

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
MESTRADO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

JOÃO PAULO GABRE FERREIRA

**ESTUDO MICROESTRUTURAL E REOLÓGICO DA LIGA
RECICLADA DE ALUMÍNIO A380 MODIFICADA PELA ADIÇÃO DE
ESTRÔNCIO**

DISSERTAÇÃO

PONTA GROSSA

2017

JOÃO PAULO GABRE FERREIRA

**ESTUDO MICROESTRUTURAL E REOLÓGICO DA LIGA
RECICLADA DE ALUMÍNIO A380 MODIFICADA PELA ADIÇÃO DE
ESTRÔNCIO**

Dissertação apresentada como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, do Programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Orientador: Prof. Dr. Luciano Augusto Lourençato

PONTA GROSSA

2017

Ficha catalográfica elaborada pelo Departamento de Biblioteca
da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Ponta Grossa
n.55/17

F383 Ferreira, João Paulo Gabre

Estudo microestrutural e reológico da liga reciclada de alumínio A380
modificada pela adição de estrôncio. / João Paulo Gabre Ferreira. 2017.
104 f.: il.; 30 cm.

Orientador: Prof. Dr. Luciano Augusto Lourençato

Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-
Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do
Paraná. Ponta Grossa, 2017.

1. Ligas de alumínio. 2. Estrôncio. 3. Grãos - Refinação. I. Lourençato, Luciano
Augusto. II. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. III. Título.

CDD 620.1



Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Campus Ponta Grossa
Diretoria de Pesquisa e Pós-Graduação
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA



FOLHA DE APROVAÇÃO

Título de Dissertação Nº **15/2017**

ESTUDO MICROESTRUTURAL E REOLÓGICO DA LIGA RECICLADA DE ALUMÍNIO A380 MODIFICADA PELA ADIÇÃO DE ESTRÔNCIO

por

João Paulo Gabre Ferreira

Esta dissertação foi apresentada às 13 horas de **27 de Julho de 2017** como requisito parcial para a obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA, com Área de Concentração em Processos de Fabricação e Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora, composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho APROVADO.

**Prof. Dr. Eugênio José Zoqui (DEF-FEM-
UNICAMP)**

**Prof. Dr. Anderson Geraldo Marena
Pukasiewicz (DAMEC-UTFPR-PG)**

**Prof. Dr. Luciano Augusto Lourençato
(DAMEC-UTFPR-PG) – Orientador**



Visto do Coordenador:

**Prof. Dr. Anderson Geraldo Marena
Pukasiewicz**
Coordenador do PPGEM
UTFPR – Câmpus Ponta Grossa

Este trabalho é dedicado à minha Mãe,
pois sem ela nenhum dos meus sonhos
seria possível.

AGRADECIMENTOS

Certamente estes parágrafos não irão atender a todas as pessoas que fizeram parte dessa importante fase de minha vida. Portanto, desde já peço desculpas àquelas que não estão presentes entre essas palavras, mas elas podem estar certas que fazem parte do meu pensamento e de minha gratidão.

Primeiramente agradeço a Deus pela minha vida e por tudo o que ele me proporciona.

Agradeço a toda minha família, principalmente à minha mãe e minha namorada pelo apoio incondicional que me foi dado em todas as etapas da minha vida até que eu pudesse chegar a esse momento.

Agradeço a todos os meus amigos, pois com vocês tive alguns dos melhores momentos da minha vida, todos ficarão guardados na minha memória.

Agradeço também ao meu orientador Prof. Luciano pela amizade e pelos conhecimentos que com ele adquiri. Agradeço também a todos os professores que participaram da minha formação acadêmica.

Agradeço a todos da UTFPR-PG que, de alguma forma, contribuíram para a realização desse trabalho, e de forma especial gostaria de agradecer ao Eriel pelas diversas ajudas nas etapas de realização desse trabalho.

Através do Prof. José Eugênio Zoqui gostaria de agradecer a todos os funcionários e alunos do DEF/FEM/UNICAMP pelas contribuições dadas a esse trabalho, em especial gostaria de citar os nomes de Cecilia Weishaupt e de Miguel Zelaya pelo suporte prestado a mim.

RESUMO

FERREIRA, João Paulo Gabre. **Estudo microestrutural e reológico da liga reciclada de alumínio A380 modificada pela adição de estrôncio**. 2017. 104 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2017.

A liga de alumínio A380 é uma das principais matérias primas utilizadas na indústria de fundição sob pressão, além de já ser objeto de pesquisas no ramo de materiais semissólidos. Porém, não há registros de estudos desse material modificado pela adição de Sr quando empregado como material semissólido. Sendo assim, este trabalho teve como objetivo analisar a microestrutura e o comportamento reológico dessa liga em 4 diferentes condições. Sendo a primeira delas no estado como fundida, a segunda condição com refinamento da fase primária de alumínio, e outras duas condições onde além da liga refinadora também foi adicionado 200ppm e 600ppm de Sr como agente modificador da fase eutética. Inicialmente foram realizadas análises metalográficas para avaliar a eficiência do refinamento e da modificação imposta à liga A380, onde os principais resultados apontaram que a liga refinadora Al-5Ti-1B foi capaz de reduzir significativamente o tamanho de grão da fase primária, bem como a adição de Sr foi capaz de modificar a morfologia da fase eutética Al-Si. Na sequência, análises via equação de Scheil e análises via DSC foram realizadas com o objetivo de mapear a evolução da fração sólida em relação a temperatura para as quatro condições propostas para a liga A380, assim como para estabelecer a temperatura de trabalho equivalente a 60% de Fs (Fração Sólida). Os resultados apontaram para uma pequena divergência entre os dados obtidos pelas duas técnicas, onde as temperaturas obtidas via DSC são ligeiramente superiores às obtidas via equação de Scheil. Porém, nenhuma variação significativa foi encontrada dentre as 4 condições analisadas. Neste trabalho, prevaleceu a temperatura de 60% de Fs obtida via equação de Scheil (562°C). No que diz respeito ao comportamento semissólido, inicialmente foi analisada a evolução morfológica dos materiais frente ao tratamento térmico de globularização com tempos de retenção de 0, 30 e 90 segundos e fração sólida de 60%. As análises via metalografia convencional e metalografia com luz polarizada, apontam para uma globularização mais eficiente nos materiais que sofreram refinamento da fase primária e modificação por Sr, sendo os melhores resultados obtidos para a condição com refinamento de grão e modificação com 200ppm de Sr. Por fim, o teste de compressão a quente foi realizado nas 4 condições propostas, utilizando os tempos de retenção e Fs previamente estabelecidos. Os resultados obtidos apontam que tanto o refinamento de grão da fase primária quanto a modificação da fase eutética tem influência no comportamento reológico da liga A380.

