho durante processamento. A curva temperatura x tempo característica obtida é apresentada na Figura 4.9. São indicados o início da agitação a 650°C, resfriamento contínuo até a temperatura de 630°C (tempo decorrido: cerca de 15 min), seguido de agitação isotérmica a esta temperatura por 15min adicionais. Os tempos totais de agitação foram, portanto, de 20 min (no caso de agitação isotérmica por 5min) e de 30min (para agitação isotérmica de 15min, caso da curva apresentada).

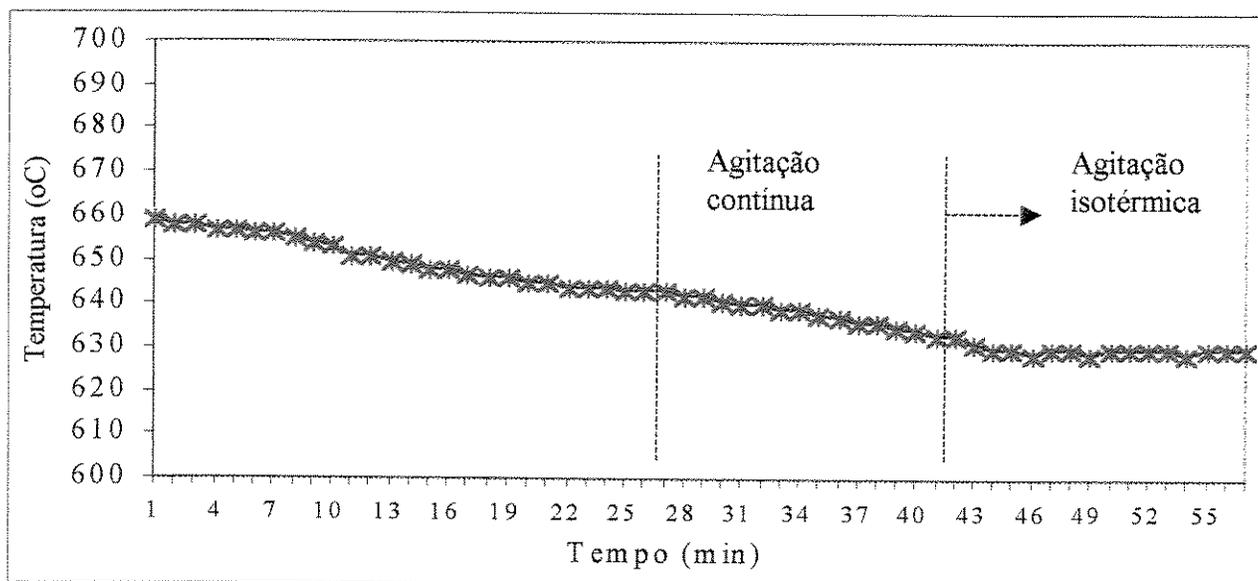


Figura 4.9 - Curva característica temperatura x tempo no metal durante re fundição por agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica. Velocidade de agitação: 1000 rpm

A Figura 4.10 mostra as macrografias dos lingotes produzidos por RAM, com velocidade de agitação de 1000rpm e tempos de agitação isotérmica de 5 e 15min. Pode-se observar novamente heterogeneidade estrutural, com duas distintas zonas, à semelhança do observado nos re fundidos produzidos por agitação durante resfriamento contínuo.

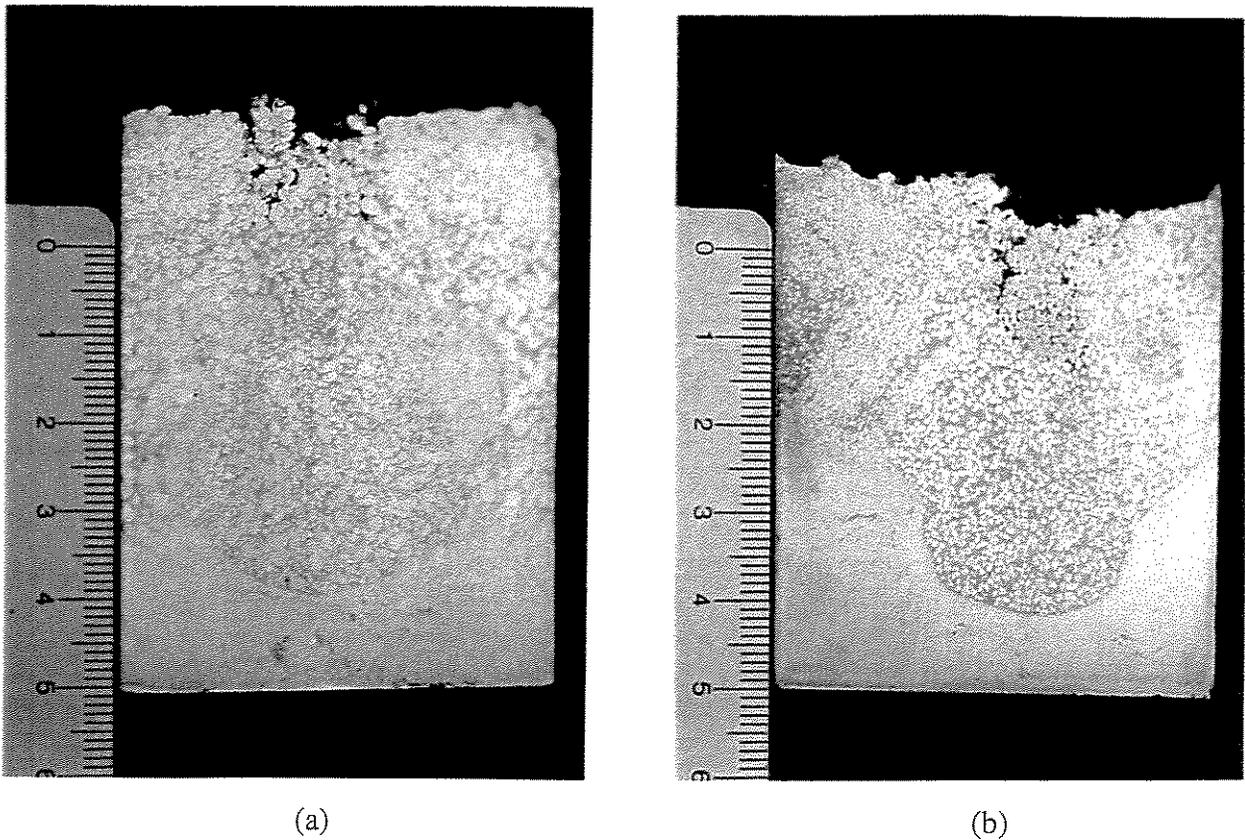
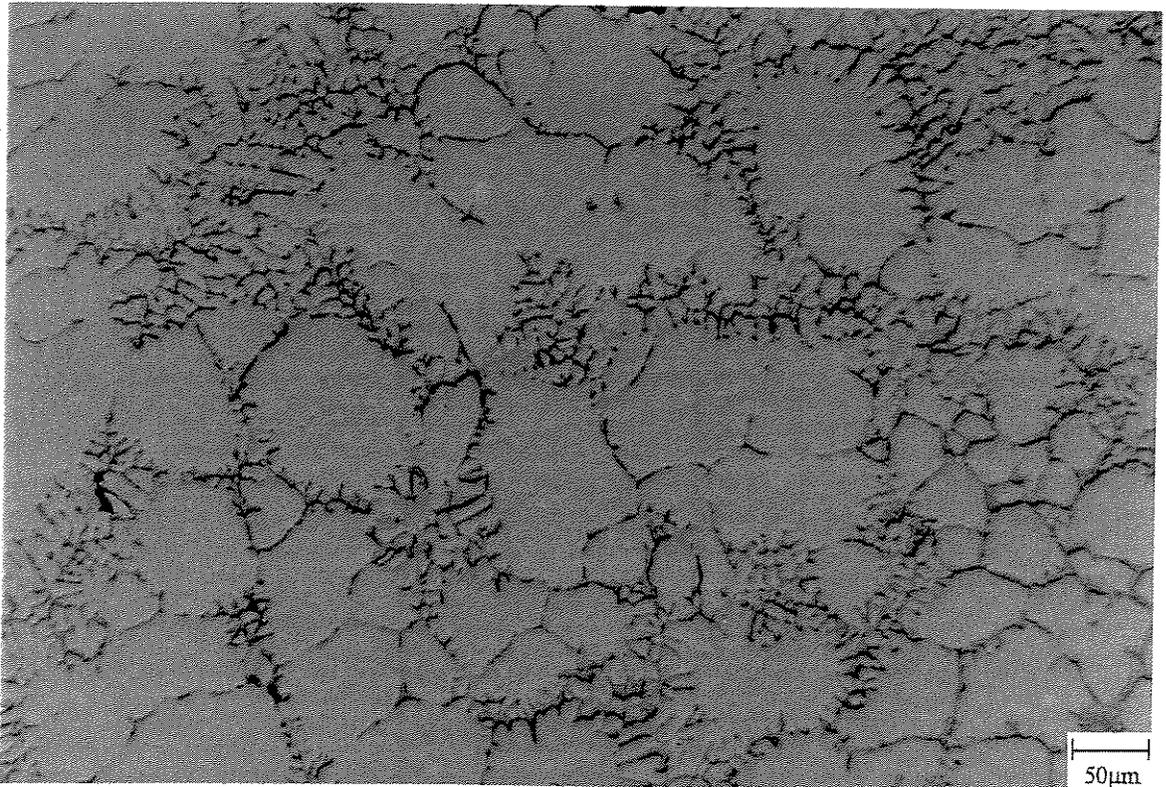


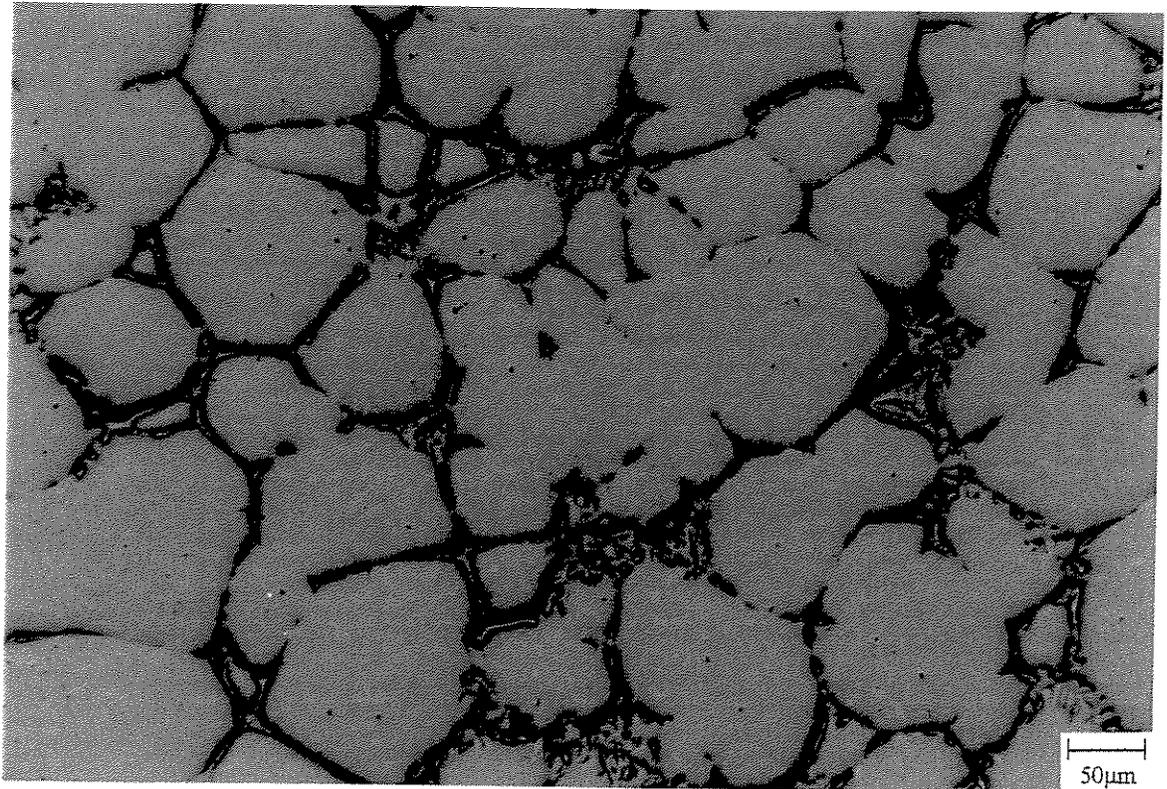
Figura 4.10 - Macrografias dos lingotes refundidos obtidos por processo de agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica a 630°C, por (a) 5min, (b) 15 min. Velocidade de agitação: 1000rpm.

Micrografias das regiões superiores dos lingotes são apresentadas na Figura 4.11. Pode-se verificar a formação de fase primária com morfologia globularizada para os dois tempos de agitação isotérmica empregados; regiões dendríticas interglobulares podem ser observadas, indicando elevado teor de líquido na pasta refundida.

O efeito do tempo de agitação pode ser notado: há aumento das dimensões médias dos glóbulos da fase primária com o aumento do tempo de agitação; pode-se observar a aglomeração de glóbulos com coalescência de seus contornos, o que leva ao aumento de suas dimensões.



(a)



(b)

Figura 4.11 - Microestruturas dos refundidos obtidos por agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica a 630°C, por: (a) 5 min; (b) 15 min. Veloc. de agitação: 1000rpm

As microestruturas não apresentam de maneira visível mesmo com o uso de ataque metalográfico especial, microsegregação na fase primária. O perfil de distribuição de Cu nesta fase é apresentado na Figura 4.12.

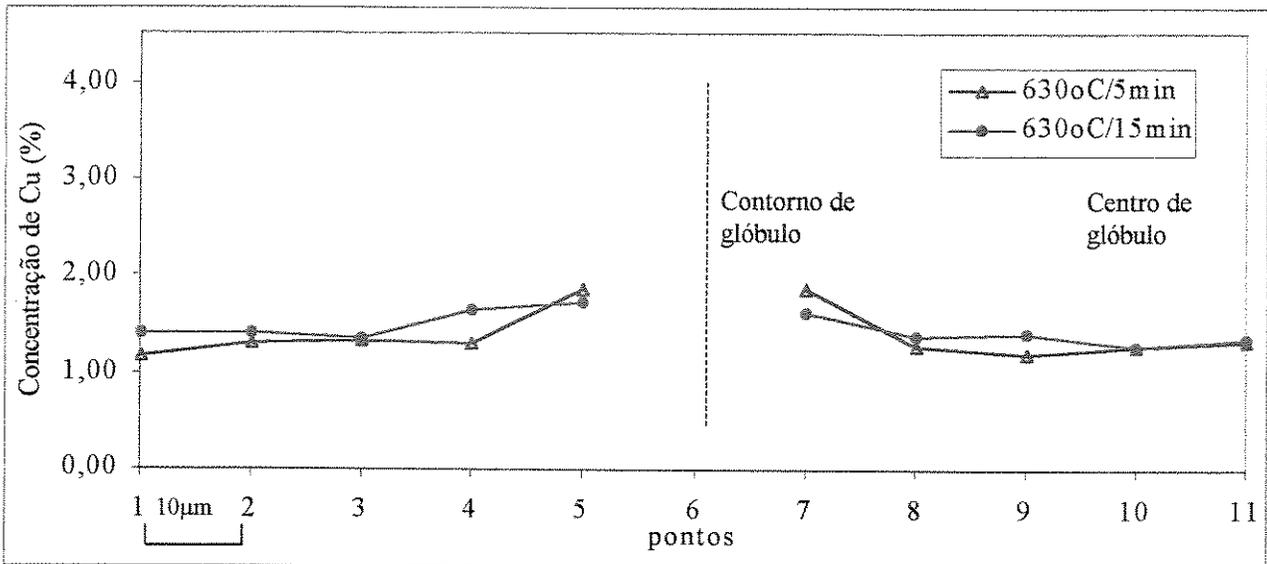


Figura 4.12 - Perfil de Cu na fase primária do refundido obtido por agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica a 630°C, por 5 e 15min. Veloc. de agitação: 1000rpm.

As curvas mostram um reduzido teor médio de Cu na fase primária em qualquer das condições, quando comparado com teores médios na fase primária de estrutura dendríticas convencionais; e semelhantes aos obtidos para as estruturas refundidas por agitação contínua sem adicional agitação isotérmica. O tempo de agitação não parece ter influência no I_s .

Dados quantitativos referentes às estruturas refundidas produzidas por RAM envolvendo agitação isotérmica adicional, com velocidade de agitação de 1000rpm, são apresentados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 - Resultados de análises quantitativas dos lingotes refundidos por processo envolvendo agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica em diferentes condições.

| Condições de re fundição | ϕ (μm) | F_f | I_s |
|--------------------------|--------------------------|----------------|-----------------|
| 1000rpm (630°C/5min) | 214 \pm 8 | 1,74 \pm 0,2 | 1,48 \pm 0,08 |
| 1000rpm (630°C/15min) | 152 \pm 11 | 1,82 \pm 0,3 | 1,26 \pm 0,06 |

Observa-se uma significativa redução do tamanho médio de glóbulos da fase primária com o aumento do tempo de agitação. O aumento do F_f com o aumento do tempo dá-se provavelmente por efeito de aglomeração, uma vez que a aglomeração pode descaracterizar a morfologia dos glóbulos.

Quanto ao índice de microsegregação (I_s), os resultados obtidos mostram que o aumento do tempo de agitação tende a reduzir o índice de microsegregação, provavelmente por aumentar o tempo disponível para homogeneização de gradientes na fase sólida.

Considerando ainda a obtenção de re fundidos por processo de agitação mecânica do líquido durante a sua solidificação, são apresentadas na Figura 4.13 as macroestruturas dos lingotes obtidos com agitação contínua + isotérmica à 630°C por 5 e 15min, para a velocidade de 1500rpm.

Pode-se observar nas Figuras 4.13 (a) e (b) as distintas zonas estruturais já observados nos lingotes produzidos nas condições anteriores, devidas à separação sólido/líquido na pasta durante processamento. Tal fenômeno talvez possa ser evitado com implementação de algumas melhorias no equipamento utilizado, como por exemplo a utilização de agitadores de outra concepção.

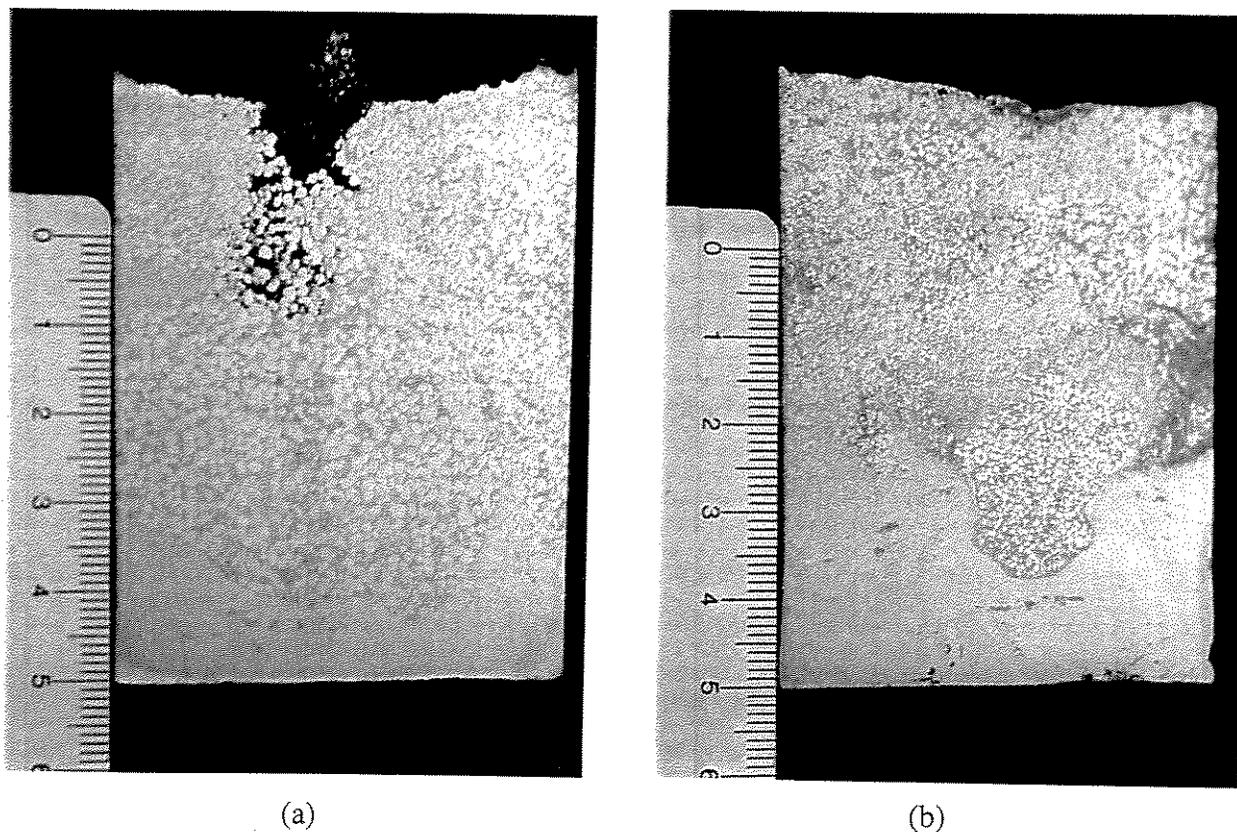
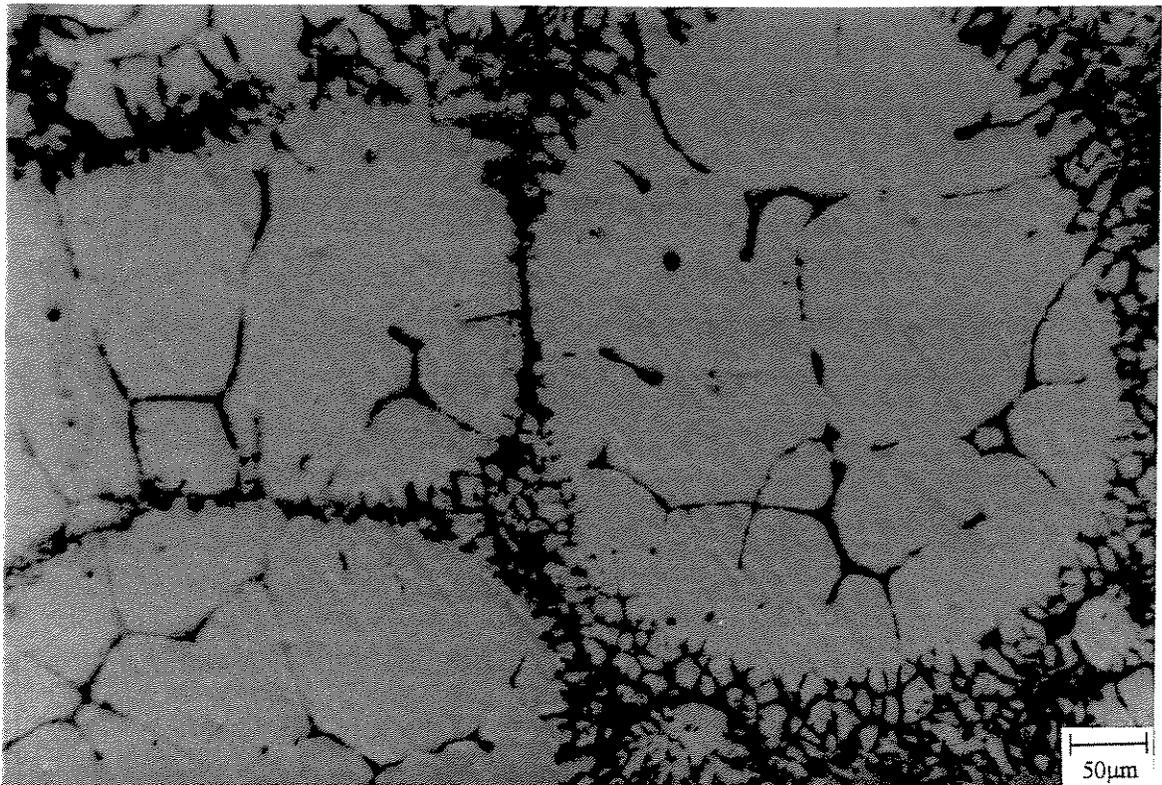


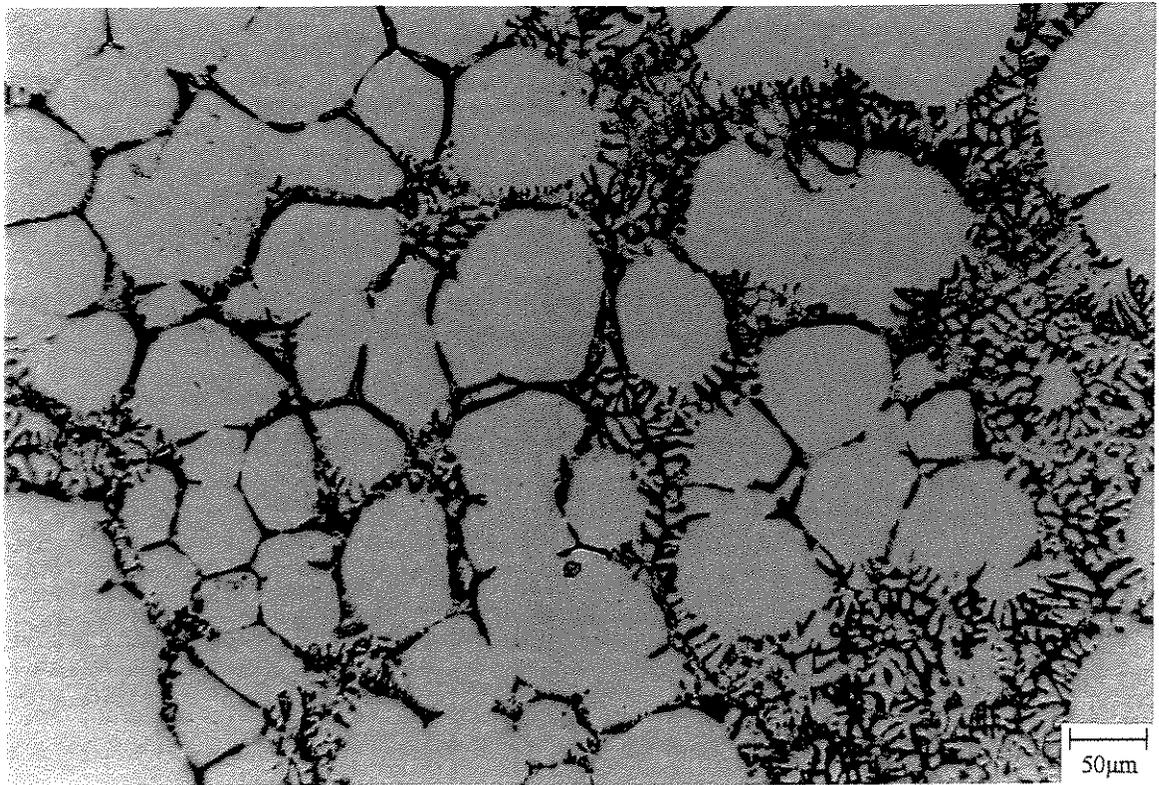
Figura 4.13 - Macrografias dos lingotes refundidos obtidos por processo agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica a 630°C , por: (a) 5min; (b) 15min. Velocidade de agitação: 1500 rpm

As microestruturas da região superior destes lingotes são apresentadas na Figura 4.14. Pode-se observar, para os dois tempos de agitação, a fase primária globularizada, envolta por fase dendrítica bem desenvolvida. O aumento da velocidade de agitação levou ao aumento das dimensões de glóbulos por clara aglomeração, podem ser vistos blocos contendo vários glóbulos. Esta aglomeração prejudica a distribuição da fase líquida na pasta, ocasionando altas frações locais, o que possibilita a formação de estruturas dendríticas no resfriamento final do refundido.

O aumento do tempo de agitação à esta alta velocidade parece promover a separação dos blocos aglomerados, resultando numa redução do tamanho médio de glóbulos. A aglomeração de glóbulos parece não se efetivar através de coalescência se mantida a elevada agitação por tempos da ordem de 15min.



(a)



(b)

Figura 4.14 - Microestruturas dos refundidos obtidos por agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica a 630°C, por: (a) 5 min; (b) 15 min. Veloc. de agitação: 1500rpm.

Quanto à microsegregação, o mesmo padrão de homogeneidade de cor é observado nas micrografias obtidas com ataque metalográfico específico para revelar gradientes de Cu, como observado nas estruturas refundidas apresentadas anteriormente.

A Figura 4.15 apresenta perfil de distribuição do Cu na fase primária dos refundidos produzidos por RAM sob agitação de 1500rpm. Pode-se observar resultados muito semelhantes aos obtidos para a o caso de agitação por 5 min.

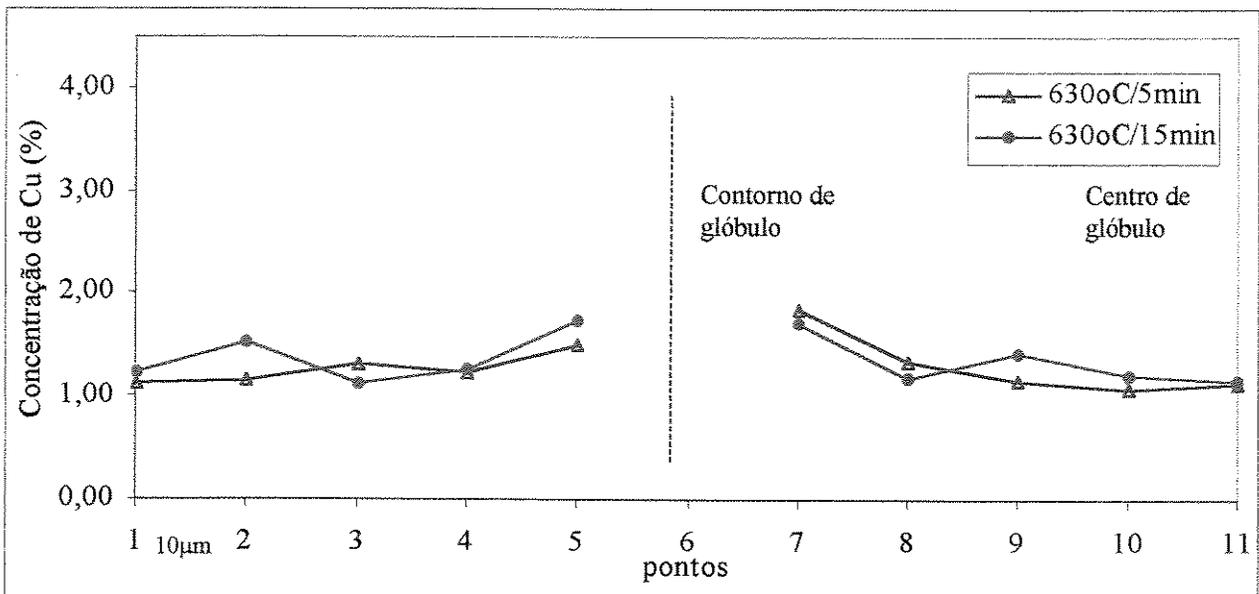


Figura 4.15 - Perfil de Cu na fase primária do refundido obtido por agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica a 630°C, por 5 e 15min. Veloc. de agitação: 1500rpm.

Resultados de análises quantitativas nas microestruturas obtidas por RAM utilizando agitação isotérmica por diferentes tempos, com velocidade de agitação de 1500rpm, são apresentados na Tabela 4.4.

Quanto ao diâmetro médio do glóbulo, os resultados apresentados mostram a redução do tamanho de glóbulos na estrutura da liga com o aumento do tempo de agitação à velocidade de 1500rpm, como observado nas microestruturas, seguido da redução do F_f e do I_s indicando a destruição de blocos de glóbulos formados com aumento do tempo de agitação.

Tabela 4.4 - Resultados de análises quantitativas dos lingotes refundidos obtidos por processo envolvendo agitação durante resfriamento contínuo seguido de agitação isotérmica, em diferentes condições

| Condições de Reofundição | ϕ (μm) | F_f | \bar{I}_s |
|--------------------------|--------------------------|----------------|-----------------|
| 1500rpm (630°C/5min) | 324 ± 5 | $1,92 \pm 0,2$ | $1,52 \pm 0,06$ |
| 1500rpm (630°C/15min) | 126 ± 4 | $1,87 \pm 0,3$ | $1,13 \pm 0,08$ |

Para o índice de microsegregação (I_s), o maior tempo de agitação leva à sua redução, à semelhança do que ocorre para a menor velocidade de agitação, indicando melhor homogeneização do Cu no interior da fase globular com o aumento do tempo de processamento.

4.2.3. Comparação entre os processos de reofundição por agitação mecânica

Os resultados gerais obtidos para os processos de agitação durante resfriamento contínuo e agitação durante resfriamento contínuo + agitação isotérmica, utilizados na obtenção dos refundidos, são apresentados numericamente na Tabela 4.5 e graficamente nas Figuras que se seguem.

Podem ser analisados os efeitos dos diferentes tipos de processos utilizados e de seus parâmetros de controle (tempo, temperatura e velocidade de agitação) na microestrutura dos refundidos produzidos.

⇒ Quanto ao tamanho médio de glóbulos – a Figura 4.16 mostra a variação do diâmetro médio de glóbulos no refundido obtido por agitação mecânica no líquido a 630°C por 0, 5 e 15 min, nas duas velocidades empregadas. Pode-se observar que o aumento do tempo de agitação produz inicialmente aumento do tamanho de glóbulos, seguido de seu decréscimo para tempos mais elevados. O mesmo efeito é obtido nas duas velocidades de agitação, sendo mais acentuado na maior velocidade.