Palavras-chave: Tixoconformação. Semissólido. Estrôncio. Ligas de Alumínio. Refinamento de grão.

ABSTRACT

FERREIRA, João Paulo Gabre. **Microstructural and rheological study of the A380 recycled aluminum alloy modified by strontium addition**. 2017.104 p.
Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica - Federal Technology University - Parana, Ponta Grossa, 2017.

The A380 aluminum alloy is one of the main raw materials used in the die casting industry, and has already been the subject of research in the field of semi-solid materials. However, there is a lack of studies about this material when modified by Sr and used as semi-solid material. Thus, this work aims to analyze the microstructure and rheological behavior of this alloy in 4 different conditions. The first condition is as cast, the second one is with grain refinement of the Al- α phase, and the other two conditions, and besides the grain refining, was also added 200ppm and 600ppm of Sr. Initially, metallographic analyzes were performed to evaluate the efficiency of the grain refinement and the eutectic modification in the A380 alloy. The main results indicated that the Al-5Ti-1B refining alloy was able to significantly reduce the grain size of the primary phase, as well as the addition of Sr was able to modify the morphology of the Al-Si eutectic phase. Then, analyzes via Scheil equation and DSC were performed to evaluate the evolution of the solid fraction along the temperature for the four conditions established for the A380 alloy, as well as to set the temperature equivalent to 60% of Fs (Solid Fraction). The results pointed to a slight divergence between the data obtained by the two techniques, where the DSC temperatures were slightly higher than those obtained via the Scheil equation. However, no significant variation was found among 4 conditions analyzed. Therefore, in this work, the chosen temperature of 60% of Fs was 562°C, obtained via the Scheil equation. About the semi-solid behavior, the morphological evolution of the materials was analyzed after the globularization thermal treatment with holding times of 0, 30 and 90 seconds and a solid fraction of 60%. The analysis by conventional and polarized light metallography, point to a more efficient globularization in the refined as well as in the modified materials, the best results was found for the refined and 200ppm Sr modified condition. Finally, the hot compression test was performed in the alloys, using the holding times and Fs previously established. The results indicate that both the grain refinement and the Sr modification have influence on the rheological behavior of the A380 alloy.

Keywords: Tixoconforming. Semi-solid. Strontium Modification. Aluminum Alloys. Grain refinement.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Principais elementos de liga para ligas de alumínio.....	18
Figura 2- Estruturas cristalinas para ligas Al-Si: (A) hípoeutéticas, (B) eutéticas e (C) hipereutéticas.....	21
Figura 3 - Efeito do refinamento de grão em uma liga de alumínio comercialmente puro: (A) sem a adição de elementos refinadores e (B) com a adição de 0,2% da liga refinadora Al5Ti1B.....	22
Figura 4 – Morfologia da região eutética de uma liga Al-Si-Cu-Fe-Zn: (a) modificada pela adição de 50ppm de Sr e 80ppm de Bi, (b) sem modificação	26
Figura 5 - Micrografia ótica de uma partícula de AIP ao centro de um cristal de Si eutético.....	27
Figura 6 - Mecanismo de nucleação da fase eutética: (a) nucleação nas paredes do molde e crescimento contrário ao gradiente térmico, (b) nucleação adjacente às dendritas e (c) nucleação independente de grão eutéticos nos espaços interdendríticos.....	28
Figura 7 - Partículas de AIP adjacentes às dendritas de Al- α (a) e nucleação do Si eutético a partir das partículas de AIP (b).	28
Figura 8 - Ângulos formados no plano de macla característicos de placas de Si eutético.....	29
Figura 9 - Mecanismos de segregação na modificação do eutético pela adição de Sr.	30
Figura 10 - Rotas para o processamento de materiais semissólidos.	33
Figura 11 - Microestrutura globular da liga AA6061 no estado semissólido.....	39
Figura 12 - (a) Braço dendrítico sem deformação (b) braço dendrítico deformado, (c) formação de uma nova fronteira de grão de alto ângulo por recristalização (d) destacamento do braço dendrítico.	40
Figura 13 - Processo de globularização.....	40
Figura 14 - Mecanismos de engrossamento propostos por: (1) Kirkwood e Young (1992) e (2) Genda (1987).....	41
Figura 15 - Mecanismos de Ostwald ripening propostos por: (1 e 2) Kattamis e Flemings, 1967, e (3) Kahlweit, 1968.	42
Figura 16 - Evolução morfológica da liga A357 para um estado inicial dendrítico (a) e globular (b) para tempos de retenção de 5min e 15hr.....	43
Figura 17 - Fluxograma das atividades desenvolvidas no trabalho.....	49
Figura 18 – (a) Forno de indução GRION 35 KW, (b) cadinho com capacidade para 2,3 Kg de alumínio (c) moldes metálicos.....	51
Figura 19 - Esquema do corte realizado nas amostras a serem embutidas.....	53
Figura 20 - Microscópio ótico ZEISS modelo Axio Imager.A2m.....	54
Figura 21 - Bobina de Indução Utilizada no Tratamento de Globularização.	56
Figura 22 - Amostras utilizadas nos tratamentos térmicos de globularização.	57
Figura 23 - Microscópio ótico Leica DM ILM.	58
Figura 24 - Prensa Kalatec e sistema de aquisição de dados.....	60

Figura 25 - Forno indutivo utilizado no aquecimento das amostras.	61
Figura 26 - Amostras utilizadas no tratamento térmico de globularização.	61
Figura 27 - Imagens metalográficas com aumento de 100X da liga A380 no estado: (A) como fundida, (B) refinada + 0 ppm de Sr, (C) refinada + 200 ppm de Sr e (D) refinada + 600 ppm de Sr.	65
Figura 28 - Imagens metalográficas com 1000X de aumento da liga A380 no estado: (A) natural, (B) refinada, (C) refinada + 200 ppm de Sr e (D) refinada + 600 ppm de Sr.	67
Figura 29 - Imagens da região eutética Al-Si via MEV utilizando ataque profundo com HCl, para as condições: (A) como fundida e (B) refinada (C) refinada +200 ppm de Sr e (D) refinada + 600 ppm de Sr.	69
Figura 30 - (A) Imagem obtida por MEV da liga A380 com refinamento de grão + 200ppm de Sr. (B), (C), (D), (E) e (F) Imagens obtidas nas análises via para os elementos Al, Si, Cu, Zn e Fe respectivamente.	70
Figura 31 – Resultado da análise via EDS para as regiões correspondentes às fases (A) Al- α , (B) Eutétio Al-Si, (C) Fe- β e (D) θ -Al/Cu.	71
Figura 32 - Imagens da liga A380 no estado como fundida via metalografia convencional (A), (B) e (C), e via microscopia com luz polarizada (D), (E) e (F).	78
Figura 33 - Imagens da liga A380 refinada + 0 ppm de Sr via metalografia convencional (A), (B) e (C), e via microscopia com luz polarizada (D), (E) e (F).	79
Figura 34 - Imagens da liga A380 refinada + 200 ppm de Sr via metalografia convencional (A), (B) e (C), e via microscopia com luz polarizada (D), (E) e (F).	80
Figura 35 - Imagens da liga A380 refinada + 600 ppm de Sr via metalografia convencional (A), (B) e (C), e via microscopia com luz polarizada (D), (E) e (F).	81
Figura 36 - Amostras após o teste de compressão a quente.	88

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1- Diagrama de fase Al-Si.....	20
Gráfico 2 - Evolução do tamanho de grão com relação ao aumento do Si para ligas de Al refinadas pela adição de 0,02wt% Ti.	23
Gráfico 3- Tamanho de grão em relação à adição de Ti e B para a liga Al-7wt%Si utilizando diferentes refinadores de grão.	24
Gráfico 4 - Influência da adição de magnésio no refinamento da liga Al-7wt%Si.....	25
Gráfico 5 - Representação da região semissólida.....	31
Gráfico 6 - Diagrama esquemático dos processos SIMA (a) e RAP (b).	36
Gráfico 7 - Variação da relação entre tamanho de grão e glóbulo (Tgr/Tgl) de acordo com o aumento da taxa de aquecimento.	44
Gráfico 8 - Influência dos parâmetros metalúrgicos na viscosidade aparente da liga A356 no estado semissólido.....	45
Gráfico 9 - Comportamento teórico do gráfico tensão-deformação para materiais semissólidos.....	46
Gráfico 10 - Viscosidade em relação a taxa de cisalhamento para a liga A380 analisada em diferentes temperaturas.	47
Gráfico 11- Rampa de aquecimento utilizada nos ensaios de DSC.	55
Gráfico 12 - Resultado das análises via DSC.....	73
Gráfico 13 - Variação da fração sólida em relação a temperatura.	76
Gráfico 14 - Variação do tamanho de célula dendrítica (A) e tamanho de grão (B) em relação ao tempo de retenção durante o tratamento térmico de globularização.	84
Gráfico 15 - Variação do fator de forma em relação ao tempo de retenção.....	86
Gráfico 16 - Variação do Índice RQI em relação ao tempo de retenção.	87
Gráfico 17 – Tensão-deformação obtidos durante o teste de compressão a quente com tempos de retenção de 0, 30 e 90 segundos para as amostras (A) como fundida, (B) refinada, (C) refinada + 200ppm de Sr e (D) refinada + 600ppm de Sr. 90	
Gráfico 18 – Viscosidade aparente em relação a taxa de cisalhamento com tempos de retenção de 0, 30 e 90 segundos para as condições (A) como fundida, (B) refinada, (C) refinada + 200ppm de Sr e (D) refinada + 600ppm de Sr.....	93

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Condições dos Vazamentos Realizados	52
Tabela 2: Composição química da liga A380.	64
Tabela 3: Temperaturas de transformação de fase obtidas via DSC.....	74
Tabela 4: Parâmetros utilizados na equação de Scheil e resultados de temperatura para 60% de fração sólida.....	75
Tabela 5: Temperaturas correspondentes a 60% de Fs segundo a figura 47.....	76
Tabela 6: Valores de tamanho médio de célula dendrítica (DCS), tamanho médio de grão (GS) e relação entre tamanho de célula dendrítica e grão (DCS/GS).....	82
Tabela 7: Valores de fator de forma e índice RQI.	85
Tabela 8: Valores de tensão de escoamento e deformação.	92
Tabela 9: Valores de viscosidade aparente máxima e média.	95

LISTA DE SIMBOLOS

K	Coeficiente de distribuição de soluto
C_0	Concentração Inicial de Soluto
C_l	Concentração de Soluto no Líquido
C_s	Concentração de Soluto no Sólido
Al- α	Fase Alumínio Alfa
F	Força
F_l	Fração Líquida
F_s	Fração Sólida
R	Raio
γ'_{av}	Taxa de Cisalhamento
dh/dt	Taxa de deformação
T_f	Temperatura de Fusão
T_{liq}	Temperatura <i>liquidus</i>
T_s	Temperatura de Semissólido
T	Temperatura de trabalho
Σ	Tensão
H	Viscosidade Aparente
V	Volume

LISTA DE SIGLAS E ACRÔNIMOS

ASTM	American society for testing and Materials
Abal	Associação Brasileira de Alumínio
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
CETEM	Centro de Transformação de Materiais
DEF	Departamento de Fabricação
DEMa	Departamento de Materiais
FEM	Faculdade de Engenharia Mecânica
MIT	Instituto de Tecnologia de Massachusettes
MHD	Magnetohydrodynamic stirring
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
DCP	Ponto de Coerência Dendrítica
RAP	Recrystallisation and Partial Melting
RQI	Rheo Quality Index
SSM	Semi-solid Material
Senai	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
SAE	Society of Automotive Engineers
SIMA	Stress-induced and melt-activated
DCS	Tamanho de Célula Dendrítica
GS	Tamanho de Grão
TPRE	Twin Plane Re-entrant Edge
UNICAMP	Universidade de Campinas
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
1.1 OBJETIVO GERAL	16
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
1.3 JUSTIFICATIVA	16
2 REFERENCIAL TEÓRICO	18
2.1 LIGAS DE ALUMÍNIO	18
2.2 LIGAS DE ALUMÍNIO-SILÍCIO	20
2.2.1 Refinamento de Grão	22
2.2.2 Modificação da Fase Eutética de Ligas Al-Si	25
2.2.2.1 Teoria da restrição à nucleação	26
2.2.2.2 Teoria do crescimento restrito	29
2.3 PROCESSAMENTO DE MATERIAIS SEMISSÓLIDOS	30
2.3.1 Técnicas Para a Obtenção de SSM	33
2.3.2 Métodos Para Análise da Fração Sólida	36
2.3.3 Morfologia de Materiais Semissólidos	38
2.3.4 Comportamento Reológico de Pastas Semissólidas	44
3 METODOLOGIA	49
3.1 PREPARAÇÃO DAS LIGAS	49
3.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E METALOGRAFICA	52
3.3 PREPARAÇÃO METALOGRAFICA	52
3.4 MICROSCOPIA ÓTICA E MEV	53
3.5 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)	54
3.6 ANÁLISE METALOGRAFICA APÓS A GLOBULARIZAÇÃO	56
3.7 ANÁLISE DE VISCOSIDADE VIA ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE ..	59
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	63
4.1 RESULTADOS DA ANÁLISE MORFOLÓGICA	63
4.2 ANÁLISE DA TEMPERATURA DE SEMISSÓLIDO	72
4.3 INFLUÊNCIA DO ESTRÔNCIO NA GLOBULARIZAÇÃO DA LIGA A380	77
4.4 TESTE DE COMPRESSÃO A QUENTE	88
4.4.1 Tensão x Deformação	89
4.4.2 Viscosidade Aparente x Taxa de Cisalhamento	92
5 CONCLUSÕES	97
REFERÊNCIAS	100