Tabela 4.5 - Resultados dos reofundidos obtidos por agitação mecânica em todas as condições de processamento

| Nº | Processo | ϕ (μ m) | F_r | I_s |
|----|--|----------------------|----------|-----------|
| 1 | Agitação durante resfriamento contínuo - 1000rpm (630°C) | 109±7 | 1,57±0,1 | 1,32±0,05 |
| 2 | Agitação durante resfriamento contínuo - 1500rpm (630°C) | 189±5 | 1,91±0,3 | 1,61±0,08 |
| 3 | Agitação durante resfriamento contínuo + agitação isotérmica 1000rpm (630°C/5min) | 214±6 | 1,74±0,2 | 1,48±0,08 |
| 4 | Agitação durante resfriamento contínuo + agitação isotérmica 1000rpm (630°C/15min) | 152±4 | 1,82±0,3 | 1,26±0,06 |
| 5 | Agitação durante resfriamento contínuo + agitação isotérmica 1500rpm (630°C/5min) | 324±5 | 1,92±0,2 | 1,52±0,06 |
| 6 | Agitação durante resfriamento contínuo + agitação isotérmica 1500rpm (630°C/15min) | 126±4 | 1,87±0,3 | 1,13±0,08 |

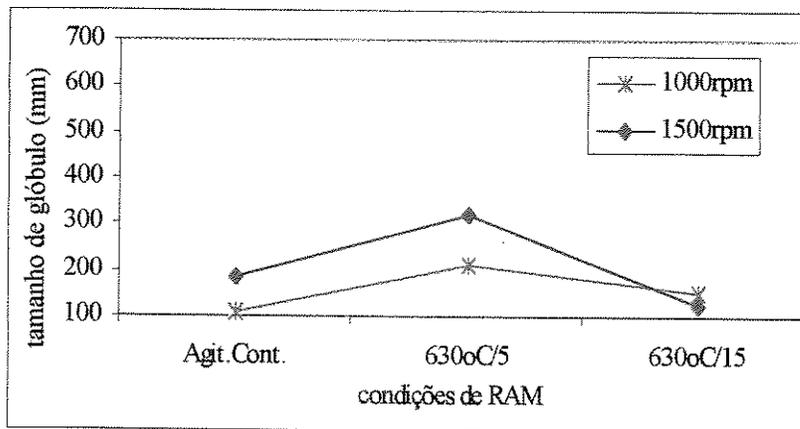


Figura 4.16 – Tamanho de glóbulo obtido para os diferentes processos de agitação mecânica (resfriamento contínuo, agitação isotérmica à 630°C nos tempos de 5 e 15 minutos)

PRASAD, P.R.; 1986 já observou que as partículas sólidas da pasta reofundida se mantêm em contato por longos períodos, favorecendo o aumento das suas dimensões mas o aumento da velocidade de agitação reduz o seu tempo de contato e apenas algumas partículas são eventualmente coalescidas. SUKUMARAN, K.; 1998 também já observou que o aumento do

tempo de agitação pode reduzir a dimensão média dos glóbulos reofundidos, quando elevadas velocidades de agitação são utilizadas (segundo o autor há um valor mínimo de tamanho de glóbulo obtido, a partir de um determinado tempo de agitação, o aumento deste parâmetro além deste valor mínimo produz aumento do diâmetro do sólido).

O comportamento observado pode ser explicado pelo compromisso entre dois diferentes mecanismos ocorrendo na pasta reofundida: a aglomeração de partículas sólidas e com isto o aumento de suas dimensões, e a destruição de aglomerados formados, diminuindo suas dimensões. O aumento da velocidade de agitação pode promover o aumento de colisões entre partículas sólidas, facilitando a sua aglomeração (vide microestrutura da Figura 4.14a). Esta aglomeração parece, no entanto, não se efetivar em coalescência se a velocidade de agitação for elevada, não promovendo crescimento dos glóbulos com elevados tempos de agitação. As elevadas velocidade e tempo promovem, ao contrário, uma redução no tamanho final dos glóbulos, destruindo os aglomerados (vide Figura 4.14b), por talvez incentivar maior rompimento dos cristais.

Parece, portanto, haver um compromisso entre velocidade e tempo de agitação para a obtenção de estruturas reofundidas refinadas, isto é, um compromisso entre a formação e destruição de interação entre partículas sólidas.

Pode-se supor que os mecanismos envolvidos na formação da estrutura globular reofundida passem pelos estágios: rompimento de ramos dendríticos em formação (multiplicação cristalina); globularização do sólido em meio líquido por fenômenos de engrossamento; colisão e aglomeração de glóbulos; coalescência ou não de aglomerados, dependendo do tempo e velocidade de agitação empregados.

As melhores condições de processamento na reofundição por agitação mecânica, as quais produzem os menores tamanhos finas de glóbulos são: elevados tempos associados a elevadas velocidades de agitação (elevada frequência de colisão sem coalescência – partículas finas e discretas), ou reduzida velocidade e reduzido tempo de agitação (sem colisão – partículas finas e discretas).

⇒ Quanto ao fator de forma – a Figura 4.17 apresenta a variação do F_f nos refundidos produzidos nas diferentes condições de processamento. Pode-se notar que, em todos os casos, os valores de F_f são bastante reduzidos quando comparado estrutura dendrítica (da ordem de 30), conforme resultado obtido para a liga fundida sem refino de grão, indicando a boa globularização da fase sólida.

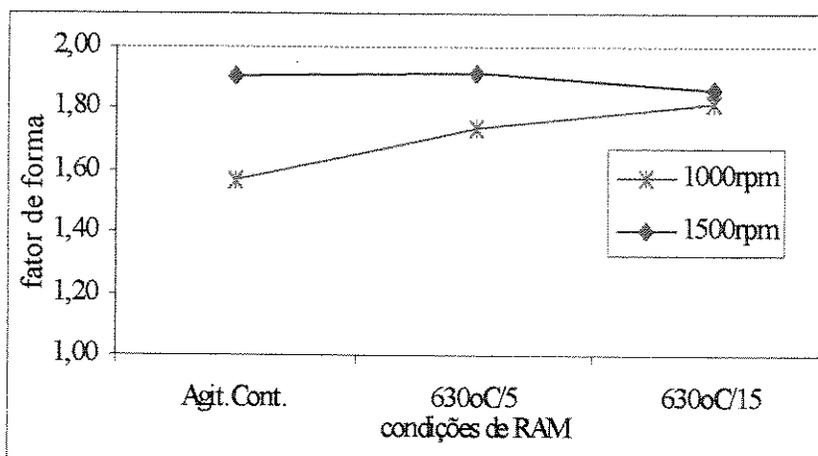


Figura 4.17 – Fator de forma obtido para os diferentes processos de agitação mecânica (resfriamento contínuo, agitação isotérmica à 630°C nos tempos de 5 e 15 minutos)

De um modo geral, a variação dos valores de F_f com os parâmetros de processo segue a mesma tendência observada para o diâmetro médio dos glóbulos. Maiores valores de diâmetro médio em geral (à exceção do ponto relativo ao refundido obtido por agitação a 1000rpm por 15min, que se apresentou mais alto), significam maiores valores de F_f . Este resultado é bastante coerente se pensado que o aumento do tamanho dos glóbulos se dá por efeito de aglomeração. Aglomerados recentes podem comprometer a morfologia globular do sólido presente, refletindo num maior valor de F_f .

No caso do ponto de exceção, o valor esperado seria inferior ao observado, se considerado o tamanho de glóbulo a ele relacionado. Este fato, no entanto, pode ser resultado da análise em região não apropriada da amostra (as estruturas refundidas são heterogêneas, conforme apresentado). No entanto, à semelhança do que ocorre com o tamanho médio de glóbulos, os valores de F_f correspondentes ao processamento a 1000 e a 1500rpm se aproximam para o tempo de agitação de 15min.

Estes resultados mostram que a variação do tamanho médio de glóbulos está diretamente relacionada com a variação de F_f na reofundição por agitação mecânica. Condições que produzem os menores tamanhos de glóbulos significam também condições de maior globularidade da fase sólida na pasta reofundida.

⇒ Quanto ao índice de microsegregação – a Figura 4.18 apresenta os valores do índice de microsegregação nas estruturas reofundidas obtidas por agitação mecânica com os diferentes parâmetros de processo investigadas. Pode-se observar, à semelhança do F_f , a mesma tendência do comportamento do I_s com os parâmetros de processo observada para os diâmetros de glóbulos. Novamente há uma relação direta entre o tamanho dos glóbulos reofundidos e outros parâmetros microestruturais, no caso a microsegregação do Cu em seu interior.

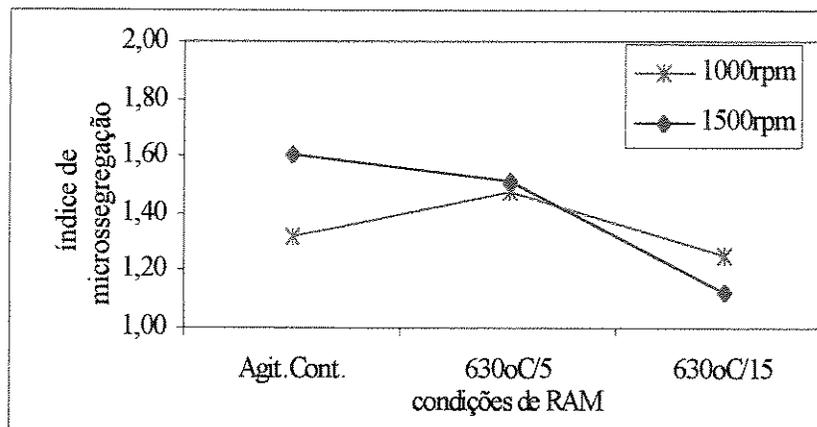


Figura 4.18 – Índice de microsegregação obtido para os diferentes processos de agitação mecânica (resfriamento contínuo, agitação isotérmica à 630°C nos tempos de 5 e 15 minutos)

Estruturas com glóbulos de maiores dimensões apresentam maiores valores de F_f e maiores valores de I_s . Este comportamento novamente reflete o efeito do crescimento de glóbulos por aglomeração: a incorporação de contornos com elevado teor de Cu resulta no aumento do valor de I_s .

É de se supor que um tempo de agitação bastante longo leve à uma condição de equilíbrio formação/destruição de aglomerados, resultando em valores constantes de diâmetro de glóbulos, fator de forma e índice de microsegregação.

4.3. Reofundidos obtidos por fusão parcial controlada

Como apresentado no item 4.1, foram utilizados dois diferentes tipos de matéria-prima, refinada e grosseira, objetivando a modificação estrutural para a liga Al-4,5%Cu através de tratamentos térmicos destas estruturas à temperaturas superiores à *sólidus*. Os resultados obtidos são apresentados nos itens a seguir.

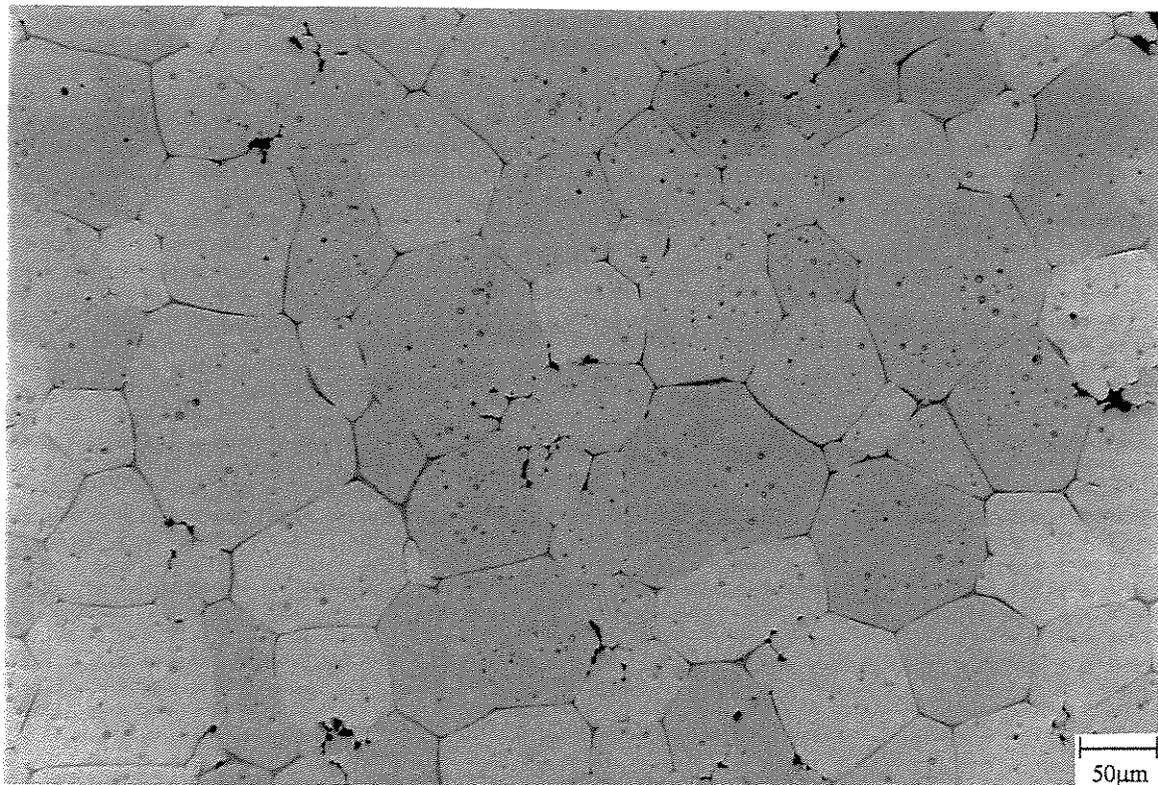
4.3.1. Reofundidos obtidos por fusão parcial controlada de matéria-prima refinada

As microestruturas resultantes dos reofundidos obtidos de matéria-prima produzida com a adição do refinador Al-3%Ti-1%B, *matéria-prima refinada*, após tratamento térmico à 620°C, são apresentadas nas Figuras 4.19 (a) e (b).

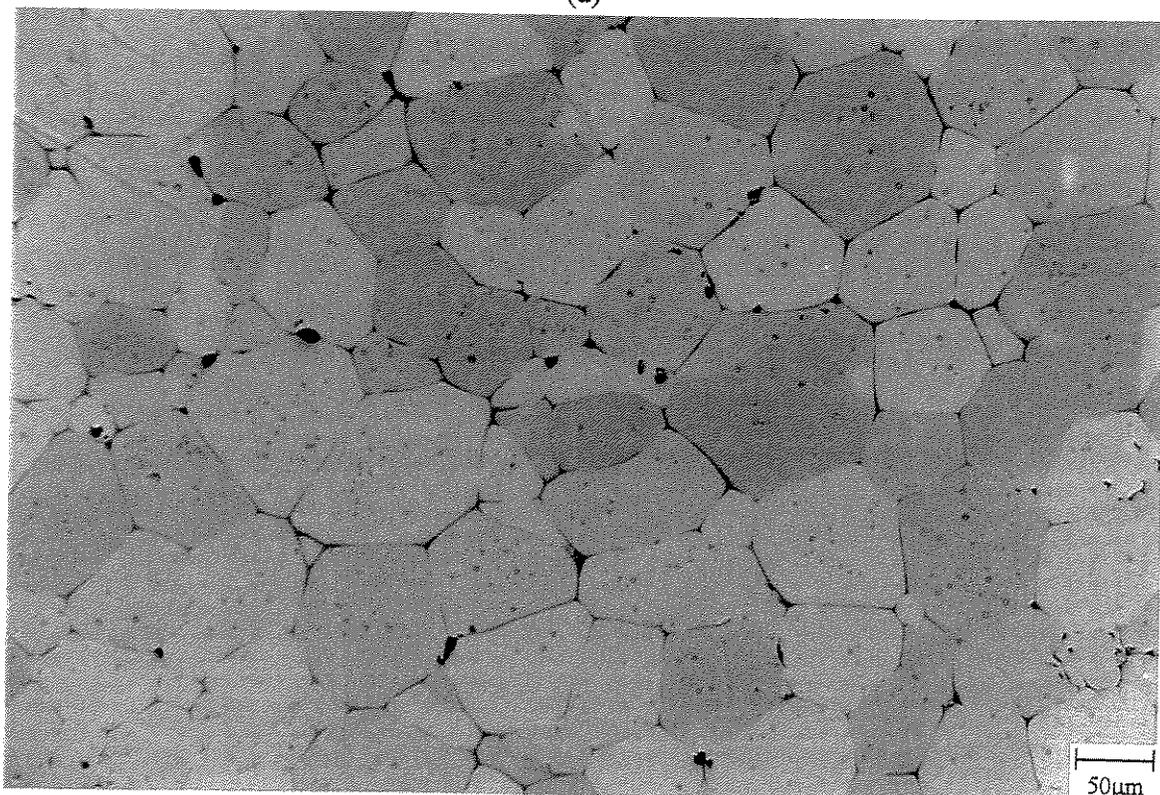
Através da observação destas micrografias, pode-se verificar a perfeita globularização da estrutura original, inicialmente rosetas, nas duas condições de processamento, 620°C/5 e 620°C/15min, conforme apresentado nas Figura 4.19 (a) e (b), respectivamente. Pode-se observar a ausência de microsegregação no interior dos glóbulos da fase primária, mas a presença de pequenos precipitados, identificados como CuAl_2 (ZOQUI, E. J.; 1996).