1 INTRODUÇÃO

O processamento de materiais metálicos no estado semissólido (SSM, do inglês, *Semi Solid Materials*) surgiu no início da década de 70 a partir de um estudo realizado por Spencer, Mehrabian e Flemings (1972). Durante esse estudo, os pesquisadores observaram que ao aplicar taxas de cisalhamento no material durante o seu processo de solidificação, a morfologia dendrítica do material era alterada para um estado esferoidal, resultando em uma queda significativa da viscosidade do material. Esse fenômeno, chamado de tixotropia, era até então desconhecido em materiais metálicos.

Não demorou muito para que pesquisadores começassem a notar uma série de vantagens ao se trabalhar com metais no estado semissólido, uma vez que quando aplicados a processos de conformação era possível obter produtos com excelentes propriedades mecânicas e mais próximos de suas dimensões finais (*near net shape*), utilizando uma menor carga para conformação.

O processamento de SSM é atualmente aplicado para a fabricação de peças complexas, que necessitam de boas propriedades mecânicas e uma baixa ocorrência de defeitos, sendo que os principais ramos da indústria a utilizar essa técnica são os setores aeroespacial e automobilístico.

Porém, um dos grandes problemas enfrentados por essa tecnologia é a pouca variedade de materiais efetivamente aplicados como semissólidos. Na maioria dos trabalhos encontrados na literatura nota-se a predominância das ligas de alumínio A356 e A357, o que se reflete também no âmbito industrial.

É possível encontrar atualmente diversas pesquisas que buscam compreender melhor o comportamento de SSM já existentes, desenvolver novas técnicas para obter SSM de boa qualidade ou, como no caso deste trabalho, estudos que analisam os mais diversos materiais quando submetidos ao estado semissólido.

A liga de alumínio A380 é uma liga tradicionalmente utilizada em processos de fundição sob pressão, sendo possível encontrar trabalhos com este material aplicado também em processos de tixoconformação. Porém, não existe na literatura o estudo do comportamento desse material no estado semissólido quando o mesmo é modificado pela adição de Sr.

Adições de Sr é uma das principais formas de melhorar o comportamento mecânico de ligas de Al-Si, pois tal elemento, quando adicionado em pequenos

teores, modifica a estrutura dos cristais de Si eutético, aumentando consideravelmente a ductilidade dessas ligas.

Dessa maneira, o foco deste trabalho é estudar o comportamento microestrutural e reológico da liga reciclada de alumínio A380 utilizando a técnica de refinamento químico de grão para obter a pasta tixotrópica, bem como analisar o efeito do estrôncio no comportamento dessa liga no estado semissólido.

1.1 OBJETIVO GERAL

Analisar a influência da modificação por estrôncio no comportamento microestrutural e reológico da liga reciclada de alumínio A380 no estado semissólido, aplicando a técnica de refinamento de grão como forma de obter a pasta tixotrópica.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

I. Analisar as mudanças morfológicas ocasionadas pela adição da liga refinadora Al5Ti1B, assim como pela adição de 200ppm e 600ppm de Sr.

II. Verificar como a fração sólida evolui de acordo com o aumento da temperatura para 4 condições de liga: condição fundida, refinada, refinada com 200ppm e 600ppm de Sr.

III. Analisar a evolução microestrutural para as 4 condições de liga após o tratamento térmico de globularização com tempos de retenção na temperatura de semissólido de 0, 30 e 90 segundos com uma fração sólida de 60%.

IV. Analisar o comportamento reológico das 4 condições da liga propostas por meio do ensaio de compressão a quente utilizando os mesmos tempos de retenção e fração semissólida adotados no estudo microestrutural.

1.3 JUSTIFICATIVA

A tixoconformação pode ser considerada uma mistura de um processo metalúrgico e mecânico, e proporciona uma série de vantagens que acabam acarretando em benefícios quando comparada com as técnicas de conformação e fundição convencionais. Porém, este processo é relativamente recente e não existem muitos estudos na área quando comparado com outros processos de fabricação. Por esse motivo, estudos que acarretem um melhor entendimento desta técnica, bem como desenvolver o seu potencial, são fundamentais para esse ramo do conhecimento.

A liga A380 é uma das principais ligas utilizadas em processos de fundição sob pressão, sendo esse processo concorrente à tixoconformação, portanto o

estudo desse material é pertinente do ponto de vista comparativo entre as duas técnicas.

A técnica de refinamento químico de grão, seguido do tratamento de globularização é uma alternativa aos processos convencionais de tixoconformação, tendo como principal vantagem não necessitar de nenhum equipamento para realizar a agitação do material, reduzindo assim os custos do processo.

A utilização de Sr como modificador da fase eutética de ligas de Al-Si é uma das principais formas de melhoramento do comportamento mecânico de tais ligas, porém não existe uma diversidade de estudos dessas ligas modificadas quando submetidas ao estado semissólido, tornando necessária uma análise mais detalhada desse fenômeno.