Observa-se que para o processo de FPC à temperatura de 620°C com tempos de processamento de 5 e 15min, a globularização da estrutura reofundida é rápida e eficientemente obtida devido principalmente à característica da estrutura original. A matéria-prima originalmente refinada já apresentava um certo grau de globularização, e as menores distâncias para a difusão facilitam os fenômenos de globularização. Pode-se verificar que as dimensões dos glóbulos dos reofundidos obtidos são aparentemente semelhantes para os dois tempos de tratamentos e semelhantes às dimensões das rosetas na estrutura fundida original.

A Figura 4.20 apresenta o perfil de distribuição do elemento Cu na fase primária das estruturas reofundidas obtidas, partindo-se de matéria-prima refinada, para as duas condições de processamento, 620°C/5min e 620°C/15min.



(a)



(b)

Figura 4.19 - Microestrutura do reofundido obtido por FPC de matéria-prima *refinada*, à temperatura de 620°C: (a) 5 min; (b) 15 min.

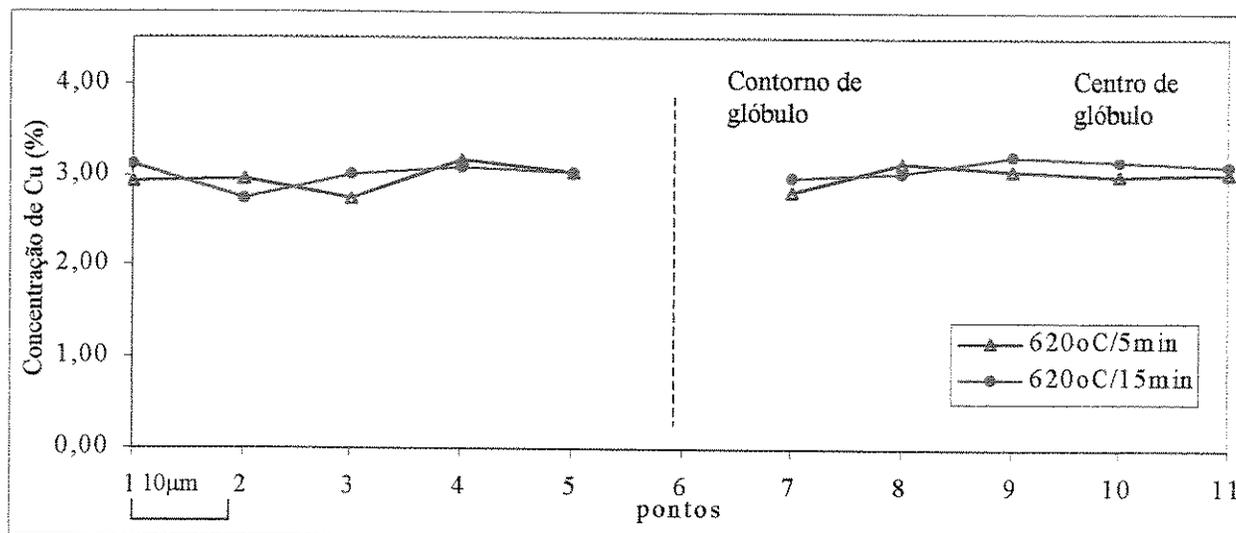


Figura 4.20 - Perfil de Cu na fase primária para o refundido obtido por FPC de matéria-prima refinada à temperatura de 620°C.

Observa-se homogeneidade nas curvas representativas do perfil de soluto na matriz, sem a evidência de microsegregação interna, para as condições de tratamento indicadas. A elevada temperatura de tratamento promoveu completa homogeneização da estrutura original, eliminando toda formação dendrítica. Observa-se uma maior quantidade, aproximadamente 3%, de soluto em solução na fase primária globular e uma melhor distribuição do mesmo, ou seja, menor variação entre pontos para as condições de FPC à 620°C/5min e 620°C/15min se comparada com os reofundidos obtidos pelo processo de agitação mecânica (agitação contínua). A supersaturação da fase primária pode resultar na precipitação do CuAl_2 observada, durante resfriamento da pasta reofundida.

Dados quantitativos referentes às estruturas reofundidas produzidas por FPC de matéria-prima refinada, à 620°C/5min e 620°C/15min, são apresentados na Tabela 4.6.

O tamanho dos glóbulos obtidos é compatível ao das rosetas da estrutura original, indicando formação direta de um glóbulo reofundido a partir de uma roseta ou dendrita equiaxial. Neste processo um certo crescimento do glóbulo é observado, provavelmente por mecanismos de *ripening*, às expensas de glóbulos menores.

Tabela 4.6 - Resultados de análises quantitativas dos refundidos obtidos por FPC de estrutura refinada, para as condições de 620°C/5 min e 620°C/15 min.

| Condições de Reofundição | ϕ (μm) | F_f | I_s |
|----------------------------|--------------------------|----------------|-----------------|
| FPC Refinada (620°C/5min) | 116 \pm 4 | 1,34 \pm 0,1 | 1,17 \pm 0,05 |
| FPC Refinada (620°C/15min) | 127 \pm 3 | 1,56 \pm 0,2 | 1,14 \pm 0,06 |

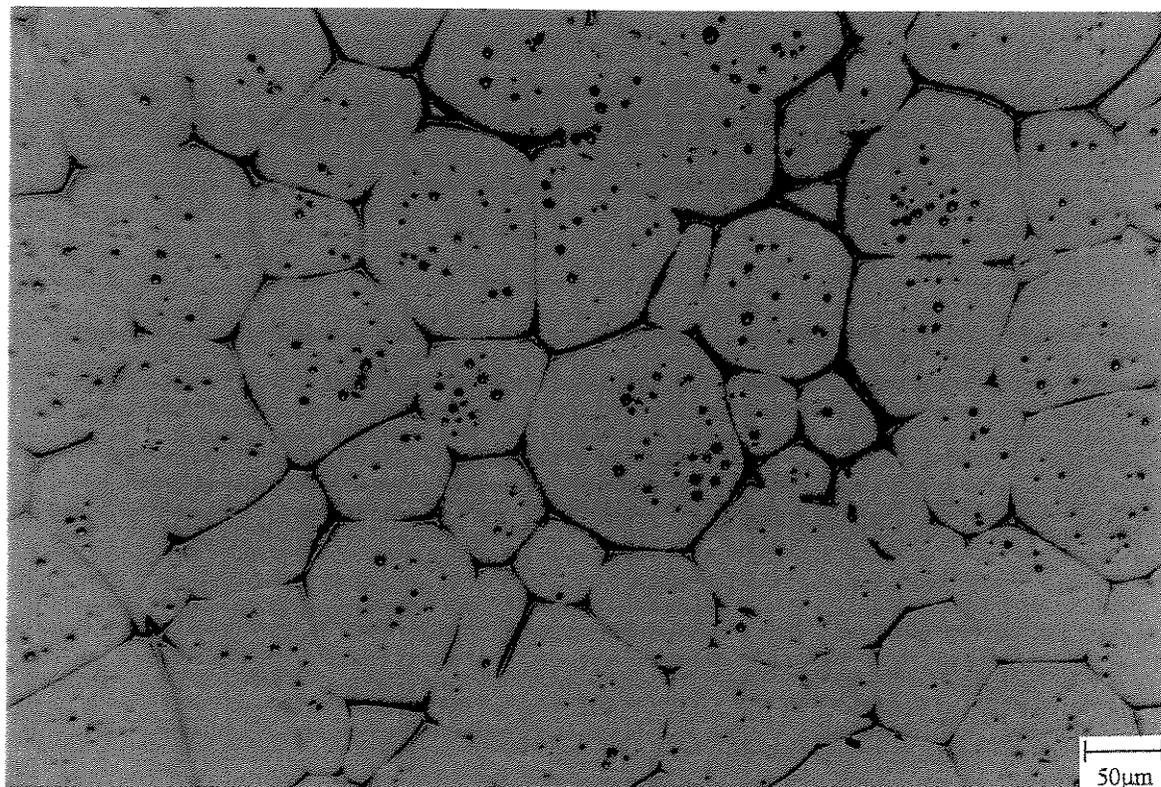
Com relação à morfologia dos glóbulos, observa-se que o tratamento de reofundição promoveu redução no F_f com relação à estrutura original. No entanto, o aumento no tempo de tratamento produziu aumento no F_f da pasta reofundida. Durante estágio de globularização (no aquecimento até 620°C e na manutenção a esta temperatura por 5min), mecanismos de *ripening* resultariam na redução do F_f observado, aumentando a globularidade das rosetas. Após globularização, fenômenos de aglomeração com coalescência não completada podem resultar em aumento de F_f com o tempo.

Assim, a reofundição por FPC de estruturas refinadas envolveria as etapas: globularização por mecanismos de *ripening* controlado por difusão no estado sólido; formação de líquido por fusão de fases secundárias em contornos; separação dos glóbulos para o meio líquido; coalescência de glóbulos que eventualmente se tocam; globularização de blocos aglomerados.

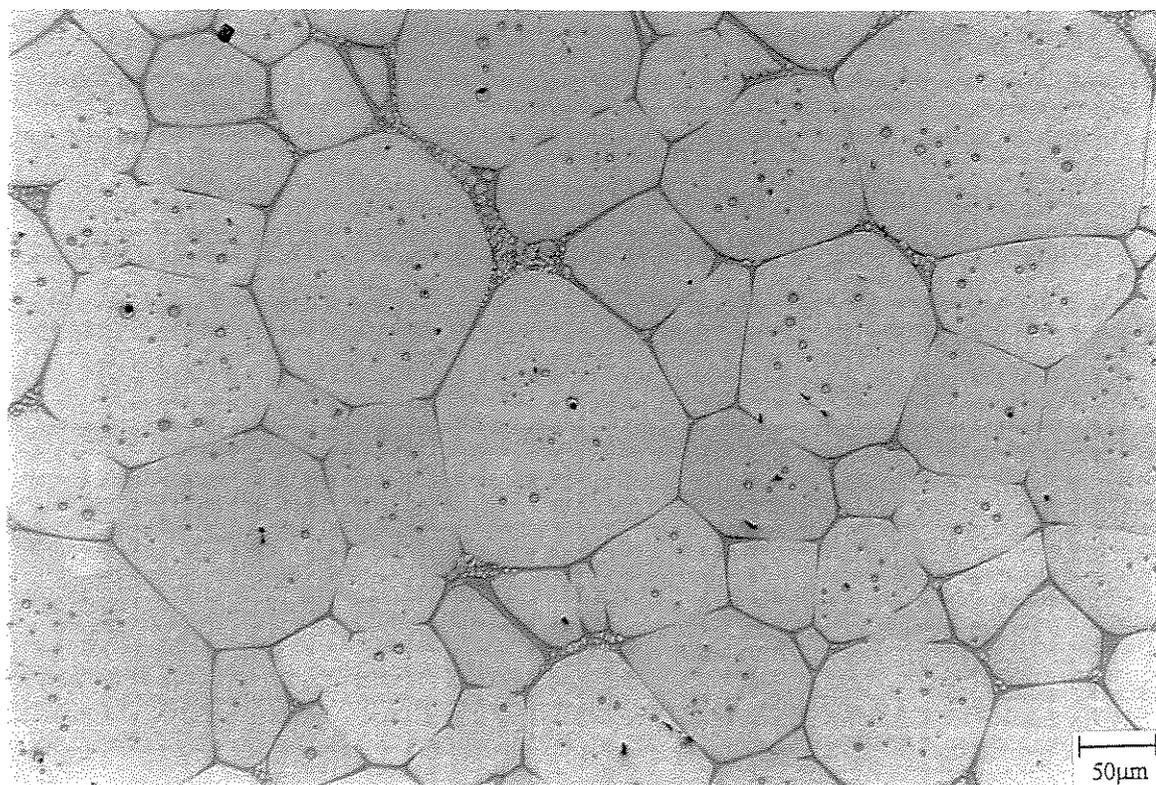
Quanto ao índice de microsegregação (I_s), pode-se verificar que valores bastante reduzidos e semelhantes entre si são obtidos para as duas condições analisadas, indicando a completa homogeneização das estruturas dendríticas às elevadas temperaturas utilizadas.

Os resultados obtidos mostram que pastas reofundidas com excelentes características morfológicas, dimensionais e composicionais, podem ser facilmente obtidas a partir de matéria-prima refinada submetida à tratamentos a alta temperatura, por reduzido tempo de permanência.

Considerando ainda a obtenção de refundido através de FPC de estrutura refinada são apresentadas na Figura 4.21 micrografias resultantes para a condição de teste à 630°C nos tempos de 5 e 15min.



(a)



(b)

Figura 4.21 - Microestrutura do refundido obtido por FPC de matéria-prima *refinada*, à temperatura de 630°C, (a) 5 min; (b) 15 min.

À semelhança dos resultados obtidos para a reofundição à temperatura de 620°C, as microestruturas se apresentam globulares, sem microsegregação do elemento Cu no interior da fase primária a qual, no entanto, apresenta precipitados CuAl_2 . Podem ser observadas regiões com a presença de fina rede dendrítica entre glóbulos, indicando maior quantidade de líquido na pasta reofundida nesta região (o líquido pode solidificar com estrutura dendrítica durante resfriamento da pasta).

Resultados obtidos para perfil de distribuição do Cu nas condições de 630°C/5m e 630°C/15, são apresentados graficamente na Figura 4.22. Pode-se constatar que as curvas obtidas são bastante uniformes para as duas condições de reofundição, indicando uma distribuição homogênea na composição do soluto da região interna do glóbulo até o seu contorno, como já observado para as condições de 620°C/5min e 620°C/15min. O Cu apresenta-se bem dissolvido no interior do glóbulo, apresentando uma concentração média de 3%, não se notando a presença de microsegregação. Eventuais aumentos locais (por ex. ponto 3 na amostra 630°C/15min) podem ser estar associados com precipitados CuAl_2 .

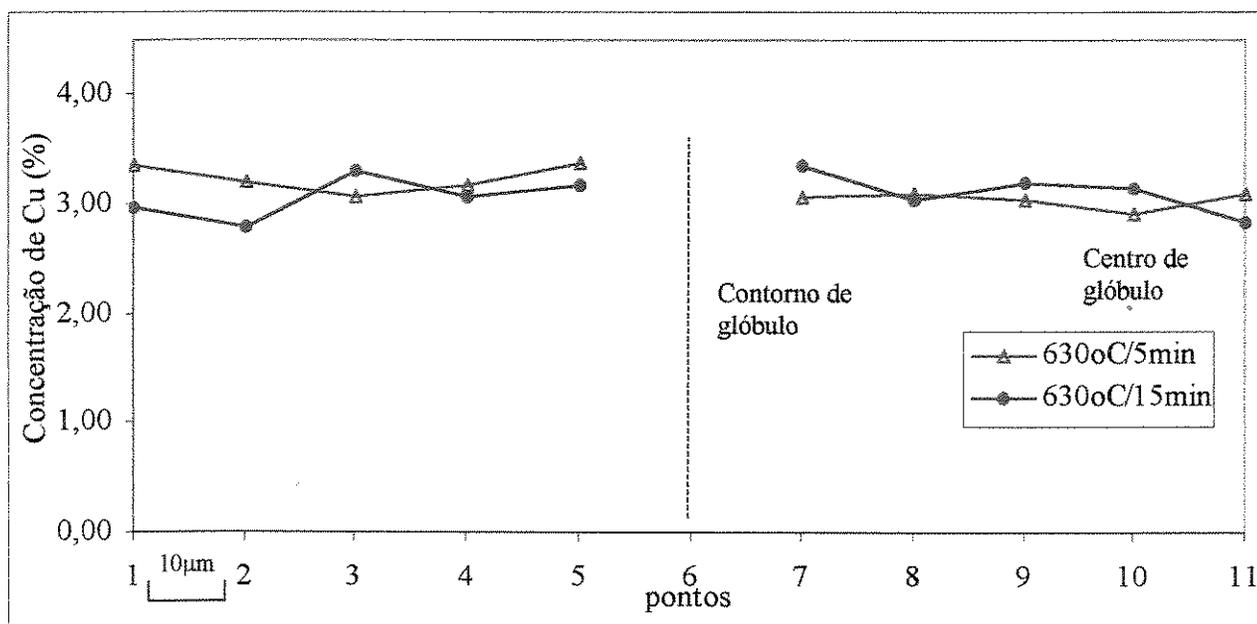


Figura 4.22 - Perfil de Cu na fase primária do reofundido obtido por FPC de matéria-prima refinada à temperatura de 630°C

Resultados de análises quantitativas para os refundidos processados à 630°C/5 min e 630°C/15 min de estruturas refinadas são apresentados na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 - Resultados de análises quantitativos dos refundido obtidos por FPC de estrutura refinada, para as condições de 630°C/5 min e 630°C/15 min.

| Condições de Processamento | ϕ (μm) | F_f | \dot{I}_s |
|----------------------------|--------------------------|----------------|-----------------|
| FPC Refinada (630°C/5min) | 142 \pm 3 | 1,31 \pm 0,2 | 1,16 \pm 0,03 |
| FPC Refinada (630°C/15min) | 213 \pm 4 | 1,64 \pm 0,3 | 1,21 \pm 0,05 |

Quanto ao tamanho médio de glóbulos, os resultados mostram o seu aumento com o aumento do tempo de tratamento de 5 para 15min, como no caso de tratamentos a 620°C já analisado. O efeito da temperatura também pode ser notado: maiores glóbulos são obtidos à maior temperatura de tratamento testada, quando comparados valores das Tabelas 4.6 e 4.7. É de se supor que mecanismos de difusão e crescimento, que são termicamente ativados, tenham sua cinética acelerada à maior temperatura, resultando em glóbulos de maiores dimensões (no caso da alta fração sólida presente nos dois casos).

Quanto ao índice de microsegregação (I_s) verifica-se que os valores obtidos apresentam valores reduzidos quando comparados com os presentes na matéria prima, e com tendência ao crescimento com o aumento do tempo de tratamento (novamente aglomeração poderia explicar o aumento do I_s com o tempo).

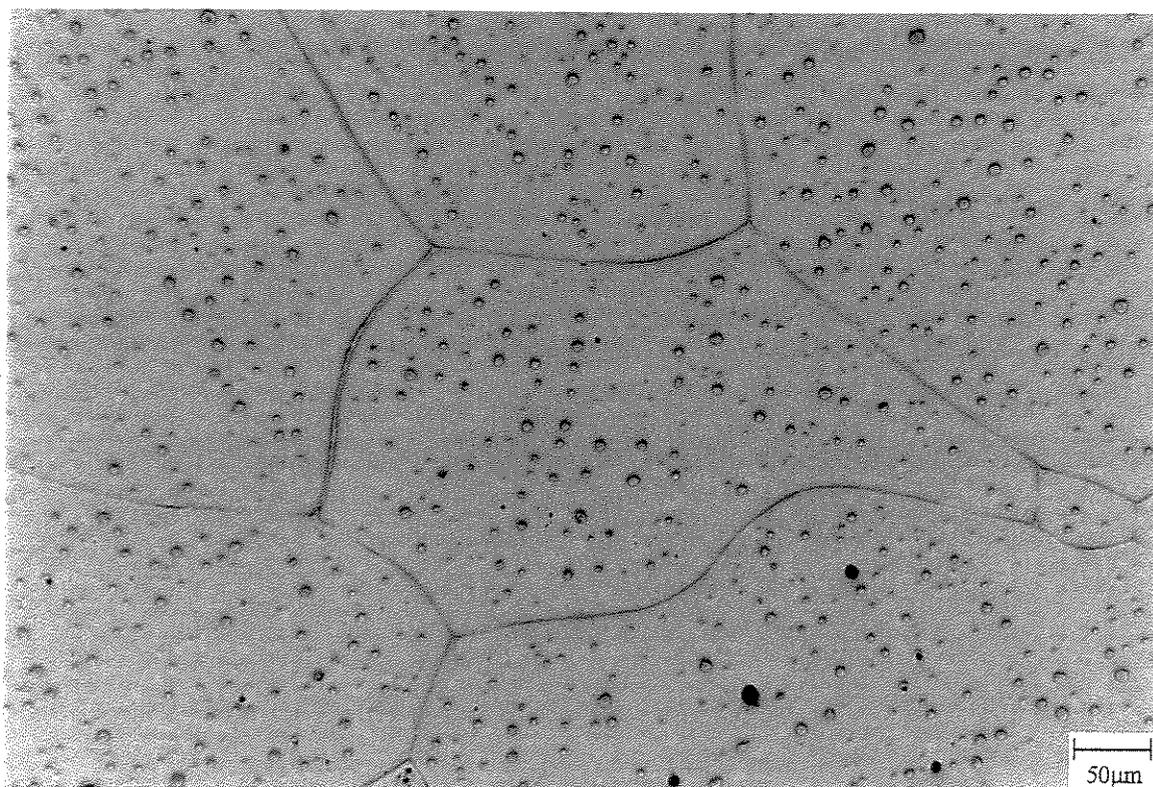
4.3.2 Refundidos obtidos por fusão parcial controlada de matéria-prima grosseira

A promoção da globularização estrutural para a produção de refundidos através de tratamentos térmicos de matéria-prima com estrutura dendrítica grosseira foi também investigada. Os resultados obtidos são apresentados a seguir.

As micrografias resultantes para o processamento à temperatura de 620°C e nos tempos de 5 e 15min de matéria-prima grosseira são mostradas na Figura 4.23.



(a)



(b)

Figura 4.23 - Microestrutura do refundido obtido por FPC de matéria-prima *sem adição de refinador* à temperatura de 620°C: (a) 5 min; (b) 15 min.

Pode-se observar que as estruturas obtidas apresentam morfologia bastante irregular, com glóbulos de grandes dimensões e contornos espessos preenchidos com a fase eutética.

Para as duas condições de experimento, 620°C/5min e 620°C/15min, pode-se notar grande quantidade de precipitados CuAl_2 no interior da fase primária. A possibilidade de coalescência é visível no desaparecimento de contornos entre glóbulos, mesmo para 5min de tratamento.

A Figura 4.24 apresenta o perfil de distribuição do Cu onde é possível observar um enriquecimento deste elemento na periferia dos glóbulos, talvez resultado de sua imposição a partir do líquido, durante resfriamento da pasta reofundida. São encontrados menores concentrações de Cu no interior do glóbulo quando comparados com estrutura obtida a partir de matéria prima refinada. As maiores distâncias para difusão do Cu nos glóbulos de grandes dimensões ou ainda a maior quantidade de precipitados poderia explicar o menor teor médio deste elemento dissolvido no interior da fase primária.

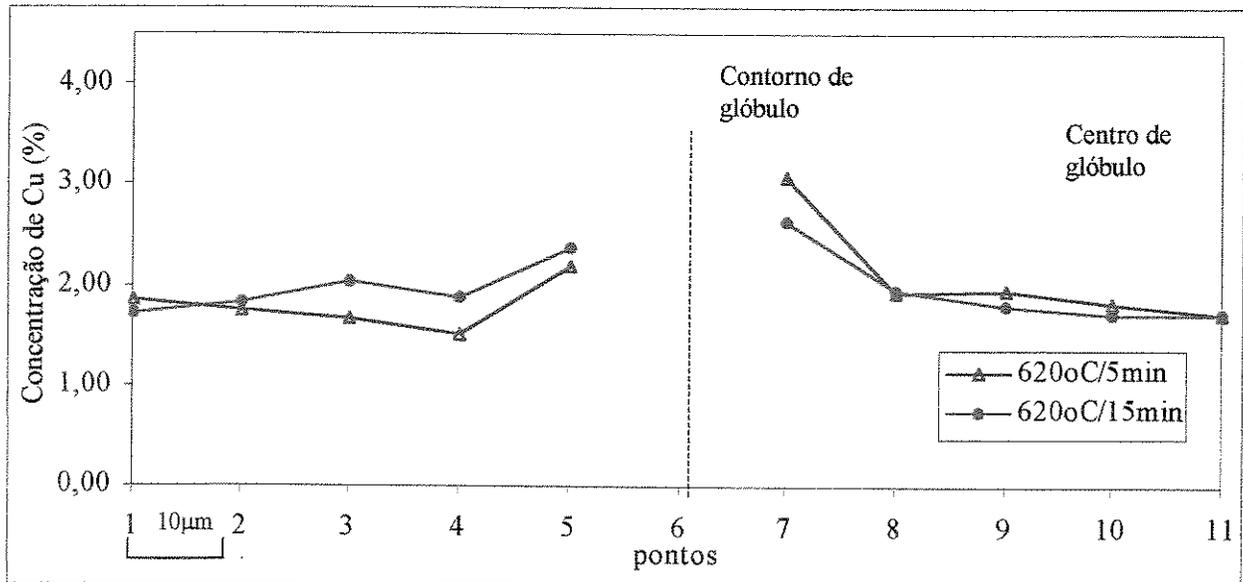


Figura 4.24 - Perfil de Cu na fase primária do refundido obtido por FPC de matéria-prima sem refino à temperatura de 620°C

Na Tabela 4.8 são apresentados os resultados de análise quantitativas (tamanho de glóbulo, fator de forma e índice de microsegregação) obtidos.

Tabela 4.8 - Resultados de análises quantitativas dos lingotes obtidos por FPC de estrutura *sem refino*, para as condições de 620°C/5 min e 620°C/15 min.

| Condições de Reofundição | ϕ (μm) | F_f | I_s |
|---------------------------------------|--------------------------|----------------|-----------------|
| Matéria prima grosseira (620°C/5min) | 462 \pm 16 | 1,93 \pm 0,3 | 2,05 \pm 0,1 |
| Matéria prima grosseira (620°C/15min) | 512 \pm 19 | 1,98 \pm 0,3 | 1,50 \pm 0,07 |

Quanto ao tamanho de glóbulo, os resultados obtidos mostram elevados valores, mas da ordem de $\frac{1}{4}$ do valor do tamanho médio de grão da estrutura dendrítica original, indicando que um grão do fundido pode Ter resultado em diversos glóbulos no reofundido, segundo mecanismo proposto por ZOQUI, E.J.; 1998.

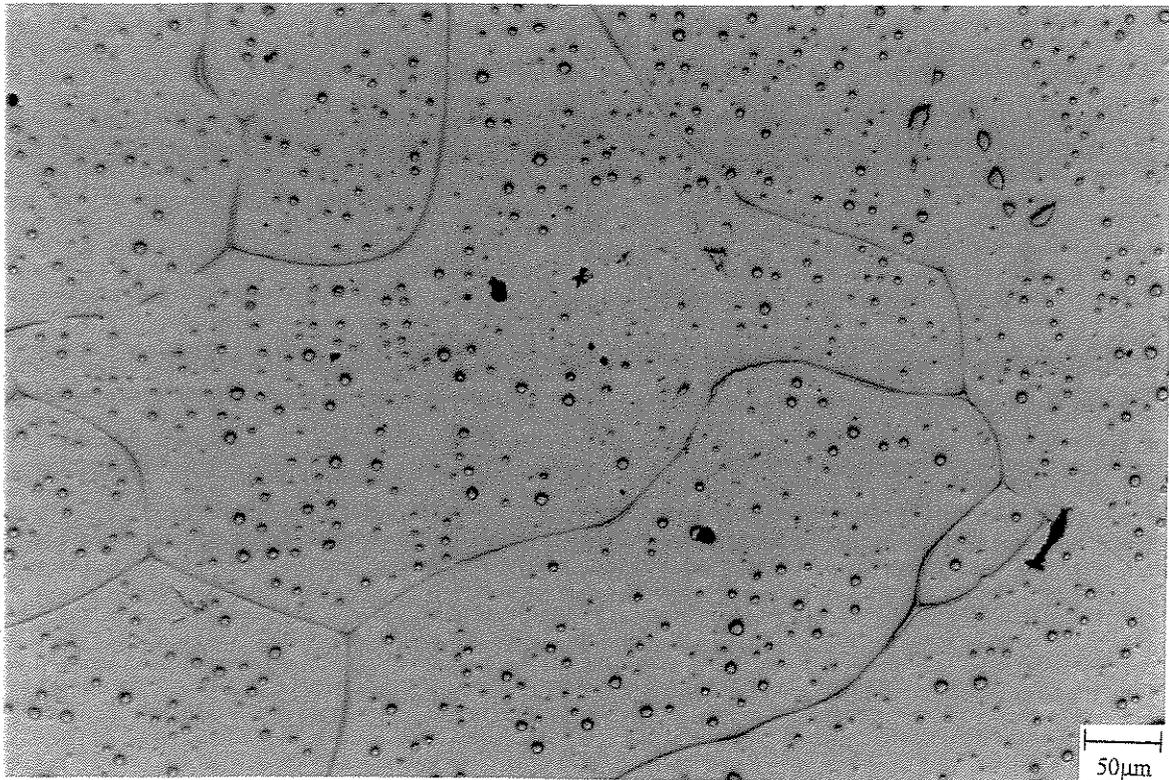
O tamanho de glóbulos aumenta com o aumento do tempo de tratamento como resultado da coalescência. Um certo crescimento nas dimensões de precipitados também pode ser observado, levando à redução no valor de I_s produzido na matriz.

O fator de forma apresentou valores elevados para um reofundido, refletindo a irregularidade morfológica dos glóbulos; seu aumento com o tempo de tratamento pode ser explicado pela coalescência de partículas sólidas.

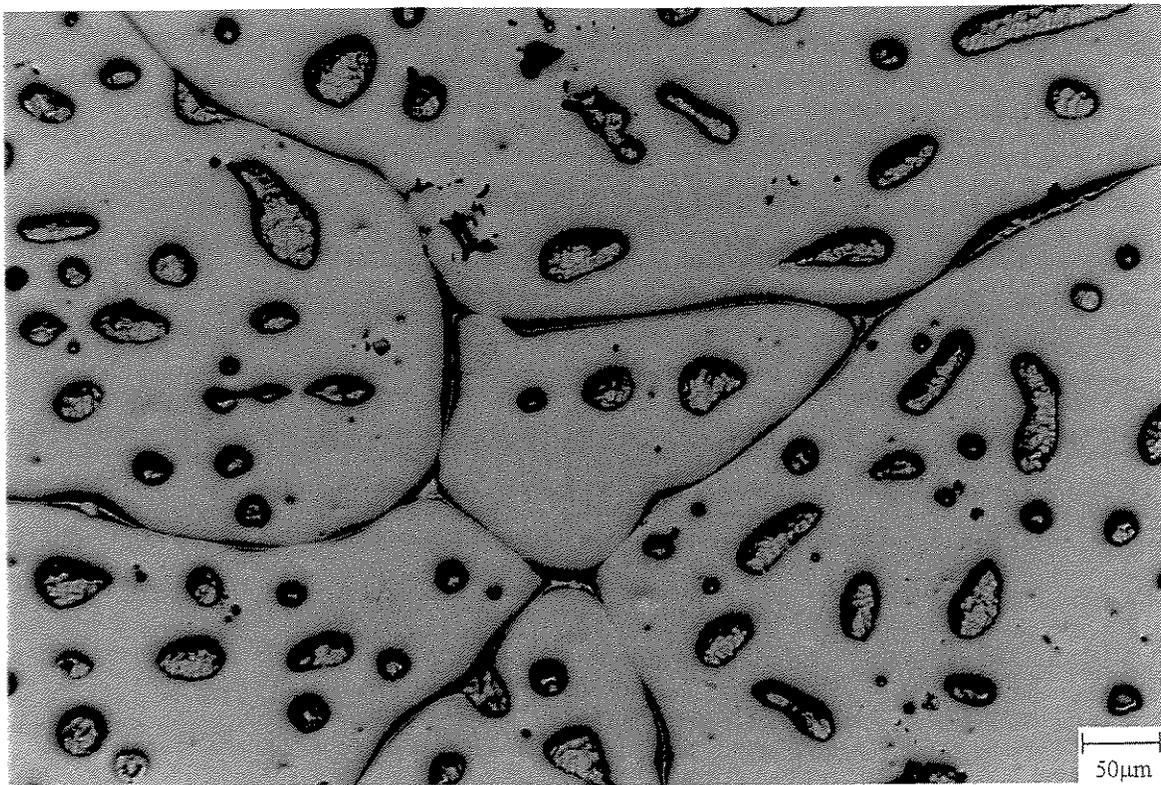
Também o índice de microsegregação apresentou valor elevado para a condição de tratamento de 620°C/5min, devido ao observado enriquecimento de Cu na periferia dos glóbulos. O valor de I_s , no entanto, é significativamente reduzido com o aumento do tempo de tratamento, refletindo a possibilidade de homogeneização na fase sólida do reofundido com o tempo de tratamento.

A seguir são apresentados resultados obtidos para o processamento de estruturas fundidas grosseiras à temperatura de 630°C por tempos de 5 e 15min.

As microestruturas resultantes são apresentadas na Figura 4.25. Observa-se nas duas condições, Figuras 4.25 (a) e (b), a estrutura constituída de glóbulos com morfologia irregular, de grandes dimensões.



(a)



(b)

Figura 4.25 - Microestrutura do refundido obtido por FPC de matéria-prima *sem a adição de refinador* à temperatura de 630°C: (a) 5 min; (b) 15 min.

É possível observar a presença de precipitados de pequenas dimensões no interior da fase primária globular, para o menor tempo de tratamento. Para o maior tempo, há visível aumento das dimensões dos glóbulos e da espessura dos contornos. A fase no interior dos glóbulos se apresenta como poças de geometria irregular, com estrutura e composição semelhantes à fase dos contornos, indicando se tratar de eutético retido no processo de globularização, de acordo com o observado por ROBERT, M.H.; (1993).

Pode-se notar também a influência da temperatura de tratamento nas estruturas reofundidas quando se compara as Figuras 4.25 e 4.24: o aumento das dimensões dos glóbulos mais acentuado para o maior tempo à maior temperatura.