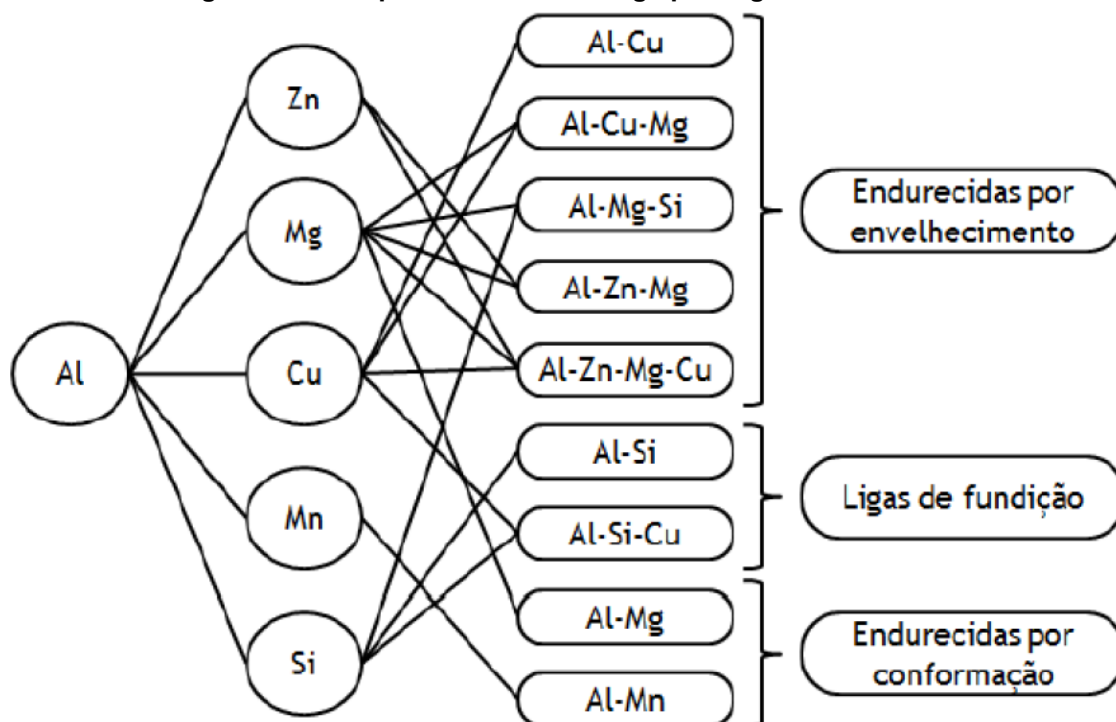
A utilização de técnicas de caracterização micro e macroestrutural aliadas com a análise de viscosidade através do teste de compressão entre placas paralelas fornece um parecer completo do comportamento de SSM.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 LIGAS DE ALUMÍNIO

O alumínio é o segundo metal mais abundante do planeta, e este apresenta excelente condutividade térmica e elétrica além de baixa densidade (ASM, 2004). Porém, com o objetivo de melhorar as suas propriedades mecânicas e facilitar o seu processamento, esse metal é frequentemente ligado a elementos como Si, Cu, Mg, Mn e Zn. A Figura 1 apresenta uma classificação das ligas de alumínio de acordo com os principais elementos de liga utilizados.

Figura 1 - Principais elementos de liga para ligas de alumínio.



Fonte: HATCH (1986).

Influência da adição de Si: Si é o elemento mais comum nas ligas de alumínio, pois melhora a fluidez, proporciona a redução do coeficiente de expansão térmica, além de aumentar a resistência ao desgaste de peças fundidas (ABAL, 2003). Por estes motivos, as ligas Al-Si também são chamadas de ligas de alumínio para fundição, e por se tratar do objeto de estudo desse trabalho mais detalhes serão abordados à frente.

Influência da adição de Cu: O cobre é responsável por aumentar a dureza e a resistência mecânica em ligas para fundição, através de solução sólida ou formação de precipitados endurecedores (APELIAN, 2009). Esse aumento da dureza facilita a formação de cavaco, melhorando a usinabilidade dessas ligas.

Os teores de cobre mais convencionais em ligas para fundição são de 2 a 4,5% proporcionando aumento das propriedades mecânicas sem que haja o surgimento de defeitos como porosidade. Ligas de Al-Cu são tratáveis termicamente para teores de Cu ao redor de 5% (ABAL, 2003)

Influência da adição de Fe: O ferro é considerado a principal impureza para ligas de alumínio devido a formação de intermetálicos frágeis ou insolúveis, como as plaquetas altamente facetadas de β -Al₅FeSi atuando como concentradores de tensão e reduzindo com isso propriedades como ductilidade e tenacidade à fratura (TILLOVÁ, CHALUPOVÁ e HURTALOVÁ, 2012).

A presença de ferro pode ser benéfica quando adicionado deliberadamente juntamente com níquel formando compostos estáveis que melhoram a resistência a quente do alumínio. Além disso, teores entre 0,6 e 1,0% são comumente encontrados em ligas para fundição sob pressão pois diminui o desgaste do ferramental, porém acima desses teores aumenta a fragilidade das peças (ABAL, 2003).

Influência da adição de Mg: Ligas Al-Mg possuem uma excelente resistência pela formação de solução de sólida, além de boas propriedades de resistência a corrosão e boa usinabilidade (SENAI, 1987).