A Figura 4.26 apresenta o perfil de distribuição do soluto no interior da fase primária. Pode-se observar uma curva mais homogênea para o maior tempo, 15 min, ou seja, o Cu se apresenta melhor distribuído no interior do glóbulo nesta condição de processamento. Para o tempo de tratamento de 5 min, observa-se uma curva com ascendência nos pontos próximos ao contorno de glóbulo, indicando que o soluto apresenta-se mais concentrado na sua periferia, como já observado para o tratamento a 620C.

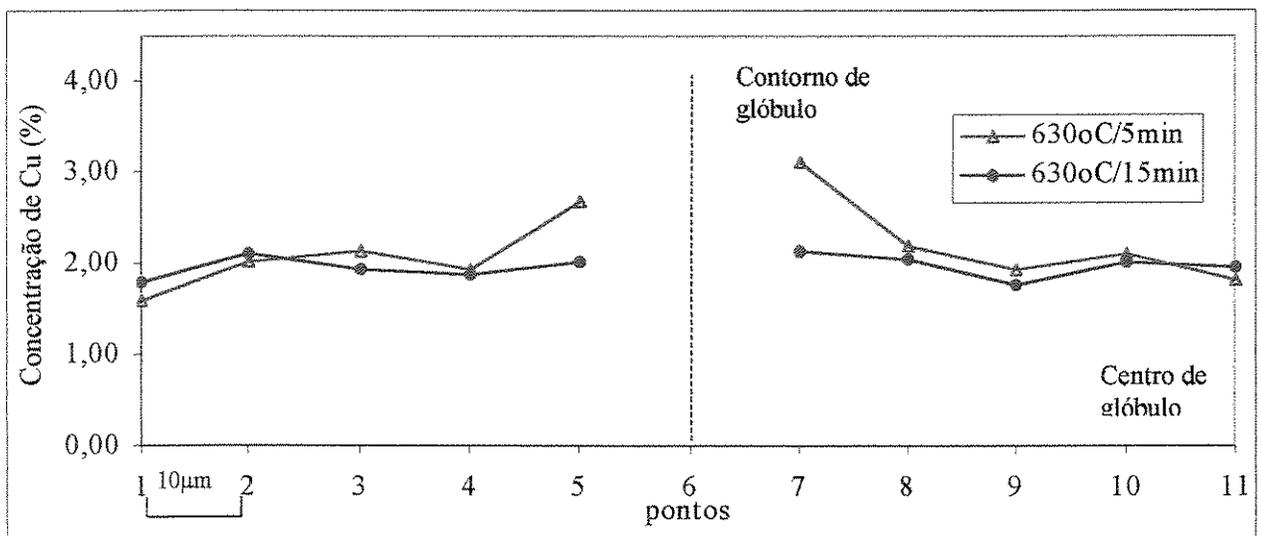


Figura 4.26 - Perfil de Cu na fase primária do refundido obtido por FPC de matéria-prima *sem adição do refinador* à temperatura de 630°C

A maior temperatura de tratamento levou à uma melhor homogeneização do Cu com o aumento do tempo. Em ambas condições de tratamento, no entanto, os valores médios de Cu em solução são da ordem de 2%, menores aos obtidos em refundidos obtidos a partir de estruturas refinadas.

Os resultados das análises quantitativas são apresentadas na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 - Resultados de análises quantitativas dos refundidos obtidos por FPC de estrutura *dendrítica grosseira*, para as condições de 630°C/5 min e 630°C/15 min.

| Condições de Reofundição | ϕ (μm) | F_f | \bar{I}_s |
|---------------------------------------|--------------------------|----------------|-----------------|
| Matéria prima grosseira (620°C/5min) | 476 ± 14 | $1,76 \pm 0,2$ | $2,00 \pm 0,15$ |
| Matéria prima grosseira (620°C/15min) | 657 ± 9 | $1,86 \pm 0,2$ | $1,21 \pm 0,04$ |

Quanto à dimensão dos glóbulos, observa-se valores elevados para ambos tempos de tratamento. A cinética de crescimento é acelerada para a mais alta temperatura, levando a dimensões de glóbulos superiores aos obtidos para refundidos produzidos a 620°C. A dimensão média dos glóbulos é aumentada com o aumento do tempo de manutenção à temperatura de tratamento.

Quanto ao fator de forma, pode-se observar em ambos casos elevados valores, com tendência ao aumento com o aumento do tempo de tratamento, como observado em todos os casos analisados e atribuídos ao efeito de coalescência entre glóbulos. Os valores de F_f obtidos são inferiores aos obtidos nos refundidos produzidos à menor temperatura de tratamento, o que pode ser atribuído à cinética mais acelerada para a globularização de blocos coalescidos, à alta temperatura, à semelhança do que ocorre para refundidos obtidos a partir de estruturas refinadas.

Quanto ao índice de microsegregação (I_s) é possível observar um elevado valor para o menor tempo de tratamento, mas uma significativa redução para a condição de teste com maior tempo de processamento. Este resultado indica a possibilidade de homogeneização da distribuição do Cu no interior do glóbulo refundido, talvez por incorporação de Cu nas poças de líquido em seu interior.

ROBERT, M.H.; (1993) sugere as seguintes etapas de transformação estrutural a partir de estruturas dendríticas grosseiras para a globular típica de reofundidos: globularização durante aquecimento, para redução de tensões superficiais, por mecanismos de *ripening* e coalescência de contornos, controlados por difusão no estado sólido; líquido formado a temperaturas superiores à *solidus* em contornos de grãos e dendríticos podem desprender blocos irregulares de sólido que continuam sua globularização em meio líquido através de estágios intermediários de morfologia, desde dendritas alongadas, passando por rosetas e finalmente glóbulos. Neste processo ramos dendríticos dobrados podem aprisionar poças de líquido, resultando em poças de eutético no interior da fase primária globular. O resultado deste processo é a obtenção de estruturas grosseiras, com morfologia não perfeitamente globular, contendo poças de eutético no interior da fase primária (ROBERT, M.H; 1993; DAMASCO, A.; 1992), à semelhança dos resultados obtidos neste trabalho para as condições mais rigorosas de tratamento (maior temperatura e tempo).

4.3.3. Comparação entre os processos de fusão parcial controlada

Os resultados gerais obtidos para os processos de reofundição por FPC de estruturas dendríticas refinadas e grosseiras são apresentados numericamente na Tabela 4.10 e graficamente nas Figuras que se seguem.

Podem ser analisados comparativamente os diferentes procedimentos para a reofundição e seu efeito nas microestruturas dos reofundidos obtidos.

⇒ Quanto ao tamanho médio de glóbulos – a Figura 4.27 apresenta a variação do diâmetro médio de glóbulos nos reofundidos obtidos por FPC nas diferentes condições de tratamento utilizadas. Pode-se observar para ambas condições de matéria prima o aumento do tamanho de glóbulos na pasta reofundida com o aumento do tempo de tratamento, resultado, conforme discutido, de mecanismos de crescimento ocasionados por difusão no estado sólido ou líquido. Coalescência de contornos, levando ao aumento do tamanho de glóbulos pode ser claramente observada.

Tabela 4.10 - Resultados das análises quantitativas dos refundidos obtidos por FPC em todas as condições de processamento.

| No | Processo | ϕ (μm) | F_r | I_s |
|----|---|--------------------------|----------------|-----------------|
| 1 | Matéria-prima refinada | 606 \pm 2 | 1,43 \pm 0,1 | 1,77 \pm 0,05 |
| 2 | Matéria-prima <i>sem refino</i> | 1878 \pm 11 | 32 \pm 5 | 1,93 \pm 0,06 |
| 3 | Matéria-prima refinada 620°C/5min | 116 \pm 4 | 1,34 \pm 0,1 | 1,17 \pm 0,05 |
| 4 | Matéria-prima refinada 620°C/15min | 127 \pm 3 | 1,56 \pm 0,2 | 1,14 \pm 0,06 |
| 5 | Matéria-prima refinada 630°C/5min | 142 \pm 3 | 1,31 \pm 0,2 | 1,16 \pm 0,03 |
| 6 | Matéria-prima refinada 630°C/15min | 213 \pm 4 | 1,64 \pm 0,3 | 1,21 \pm 0,05 |
| 7 | Matéria-prima <i>sem refino</i> 620°C/5min | 462 \pm 16 | 1,93 \pm 0,3 | 2,05 \pm 0,1 |
| 8 | Matéria-prima <i>sem refino</i> 620°C/15min | 512 \pm 19 | 1,98 \pm 0,3 | 1,50 \pm 0,07 |
| 9 | Matéria-prima <i>sem refino</i> 630°C/5min | 476 \pm 14 | 1,76 \pm 0,2 | 2,00 \pm 0,15 |
| 10 | Matéria-prima <i>sem refino</i> 630°C/15min | 657 \pm 9 | 1,86 \pm 0,2 | 1,21 \pm 0,04 |

O efeito do tempo de tratamento no diâmetro médio de glóbulos é mais acentuado à temperatura mais elevada, onde a cinética de difusão é acelerada. CAU, E.R.; 1992 e DAMASCO, A.; 1992, já haviam observado a influência da temperatura na cinética de crescimento de glóbulos refundidos, na refundição de aços ferramenta do tipo M2 e de ligas Al-Cu e Cu-Zn, respectivamente.

A comparação das curvas da Figura 4.27 a e b permite observar os significativamente maiores valores de dimensões de glóbulos em refundidos produzidos a partir de matéria prima grosseira. No caso de matéria prima refinada, cada dendrita equiaxial parece constituir um glóbulo na estrutura refundida dela originada. No caso da utilização de estruturas inicialmente grosseiras, a relação dendrita original – glóbulo refundido não é tão evidente. No processo de globularização mais de uma dendrita pode originar um glóbulo; líquido pode ficar retido entre ramos dendríticos resultando no tipo de estrutura observada, com poças de eutético no interior da fase globular.

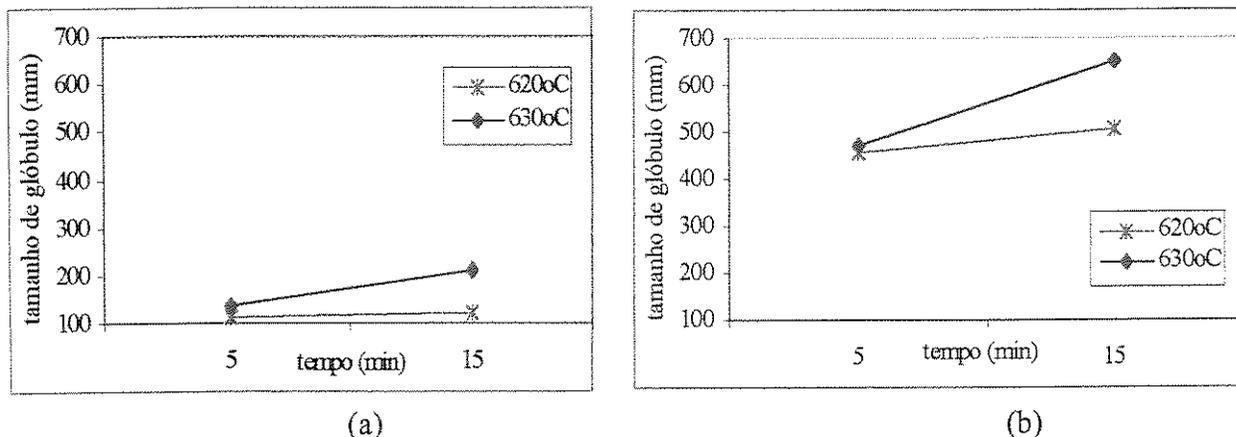


Figura 4. 27 - Tamanho de glóbulo do refundido obtido nas diferentes condições de processamento por FPC (620°C/5min; 620°C/15min; 630°C/5min; 630°C/15min) partindo de matéria-prima (a) refinada; (b) sem refino

⇒ Quanto ao fator de forma – a Figura 4.28 apresenta a variação do F_f de estruturas refundidas obtidas por FPC em função das condições de processamento. Pode-se observar valores mais baixos de F_f para refundidos produzidos a partir de matéria prima refinada.

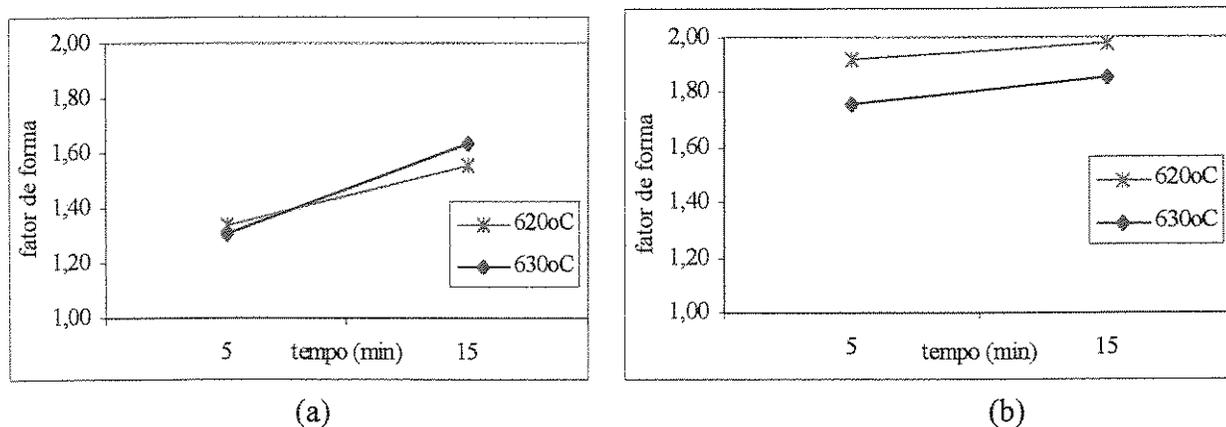


Figura 4. 28 - Fator de forma obtido do refundido nas diferentes condições de processamento por FPC (620°C/5min; 620°C/15min; 630°C/5min; 630°C/15min) partindo de matéria-prima (a) refinada; (b) sem refino

Nota-se ainda, neste caso, que quanto maior o tempo de permanência na temperatura de tratamento maior o fator de forma, ou seja, são necessários pequenos tempos de tratamento para a perfeita globularização da estrutura. Excessivo tempo pode comprometer a globularização da

estrutura, se utilizada matéria prima refinada. No entanto, utilizando como matéria prima estruturas dendríticas grosseiras, observa-se que mesmo 15 min de tratamento não promove um bom efeito de globularização. Um sensível aumento dos valores do fator de forma nos dois tempos de permanência numa mesma condição de teste é observado, com relação aos obtidos para reofundidos produzidos de matéria prima refinada.

Segundo ROBERT, M.H.; 1993, a transformação da estrutura dendrítica grosseira para a globular passa por estágios intermediários de transformação, como já comentado. Como nos primeiros estágios da transformação uma morfologia constituída de blocos irregulares circundados em líquido está presente, temos então que o pequeno aumento do fator de forma com o aumento da temperatura pode ser devido ao fato de que a estrutura original dendrítica ainda está passando por estes processos intermediários de transformação onde este tempo não foi o suficiente para a total transformação da morfologia. Provavelmente para maiores tempos de tratamentos será possível obter reofundidos partindo de matéria-prima dendrítica com morfologia mais globular e consequentemente com menor fator de forma.

Analisando o efeito da temperatura observa-se que, para o caso de reofundidos produzidos a partir de matéria prima refinada, o F_f no refundido não apresenta grande dependência da temperatura. Como a estrutura inicial é composta de dendritas equiaxiais ou rosetas não há necessidade de longa atuação dos fenômenos de globularização, após a formação do líquido com pequenos tempos e temperaturas de tratamento, a pasta é obtida. O aumento da temperatura pode acelerar os mecanismos de coalescência produzindo o pequeno aumento no F_f observado para a maior temperatura e maior tempo.

No caso de estruturas previamente grosseiras, o aumento da temperatura leva à redução do F_f para um mesmo tempo de tratamento, talvez por acelerar globularização de aglomerados.

Podemos afirmar que tempos de tratamento da ordem de 5min são suficientes para promoção da globularização em estruturas partindo de matéria-prima refinada.

⇒ Quanto ao índice de microsegregação – a Figura 4.29 apresenta a variação do I_s de estruturas refundidas obtidas por FPC nas diferentes condições de processamento analisadas.

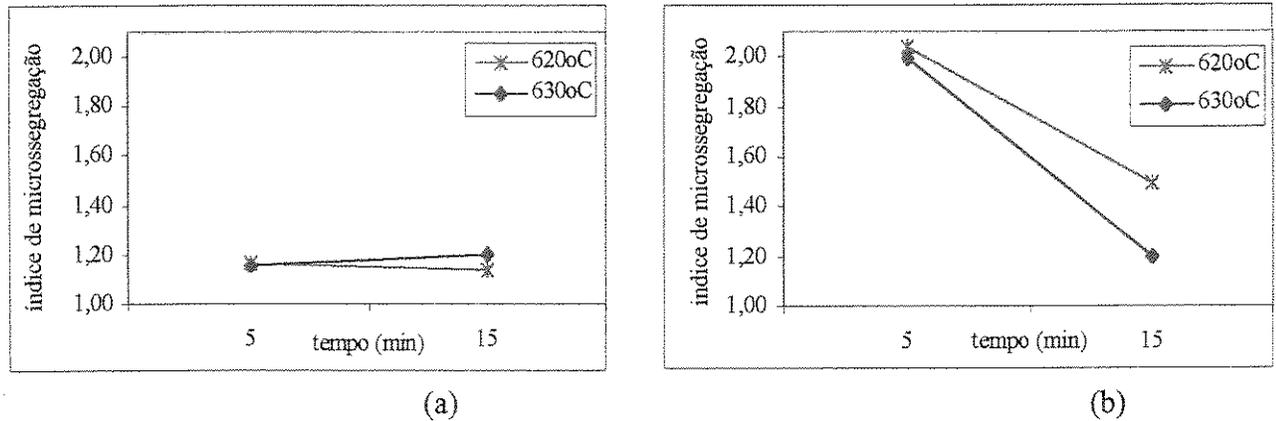


Figura 4. 29 – Índice de microsegregação do refundido obtido nas diferentes condições de processamento por FPC (620°C/5min; 620°C/15min; 630°C/5min; 630°C/15min) partindo de matéria-prima (a) refinada; (b) sem refino

Em primeiro lugar, observa-se que reduzidos I_s são obtidos nos refundidos originados de matéria-prima refinada se compararmos com os refundidos obtidos nas mesmas condições partindo de estrutura grosseira. A matéria-prima é um fator que afeta a qualidade do refundido obtido assim como a distribuição do soluto no interior do glóbulo. Refundidos com morfologia globular foram obtidos com simples tratamentos térmicos (620°C/5min; 620°C/15min, 630°C/5min e 630°C/15min) partindo-se de matéria-prima refinada, que já apresentavam um certo grau de globularização. Devido as menores distâncias envolvidas para difusão da morfologia refinada original e dada a presença de reduzida quantidade de fase secundária CuAl_2 em contornos quando comparada com estruturas dendríticas grosseiras, as microestruturas produzidas a partir de matéria-prima refinada pode ser considerada significativamente superior àquelas obtidas a partir de estruturas fundidas sem a adição de refinador de grão (CHEN, C.Y.S.; 1978; ROVIRA, M.M.;1996).

No caso de refundidos obtidos de matéria prima grosseira, pode ser observado elevado I_s para reduzido tempo de tratamento, indicando dificuldade de globularização. O aumento do tempo e da temperatura no entanto, ao auxiliar a globularização, reduz significativamente o valor de I_s . Os reduzidos valores de I_s obtidos para refundidos produzidos de estruturas refinadas são

mantidos praticamente constantes com a variação da temperatura ou tempo de tratamento. Estes resultados, associados com os reduzidos valores de diâmetro de glóbulos e de F_f obtidos para estas mesmas estruturas, indicam as melhores condições para a reofundição por FPC: estruturas globulares refinadas, com quase totalmente homogênea distribuição de soluto na fase primária são produzidas por simples tratamento térmico a 620C e por tempos da ordem de 5min, de estruturas inicialmente refinadas.

4.4. Comparação entre os processos de agitação mecânica e fusão parcial controlada

Através da observação dos resultados dos reofundidos obtidos pelos processos de agitação mecânica e fusão parcial controlada já vistos nos itens anteriores, agora é apresentada uma análise comparativa dos dois tipos de processos em estudo quanto à dimensão de glóbulos, fator de forma e índice de microsegregação objetivando verificar e comparar a eficiência de globularização e homogeneidade estrutural. Na Tabela 4.11 são apresentados os resultados numéricos das análises quantitativas dos reofundidos obtidos por RAM e FPC em todas as condições de processamento, como também são representados graficamente estes resultados nas Figuras que se seguem.

A Figura 4.30 apresenta o diâmetro médio dos reofundidos obtidos nas diferentes condições de processamento por RAM e FPC. Observa-se que para os reofundidos obtidos através de FPC de matéria-prima refinada, condições de número 1 a 4, o diâmetro de glóbulo é, em geral, inferior daquele obtido através do processo de agitação mecânica. O contrário é observado para os reofundidos de FPC de matéria-prima grosseira que apresentam dimensão final de glóbulo superior ao obtido através do processo de agitação mecânica. Pode-se ainda verificar que em algumas condições de processamento o tratamento térmico e a agitação mecânica apresentam resultados semelhantes de tamanho de glóbulo, como pode ser observado na condição de agitação mecânica envolvendo resfriamento contínuo à 1000rpm, condição 9 na Figura 4.30, que obteve dimensão média de glóbulo inferior daquele obtido nas outras condições de tratamento térmico.

Tabela 4.11 - Resultados das análises quantitativas dos reofundidos obtidos por RAM e FPC em todas as condições de processamento.

| Nº | Condições de Reofundição | ϕ (μm) | F_f | I_s |
|----|--|--------------------------|----------|-----------|
| 1 | FPC de matéria-prima refinada 620°C/5min | 116±4 | 1,34±0,1 | 1,17±0,05 |
| 2 | FPC de matéria-prima refinada 620°C/15min | 127±3 | 1,56±0,2 | 1,14±0,06 |
| 3 | FPC de matéria-prima refinada 630°C/5min | 142±3 | 1,31±0,2 | 1,16±0,03 |
| 4 | FPC de matéria-prima refinada 630°C/15min | 213±4 | 1,64±0,3 | 1,21±0,05 |
| 5 | FPC de matéria-prima <i>sem refino</i> 620°C/5min | 462±16 | 1,93±0,3 | 2,05±0,1 |
| 6 | FPC de matéria-prima <i>sem refino</i> 620°C/15min | 512±19 | 1,98±0,3 | 1,50±0,07 |
| 7 | FPC de matéria-prima <i>sem refino</i> 630°C/5min | 476±14 | 1,76±0,2 | 2,00±0,15 |
| 8 | FPC de matéria-prima <i>sem refino</i> 630°C/15min | 657±9 | 1,86±0,2 | 1,21±0,04 |
| 9 | RAM - resfriamento contínuo - 1000rpm (630°C) | 109±7 | 1,57±0,1 | 1,32±0,05 |
| 10 | RAM - resfriamento contínuo - 1500rpm (630°C) | 189±5 | 1,91±0,3 | 1,61±0,08 |
| 11 | RAM - resfriamento contínuo + agitação isotérmica 1000rpm (630°C/5min) | 214±6 | 1,74±0,2 | 1,48±0,08 |
| 12 | RAM - resfriamento contínuo + agitação isotérmica 1000rpm (630°C/15min) | 152±4 | 1,82±0,3 | 1,26±0,06 |
| 13 | RAM - resfriamento contínuo + agitação isotérmica 1500rpm (630°C/5min) | 324±5 | 1,92±0,2 | 1,52±0,06 |
| 14 | RAM - resfriamento contínuo + agitação isotérmica 1500rpm (630°C/15min) | 126±4 | 1,87±0,3 | 1,13±0,08 |

Para o processo de fusão parcial controlada fenômenos de globularização estão presentes na formação da estrutura globular do reofundido, enquanto que para a agitação mecânica mecanismos de multiplicação cristalina estão presentes seguidos de globularização do sólido.

Apesar de resultados semelhantes de tamanho de glóbulo poderem ser obtidos pela utilização dos dois diferentes tipos de processos (RAM ou FPC), tem-se que as melhores condições de processamento de estruturas reofundidas produzindo menor dimensão de glóbulo são aquelas obtidas através de simples tratamentos térmicos de estruturas inicialmente refinadas.

Neste caso menor quantidade de parâmetros precisa ser controlada, não há necessidade de equipamento especiais e com isto não há custos de manutenção associados ao processo, além da operação ser mais simples.

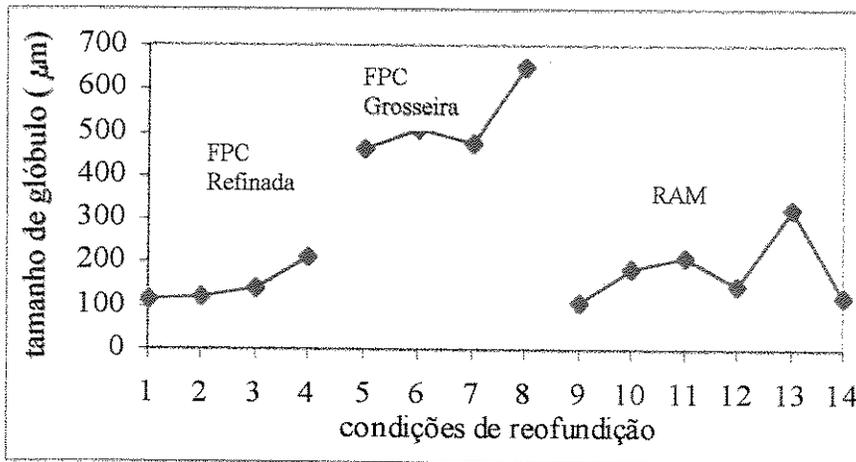


Figura 4.30 – Diâmetro médio de glóbulos de re fundidos obtidos em diferentes condições de processamento por RAM e FPC.

Quanto ao fator de forma obtido para as condições de agitação mecânica e fusão parcial controlada, a Figura 4.31 apresenta graficamente os resultados nas diferentes condições de re fundição.

Observa-se que reduzidos valores de fator de forma são obtidos para o processo que envolve fusão parcial controlada de estrutura inicialmente refinada, porém para os re fundidos obtidos de fusão parcial controlada de matéria-prima sem refino e para os processos de agitação mecânica o fator de forma tende a apresentar valores mais elevados, próximos a 2,0. Comportamento similar ao verificado para o tamanho médio de glóbulo também pode ser observado para o fator de forma, onde em algumas condições de processamento tanto por FPC quanto por RAM fornecem re fundidos com semelhantes valores de F_f .

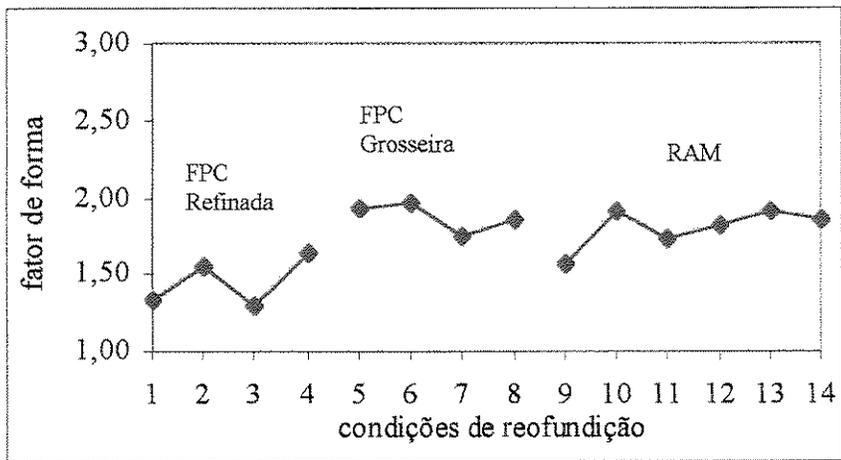


Figura 4.31 – Fator de forma de refundidos obtidos nas diferentes condições de processamento por RAM e FPC.

Os resultados obtidos mostram que morfologia irregular é obtida para os processos que envolvem tratamento térmico de estrutura inicialmente não refinada e para processos de agitação mecânica em geral (à exceção da condição de menores tempos e velocidade de agitação – condição 9).

Analisando a homogeneidade composicional para as diferentes condições de reofundição através dos processos FPC e RAM, temos que a distribuição de Cu na fase primária da estruturas reofundidas apresentou diferenças significativas para os dois tipos de processos. Através da observação da Figura 4.32, onde todas as condições de processamento são apresentadas, pode-se observar menores índices de microsegregação para refundidos obtidos por tratamento térmico de matéria-prima refinada, enquanto nas condições de agitação mecânica índices de microsegregação em geral inferiores aos obtidos por FPC de estruturas grosseiras são observados.

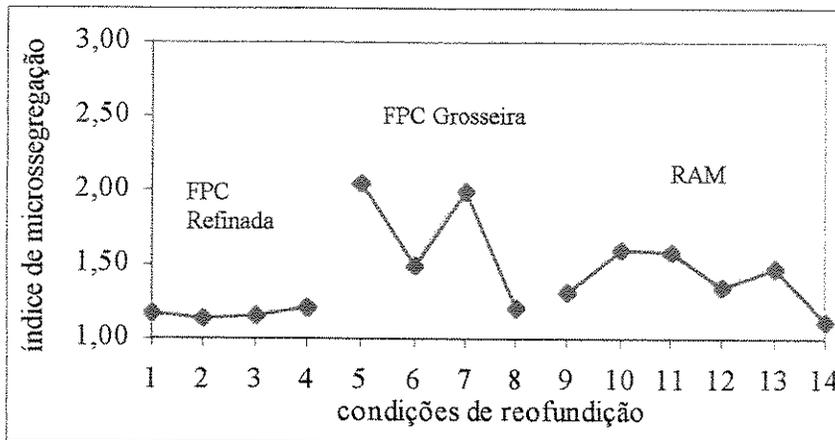


Figura 4.32 – Índices de microsegregação de refundidos obtidos nas diferentes condições de processamento por RAM e FPC

Podemos observar que de acordo com as características desejadas no refundido (tamanho de glóbulo, morfologia ou homogeneidade composicional), é possível obter estruturas refundidas através dos dois processos em estudo, envolvendo a agitação mecânica de líquido ou a fusão parcial controlada de estruturas fundidas convencionais. A escolha do tipo de processo e a manipulação de seus parâmetros operacionais permite, até certo ponto, a antecipação do tipo de estrutura a ser obtida.

De modo geral, o emprego de fusão parcial controlada de estruturas dendríticas refinadas (constituídas de dendritas equiaxiais), ou agitação mecânica do líquido durante solidificação ou, em último lugar, fusão parcial controlada de estruturas dendríticas grosseiras produzem, nesta ordem, estruturas refundidas de qualidade decrescente.

Além disso, a fusão parcial apresenta grandes vantagens operacionais sobre processos envolvendo agitação mecânica: não são necessários equipamentos especiais, menor o custo de manutenção e peças reposição (propulsores, argônio etc.) e menor o número de variáveis de controle, ou seja, o processo é operacionalmente mais simples.

Capítulo 5

Conclusões

5.1. Conclusões quanto ao processo de refundição por agitação mecânica do líquido durante sua solidificação (RAM)

Os resultados obtidos neste trabalho mostram a viabilidade de produção de pastas refundidas da liga Al-4,5%Cu por meio da agitação mecânica do líquido durante seu resfriamento até uma determinada temperatura dentro da zona *sólidus/liquidus*, seguida ou não de agitação isotérmica, empregando para a promoção da agitação rotor com propulsor tipo pá simples.

Lingotes assim produzidos apresentaram heterogeneidades estrutural decorrente de decantação da fase sólida presente na pasta refundida, durante o seu resfriamento após cessada a agitação. Alterações de projeto do equipamento poderiam minimizar o problema.

As microestruturas obtidas apresentaram, de um modo geral:

- alto grau de globularização da fase sólida primária, refletido em valores de F_f da ordem de 1,5 a 2, quando comparadas com estruturas dendríticas onde este valor é da ordem de 30;

- reduzido índice de microsegregação na fase primária globular (I_s da ordem de 1,1 a 1,5) quando comparadas com estruturas dendríticas (I_s da ordem de 1,9); reduzido valor médio de Cu em solução na fase primária (da ordem de 2 à 4%Cu);
- reduzido tamanho de grão/glóbulo (da ordem de 100 a 300 μm), quando comparadas com estruturas dendríticas (da ordem de 600 a 2000 μm).

As características morfológicas e composicionais das microestruturas reofundidas obtidas por RAM dependem fortemente dos parâmetros de reofundição como segue:

- tamanho dos glóbulos da fase primária inicialmente aumenta com o aumento do tempo de agitação; para elevados tempos de agitação, aglomerados podem ser destruídos e há redução no tamanho dos glóbulos. O efeito é acentuado para maiores velocidades de agitação;
- tamanho de glóbulos aumenta com o aumento da velocidade de agitação para tempos de agitação menores que 15min;
- fator de forma da fase primária aumenta com o aumento da velocidade e tempo de agitação, exceto para a maior velocidade e maior tempo testados;
- índice de microsegregação do Cu da fase primária segue o comportamento do tamanho médio de glóbulos, indicando que mecanismos que levam ao crescimento deste promovem incorporação de soluto na matriz.

Dentre as condições de reofundição por agitação mecânica analisadas neste trabalho, as que resultam nos menores tamanhos de glóbulo associados com melhor globularização e homogeneidade composicional, são as seguintes: elevados tempos associados a elevadas velocidades de agitação (elevada frequência de colisão sem coalescência – partículas finas e discretas), ou reduzida velocidade e reduzido tempo de agitação (sem colisão – partículas finas e discretas).

5.2. Conclusões quanto ao processo de re fundição por fusão parcial controlada de estruturas dendríticas (FPC)

Os resultados obtidos neste trabalho mostram a viabilidade de produção de pastas reofundidas da liga Al-4,5%Cu por meio do simples tratamento térmico de estruturas dendríticas convencionais, em temperaturas dentro da zona *sólidos/líquidos*.