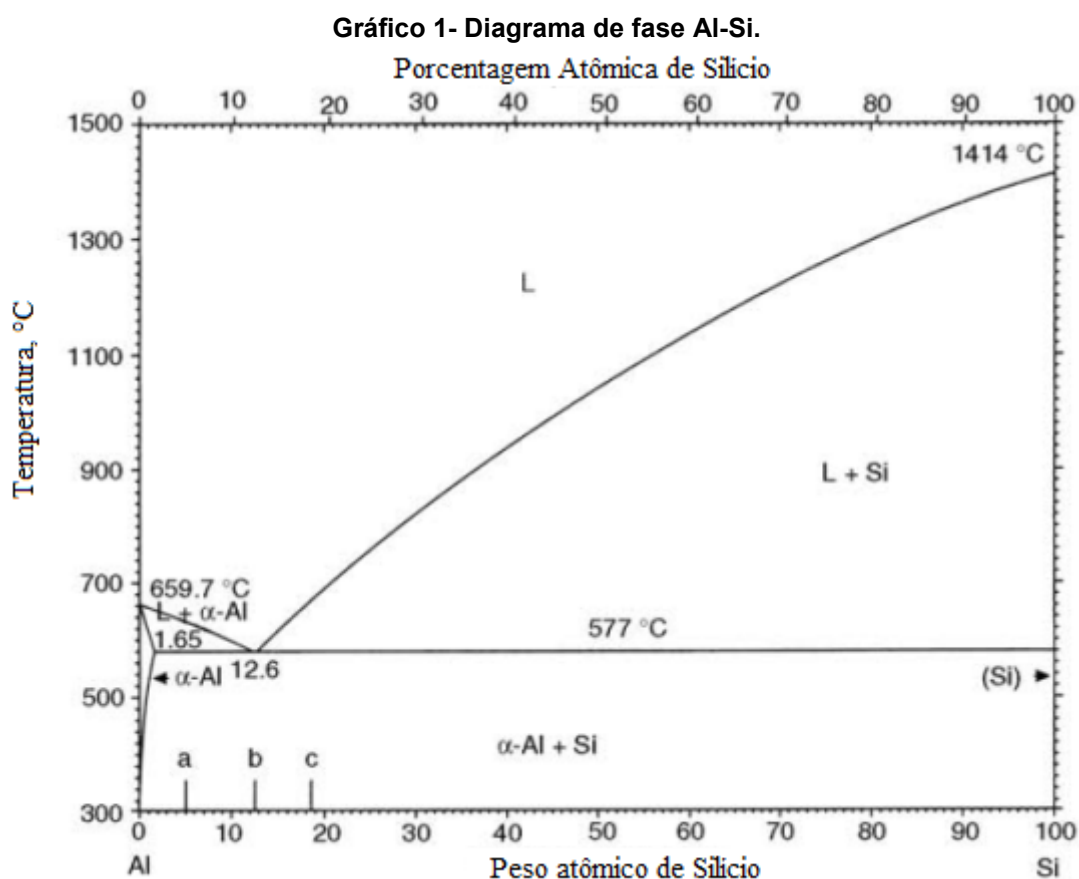
Ligas de alumínio contendo magnésio podem formar precipitados endurecedores do tipo Mg₂Si e Al₂CuMg, resultando em um acréscimo significativo das propriedades mecânicas dessas ligas (KAUFMAN, 2000). O principal ponto negativo de ligas de Al-Mg é que conforme o teor de Mg aumenta, a fluidez da liga diminui. (ABAL, 2003)

Influência da adição de Zn: O Zinco é um forte elemento endurecedor quando adicionado em altos teores. Forma junto com o magnésio precipitados MgZn₂, o que confere a esses materiais as mais altas resistências mecânicas entre

as ligas de Alumínio. O maior problema dessas ligas é que são suscetíveis à corrosão sob tensão (ABAL, 2003)

2.2 LIGAS DE ALUMÍNIO-SILÍCIO

O Silício é o elemento químico de maior importância no que diz respeito às ligas de alumínio para fundição. Este elemento é responsável por aumentar consideravelmente a fluidez do alumínio, permitindo com isso maior facilidade no preenchimento de moldes, além de diminuir a contração térmica e podendo ainda proporcionar o aumento da resistência mecânica quando combinado com elementos como Cu e Mg (APELIAN, 2009). No Gráfico 1 podemos ver o diagrama de equilíbrio Al-Si.

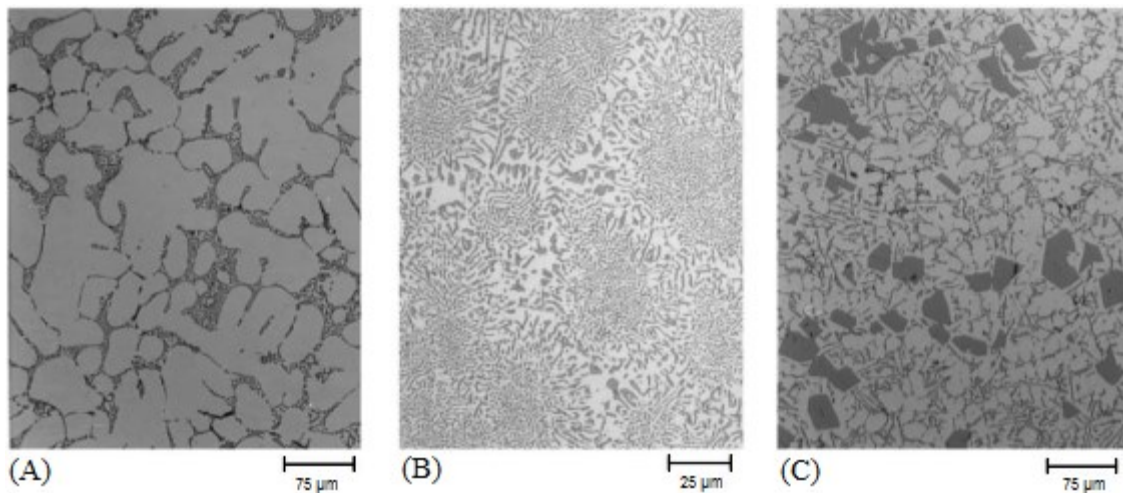


Fonte: ASM (2004).

As ligas de Al-Si são comumente divididas em 3 grandes categorias, sendo hipoeutéticas (0 a 10%), eutéticas (11 a 13%) e hipereutéticas (14 a 20%). Nas ligas

hipoeutéticas, a microestrutura convencional de solidificação é composta por estruturas dendríticas de α -Al circundadas pela fase eutética Al-Si assim como apresentado na Figura 2 (A).

Figura 2- Estruturas cristalinas para ligas Al-Si: (A) hípoeutéticas, (B) eutéticas e (C) hipereutéticas.



Fonte: ASM, 2004.

A formação 100% eutética ocorre na composição de 12,6% em peso e a uma temperatura de 577°C. Assim como podemos ver na Figura 2 (B), a estrutura eutética convencional para uma liga Al-Si é composta por placas facetadas de Si dispersas de forma irregular em matriz de alumínio (SANTOS, 2006).

Para teores de Si acima da composição eutética ocorre a formação de cristais de Si com interfaces facetadas (Figura 2 (C)). Santos (2006) explica que essa formação ocorre devido ao fato de o Si não ser um metal típico, promovendo com isso o crescimento dessas interfaces através da incorporação de átomos em planos definidos.

O melhoramento das propriedades mecânicas das ligas de Al-Si pode ser obtido através da adição de elementos como Cobre e Magnésio. Tais elementos tornam as ligas Al-Si tratáveis termicamente. No caso do Cu, este é ainda o principal elemento responsável pelo acréscimo de resistência mecânica pela formação de solução sólida (APELIAN, 2009).