Utilizando matéria-prima com dois diferentes tamanhos médios de grãos iniciais, o processo de fusão parcial controlada permitiu a obtenção de estruturas reofundidas homogêneas com relação à distribuição das fases sólida e líquida presentes.

As microestruturas obtidas apresentaram, de um modo geral:

- alto grau de globularização da fase sólida primária, refletido em valores de F_f da ordem de 1,3 a 2, quando comparadas com estruturas dendríticas alongadas onde este valor é da ordem de 30; o F_f de estruturas dendríticas equiaxiais pode ser equivalente ao de estruturas reofundidas;
- menor valor médio de Cu em solução na fase primária (da ordem de 2 à 3%Cu) quando comparadas com estruturas dendríticas (da ordem de 2 à 4%Cu); reduzido índice de microsegregação na fase primária globular;
- presença de precipitados CuAl_2 no interior da fase primária, e em algumas condições de tratamento, de poças de eutético;
- menor tamanho de grão/glóbulo (da ordem de 110 a 600 μm), quando comparadas com estruturas dendríticas (da ordem de 600 a 200 μm).

As características morfológicas e composicionais das microestruturas reofundidas obtidas por FPC dependem fortemente dos parâmetros de re fundição como segue:

- tamanho dos glóbulos da fase primária aumenta com o aumento do tempo e temperatura de tratamento, e com o tamanho inicial de grãos da matéria-prima;

- fator de forma da fase primária no reofundido obtido aumenta com o aumento do tempo de tratamento; não sofre alteração significativa com o aumento da temperatura de tratamento no caso de matéria-prima refinada (com dendritas equiaxiais), mas é reduzido com o aumento da temperatura nos casos de matéria-prima grosseira;
- índice de microsegregação do Cu na fase primária não apresenta variação significativa com o tempo e temperatura de tratamento no caso de matéria-prima refinada; no caso da utilização de matéria-prima com estrutura grosseira, o I_s é reduzido com o aumento do tempo e temperatura de tratamento térmico.

Os resultados obtidos mostram a forte influência da condição inicial da matéria-prima (no caso o tamanho de grão/morfologia das dendritas) nos mecanismos de globularização envolvidos e na consequente qualidade do reofundido obtido por FPC. De um modo geral o processo permitiu a produção de pastas reofundidas de excelente qualidade em termos de morfologia da fase sólida, dimensão média de glóbulo e distribuição de soluto, utilizando pequenos tempos de tratamento em estruturas refinadas. Por outro lado, a utilização de matéria-prima com estrutura de dendritas alongadas, mesmo que finas, produziu estruturas com morfologia irregular, com grande dimensão média de glóbulos e com a presença de grande quantidade de precipitados ou de fase líquida no seu interior.

Dentre as condições de reofundição por fusão parcial controlada analisadas neste trabalho, as que resultam nos menores tamanhos de glóbulo associados com melhor globularização e homogeneidade composicional, são as seguintes: matéria-prima refinada, para permitir rápida globularização, reduzidos tempos e temperaturas de tratamento para evitar crescimento excessivo de glóbulos.

5.3. Conclusões quanto à análise comparativa entre os processos de refundição por agitação mecânica (RAM) e por fusão parcial controlada (FPC).

Ambos os tipos de processos analisados neste trabalho, agitação mecânica de líquido em solidificação e fusão parcial controlada de estruturas dendríticas, propiciaram a formação de estruturas tipicamente reofundidas, constituídas da fase primária Al- α globular.

No entanto, as estruturas reofundidas obtidas por cada tipo de processo podem ser bastante distintas entre si, dependendo das condições de processamento empregadas. Na RAM de modo geral se produz estruturas mais grosseiras e de glóbulos mais irregulares, com maiores valores de microsegregação do soluto na fase primária do que nas estruturas produzidas por FPC.

Estruturas reofundidas obtidas por FPC se apresentam em geral mais globulares que as produzidas por RAM, mas contendo sempre a presença de precipitados ou de poças de eutético no interior da fase primária. Estas diferenças são consequência dos diferentes mecanismos de globularização envolvidos: enquanto na RAM predominam mecanismos de multiplicação cristalina, que permitem menores teores de soluto em solução, na FPC predominam mecanismos de engrossamento, permitindo maiores teores de soluto na matriz.

A análise final dos resultados obtidos permite sugerir as condições de reofundição mais adequadas à produção de estruturas reofundidas de melhores qualidades, para a liga Al-4,5%Cu:

- FPC de estruturas dendríticas equiaxiais, por reduzido tempo e temperatura (620°C, 5 min);
- RAM com reduzidas velocidades e tempo de agitação (1000rpm durante resfriamento de 640°C até 630°C) ou altas velocidades e tempo de agitação (1500rpm durante resfriamento de 640°C até 630°C, seguida de agitação isotérmica de 15 min a 630°C).

Do mesmo modo, pode-se concluir que a produção de refundidos por FPC de matéria-prima constituída de estruturas dendríticas típica de fundidos convencionais (dendritas alongadas) deve ser sempre evitada.

Associando a qualidade do refundido obtido com outros fatores operacionais como a não necessidade de uso de equipamentos especiais, sem custos de manutenção a eles associados, a alta operacionalidade e facilidade de controle, o processo de refundição por fusão parcial controlada deve ser sempre analisado em primeiro lugar quando se pensa na produção de pastas refundidas.

Referências Bibliográficas

AOYAGI, N., KOJIMA, Y. Production process and microstructure of Al alloy foams by semi-solid stirring method. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Colorado. Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites. Golden : Colorado School of Mines, USA, 23-25 June, 1998, p.449-455.

ASSAR, A. et al. Influence of processing variables on structure and porosity in stir-casting Al-Cu alloys. *Metals Technology*. London, v.9, p.165-170, May. 1982.

BARTOS-TAUSIG, G., XIA, K. Rheocasting and semisolid forming of a usually wrought aluminium alloy. In: THE 4th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1996, Sheffield. *Proceedings of the Fourth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Sheffield: University of Sheffield, England, 19-21 June, 1996, p. 290-295.

CAU, E. R., ROBERT, M.H. Obtention of rheocast structures of M-2 and 308-L stainless steel by SIMA. In: THE 2 nd INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1992, Massachusetts. Proceedings of the Second International

Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites. Cambridge, Massachusetts, 10-12 June, 1992, p. 1-10.

CHIARMETTA, G., Thixoforming and weight reduction - industrial applications of SeSoF. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, USA, 23-25 June, 1998, p. 87-96.

COLLOT, J., GREIM, O., An optimized method for preheating of magnesium and aluminium feedstock before die-casting by THIXOMAG process with CalcoMAG software. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, EUA, 23-25 June, 1998, p. 173-180.

COLLOT, J. US Patent No. 4510987 (1987)

CORNIE, J.A., MOON, H. K., FLEMINGS, M.C., A review of semi-solid slurry processing of Al matrix composites. In: CONFERENCE ON FABRICATION OF PARTICULATES REINFORCED METAL COMPOSITIES, 9, 1990, Québec, Canadá. *Proceedings of Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composities*, ASM, September, 1990, p.65-78.

DAMASCO, A., ROBERT, M. H., Structural modifications by overheating Al-Si, Al-Cu and Cu-Zn alloys – a method to produce rheocast slurries. In: THE 1st PACIFIC INTERNATIONAL CONFERENCE ON ADVANCED MATERIALS AND PROCESSING, 10, 1992, Hangzhov, China. *Proceedings of the First Pacific International Conference on Advanced Materials and Processing*. China, November, 1992, p.302-312.

EISEN, P., Introduction of SSM casting safety critical components for automotive applications.

In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, EUA, 23-25 June, 1998, p. ix.

FLEMINGS, M.C. Keynote address: New solidification processes and products. In: International Conference on Solidification and Casting of Metals, 6, 1976, Sheffield. *Proceedings of Solidification and Casting of Metals*, 1976. p.479-485.

FLEMINGS, M.C. Behavior of metal alloys in the semisolid state. The 1990 Edward Campbell Memorial Lecture, ASM INTERNATIONAL, *Metallurgical Transactions*. v.22, p.957-981, May. 1991.

FOGAGNOLO, J.B. *Contribuição à análise dos efeitos de parâmetros de processo na qualidade de compósitos obtidos por compofundição*. Campinas: FEM, UNICAMP, 1996. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1996.

FOGAGNOLO, J.B. et. Al. Avaliação comparativa de dois processos de produção de pastas reofundidas para o processamento de ligas no estado semi-sólido. In: . *Anais do 51º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais*, Porto Alegre, 1996. p. 579-593.

GENDA,G. et al. Mechanism of coarsening of dendrite during solidification. In: Solidification Processing Conference, 1987, Sheffield. *Proceedings of the Solidification Processing*, London, 1987. p. 416-419.

ICHIKAWA, K. et al. Grain refinement in Al-Cu binary alloys by rheocasting. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, v.26, n.7, p.513-522. 1985.

ICHIKAWA, K. et al. Stirring conditions and grain refinement in Al-Cu alloys by rheocasting. *Transactions of the Japan Institute of Metals. Japan*, v.28, p.135-144, 1987.

IDEGOMORI, T., et. al, The manufacturing of automobile parts using semi-solid metal processing. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, EUA, 23-25 June, 1998, p. 71-78

ITT Co. SIMA Process – USA Patent N. 4.415.374, march 1982.

JEFFREY, P.W., HOLCOMB, S., Extrusion of particulate-reinforced aluminum matrix composites. In: *Proceedings of Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites*, ASM, Québec, Canadá, September, 1990, p. 181-186.

JACKSON, K.A., et. al., Transactions AIME, February, 1996, v.236, p.149.

KAHLWEIT, M. On the ageing of dendrites. *Scripta Metallurgica*, New York, New York, v.5, n.2, p.251, May, 1968.

KAPRANOS, P.,ROBERT, M.H. Aplicações industriais do processamento de metais no estado semi-sólido (PSS): O estado da arte. In: 51º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 8, 1996. *Anais do 51º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais*. Porto Alegre, 1996. P.431-438.

KAPRANOS, P. et. al. Semi-solid metal processing of ductile iron. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, EUA, 23-25 June, 1998, p. 71-78

KATTAMIS, T.Z., et. al. Influence of coarsening on dendrite arm spacing of aluminium-copper alloys. Transactions of Metallurgical Society of AIME, New York, v. 239, n.10, p.1504-1511, October, 1967.

KIRKWOOD, D. H., Semisolid metal processing. *International Materials Reviews*, 1994, vol. 39, No 5, p.173-189.

KIUCHI, N., SUGIYAMA, S. A new process to manufacture semi-solid metals. In: THE 2nd INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1992, *Proceedings of the Second International Conference on Processing of Semi-Solid Alloys and Composites*. 1992. p.47-56.

KIUCHI, M., SUGIYAMA, S. Characterization of semi-solid alloys made by SCR-process. In: THE 4th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1996, Sheffield. *Proceedings of the Fourth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Sheffield : University of Sheffield, England, 19-21 June, 1996, p. 197-201.

LANCINI, B.C., ZOQUI, E.J., ROBERT, M.H. Analysis of the thixoextrusion of Al-4,5%Cu alloy. In: 6th INTERNATIONAL CONFERENCE ON ALUMINIUM ALLOYS – THEIR PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES, 7, 1998, Japão. *Proceedings of the Sixth International Conference on Aluminium Alloys – Their Physical and Mechanical Properties*. Toyohashi, Japão, July, 1998, p.285-290.

LEE, H.I. et al. Structure and segregation of stir-cast aluminium alloys. In: *Proceedings of Solidification Technology in the Foundry and Cast House*, Warwick, September, 1980, p.119-125.

MARGARIDO, M. *Efeito de tratamentos termomecânicos na obtenção de estruturas reofundidas por fusão parcial*. Campinas: FEM, UNICAMP, 1998. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de

Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1998. p.44 -106.

MONDOLFO, L.F. *Aluminium alloys: Structure and properties*. London: Buterworth & Co., 1976. Part 2: Binary alloys, p.253-256.

MOTEGI, T., et. al. Continuous casting of semisolid Al-Si-Mg alloy. In: THE 4th DECENNIAL INTERNATIONAL CONFERENCE ON SOLIDIFICATION PROCESSING, 6, 1997, Sheffield. *Proceedings of the Fouth International Conference on Solidification Processing*. England, July, 1997, p. 14-16.

NICHOLAS, N. H. et. al. Application of semi-solid metal forming to the production of small components. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, EUA, 23-25 June, 1998, p. 79-88

PECHINEY ALUMINIUM CATALOG – ALTHIX BILLETS, Catálogo de produtos, França, Abril, 1996.

PIRES, G. P. Uma contribuição ao estudo da reofundição de aços inoxidáveis. Campinas: FEM, UNICAMP, 1998. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1998.

PRASAD, P. R., RAY, S.,GAINDHAR, J. L., KAPOOR, M. L., Microstructure of rheocast Al-4.5 wt% Cu alloy. *Eingegangen*, vol 29, August, 1986.p.376-380.

MIDSON, S.P. et. al. Semi-solid forming high temperature alloys. In: THE 2nd CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1992, EUA. *Proceedings of the Second International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Cambridge, Massachusetts, 10-12 June, 1992, p. 140-148

ROBERT, M. H., KIRKWOOD, D. H., Alloy slurry formation by partial melting. *Proceedings of Solidification Processing*, 1987, Sheffield, Inglaterraa, September 1987, p.405-408.

ROBERT, M.H. Partial Melting as an efficient method to produce rheocast alloy slurries. *Transactions of the Japan Foundrymen's Society*. Tokyo - Japan, vol.12, October, 1993, p.45-51.

ROVIRA, M. M. *Viabilização do tixoforjamento da liga Al-4,5%Cu super-refinada*. Campinas: FEM, UNICAMP, 1996. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1996. p.59 - 98.

ROVIRA, M. M. , LANCINI , B.C.; ROBERT, M.H. – Thixoforming of Al-Cu alloys. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ADVANCES IN MATERIALS AND PROCESSING TECHNOLOGIES, july 1997, p.82-89.

SALVO, L. et al. Influence of thermomechanical history on the structure and rheological behaviour of semi-solid Al-alloys. In: THE 3rd INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, Tokyo. Institute of Industrial Science, University of Tokyo, Japan, 13-15 June, 1994. p. 261-270.

SHIBATA, R. SSM activities in Japan. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, EUA, 23-25 June, 1998, p. li.

SKOLIANOS, S. et al. Coarsening of dispersed intermetallic phases in Al-4,5 pct Cu-2 pct Mn alloy. *Metallurgical Transactions*. v.18A, p.1179-1190, July, 1987.

SPENCER, D.B., MEHRABIAN, R., FLEMINGS, M.C., Rheological behavior of Sn-15%Pb in

the crystallization range. *Metallurgical Transactions* v.3., July, 1972, p. 1925-1932.

SUKUMARAN, K. et. al. Microstructure and mechanical properties of mechanically stirred Al-7Si-0,3Mg alloy in stir cast and thixoforged conditions. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, EUA, 23-25 June, 1998, p. 379-388.

TIETMANN, A. et. al. Preliminary results in thixoforging wrought aluminium alloys. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMISOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITIES, 2, 1992, Cambridge. *Proceedings of the Second International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Cambridge, June, 1992. p. 170-179.

TURKELI, A., AKBAS, N. Formation of non-dendritic structure in 7075 wrought aluminium alloy by SIMA process and effect of heat treatment. In: THE 4th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1996, Sheffield. *Proceedings of the Fourth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Sheffield : University of Sheffield, England, 19-21 June, 1996, p. 71-74.

VALER, J. et.al. Influence of processing on microstructure and semi-solid behaviour ao Al-Ge alloys. In: THE 5t h INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Colorado, USA. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, USA, 23-24 June, 1998, p.3-10.

VOGEL, A. Turbulent flow and solidification: stir-cast microstructure. *Metal Science*, December 1978, p.576-578.

WANG, N. et. al. Tensile and compression properties of stircast Al-5%Cu and Al-80%Zn. In:

THE 3rd INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1994, Tokyo, Japan. *Proceedings of the Third International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Institute of Industrial Science, University of Tokyo, Japan, 13-15 June, 1994, p. 127-134.

WHISLER, N.J., KATTAMIS, T.Z. Dendritic coarsening during solidification. *Journal of Crystal Growth*. North Holland. v.15, p.20-24, 1972.

YUNHUA, W. et. al. The effects of previous deformation and the isothermal temperature in semi-solid state on the thixotropic microstructure. In: THE 5th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1998, Golden, Colorado. *Proceedings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Golden: Colorado School of Mines, EUA, 23-25 June, 1998, p. 693-698.

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

ZOQUI, E. J., ROBERT, M.H. Structure and room temperature properties of Al-4.5wt%Cu in the as-rheocast condition. In: THE 4th INTERNATIONAL CONFERENCE ON SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES, 6, 1996, Sheffield. *Proceedings of the Fourth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*. Sheffield : University of Sheffield, England, 19-21 June, 1996, p. 75-78.

ZOQUI, E. J., ROBERT, M.H. Contribution to the study of mechanisms involved in the formation of rheocast structures. *Journal of Materials Processing Technology*, Suíça, agosto 1999, p. 36-45.