Outras formas de melhorar o comportamento mecânico de ligas Al-Si é pelo refinamento dos grãos de Al primário através da adição de elementos como Ti e B, e

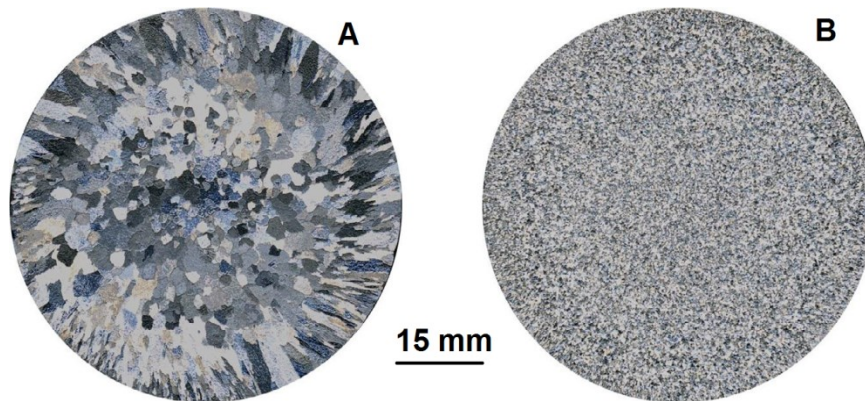
também pela modificação das placas de Si eutético pela adição de pequenos teores de estrôncio.

2.2.1 Refinamento de Grão

Uma das formas mais comuns de melhorar o comportamento mecânico de ligas Al-Si é através do refinamento das estruturas dendríticas de Al- α através da adição de elementos refinadores como Ti e B. Callister (2006) explica o aumento da resistência mecânica em ligas refinadas através do aumento dos contornos de grão, onde estes atuam como barreiras para a movimentação de discordâncias.

O princípio básico do refinamento químico de grão é gerar condições de nucleação heterogênea para aumentar a quantidade de núcleos de solidificação, suprimindo assim o crescimento das estruturas dendríticas. A Figura 3 mostra o efeito do refinamento de grão em uma liga de alumínio comercialmente puro.

Figura 3 - Efeito do refinamento de grão em uma liga de alumínio comercialmente puro: (A) sem a adição de elementos refinadores e (B) com a adição de 0,2% da liga refinadora Al5Ti1B.



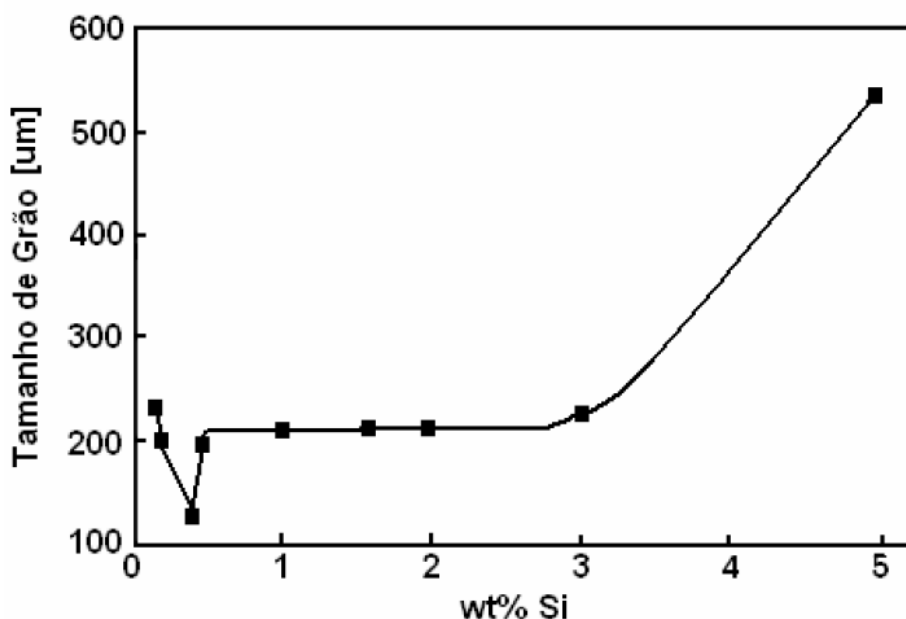
Fonte: Fan et al., 2015

O refinador de grão mais utilizado para ligas Al-Si é a liga 94wt%Al-5wt%Ti-1wt%B (Al-5Ti-1B). Nesse tipo de liga existem partículas de TiB_2 e agulhas grosseiras de Al_3Ti dispersas na matriz de alumínio, onde ambas as partículas poderiam teoricamente agir como nucleadores do Al- α , porém o intermetálico Al_3Ti se dissolve no metal líquido, por esse motivo espera-se que a nucleação se inicie a partir das partículas de TiB_2 (LUMLEY, 2011).

Até hoje não existe um consenso entre pesquisadores sobre qual é o exato mecanismo de nucleação do alumínio primário em ligas refinadas, porém em estudos mais recentes como o realizado por Fan et al., (2015), os autores descrevem a formação de uma camada de Al_3Ti sobre as partículas de TiB_2 , o que melhoraria significativamente o processo de refinamento.

Abdel-Reihim et al., (1987) descrevem que a adição de um teor de 0,02 wt% de Ti pode reduzir consideravelmente o tamanho de grão em ligas com teores de Si inferiores à 3 wt%, porém, conforme o teor de silício aumenta o efeito dos refinadores a base de Ti e B decresce significativamente assim como mostra o Gráfico 2. Esse fenômeno é conhecido como envenenamento por Silício.

Gráfico 2 - Evolução do tamanho de grão com relação ao aumento do Si para ligas de Al refinadas pela adição de 0,02wt% Ti.



Fonte: Abdel-Reihim et al., 1987.

Qui et al., (2006) explicam o fenômeno de envenenamento por Si pela formação do intermetálico Ti_5Si_3 em ligas Al-Si com teores de Si acima de 2%. Esse intermetálico apresenta uma pobre combinação cristalográfica com a matriz de Al, dificultando assim a nucleação desta fase, além disso, a interface formada entre as partículas de TiB_2 e Ti_5Si_3 apresentam uma boa correspondência sugerindo que essas partículas podem interagir entre si, reduzindo assim o efeito das partículas de TiB_2 como agente nucleante da fase Al- α .

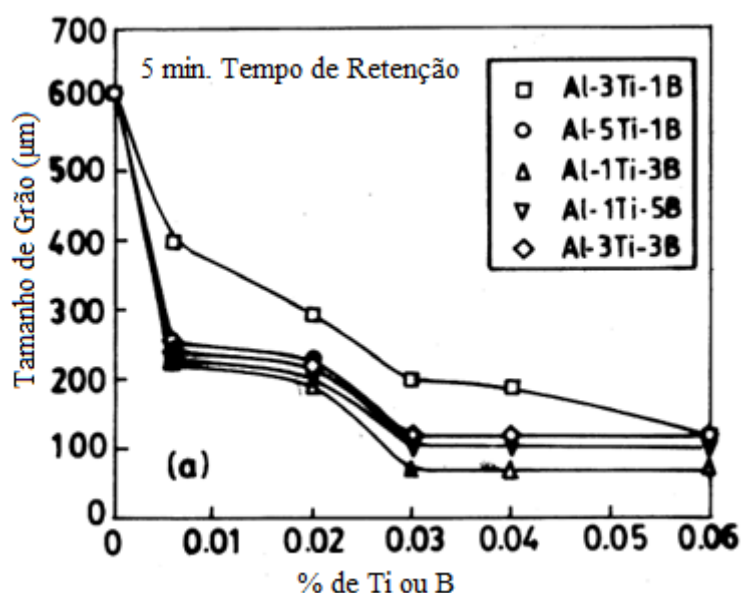
Existe na literatura alguns autores que tentaram sobrepor esse fenômeno, Murty et al., (1999) notaram que simplesmente aumentando os teores do refinador

Al-5Ti-1B já seria suficiente para reduzir o tamanho dos grãos do Al primário. Essa solução, embora não seja a mais viável economicamente, pode ser uma alternativa para o refinamento de ligas com alto teor de silício em pequena escala.

Em outros dois trabalhos publicados por Kori et al., (2000) os autores empregaram diversas ligas com composições diferentes no refinamento da liga Al-7Si e com isso, assim como apontado no Gráfico 3, os autores notaram que ligas refinadoras com uma maior concentração de boro como, por exemplo, a liga Al-1Ti-3B apresentaram um melhor desempenho no refinamento, onde segundo eles, isso é explicado pelo fato de que o efeito de envenenamento ocorre pela maior interação entre os elementos Si e Ti, e por isso os teores de titânio devem ser mantidos mais baixos.

Isso fica claro quando observamos no Gráfico 3, onde nota-se que a adição de apenas 0,03% de boro por meio da liga Al-1Ti-3B já foi suficiente para diminuir significativamente o tamanho de grão.

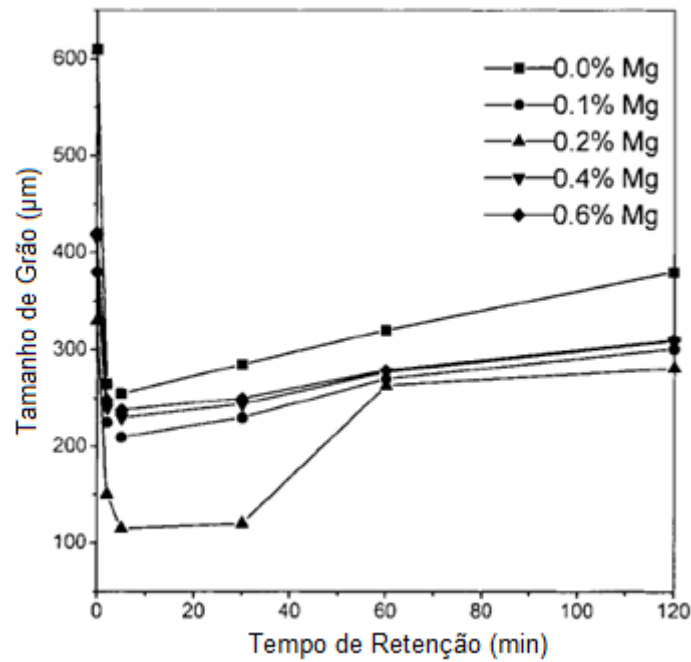
Gráfico 3- Tamanho de grão em relação à adição de Ti e B para a liga Al-7wt%Si utilizando diferentes refinadores de grão.



Fonte: Kori et al., 2000.

Kori et al.,(1999) notaram que o Mg pode melhorar o efeito de refinamento da liga Al-5Ti-1B em ligas de alumínio com alto teores de silício. Segundo eles, para o refinamento de ligas Al-7wt%Si, teores de magnésio ao redor de 0,2% promovem uma maior redução do tamanho de grão, como pode ser visualizado no Gráfico 4.

Gráfico 4 - Influência da adição de magnésio no refinamento da liga Al-7wt%Si



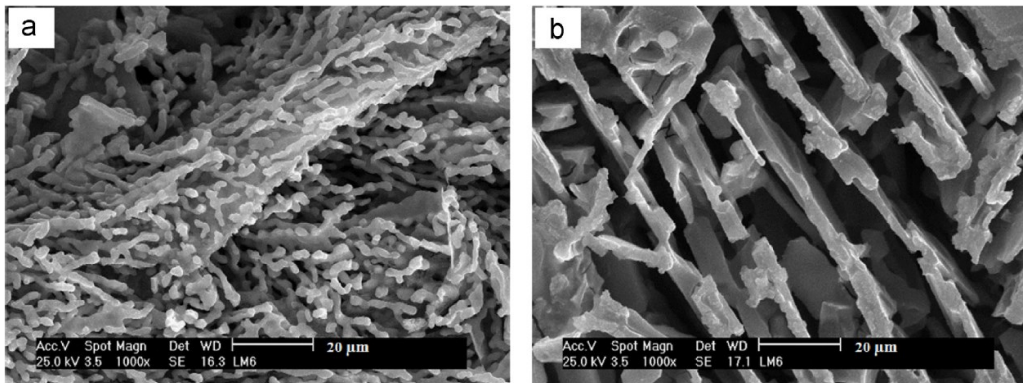
Fonte: Kori et al., (1999).

2.2.2 Modificação da Fase Eutética de Ligas Al-Si

Como já descrito anteriormente, a morfologia convencional da fase eutética de ligas Al-Si é composta de placas facetadas de Si distribuídas de forma irregular ao redor dos grãos de alumínio primário, fato esse que reduz propriedades como a ductilidade e o alongamento.

Segundo Nogita et al., (2004) alguns elementos químicos possuem a capacidade de alterar a morfologia do Si eutético em ligas de Al, sendo o estrôncio e o sódio os mais utilizados. A modificação em ligas Al-Si consiste em alterar as estruturas facetadas de Si para estruturas com morfologia fibrosa, assim como mostrado na Figura 4.

Figura 4 – Morfologia da região eutética de uma liga Al-Si-Cu-Fe-Zn: (a) modificada pela adição de 50ppm de Sr e 80ppm de Bi, (b) sem modificação



Fonte: Farahanyet al., 2015.

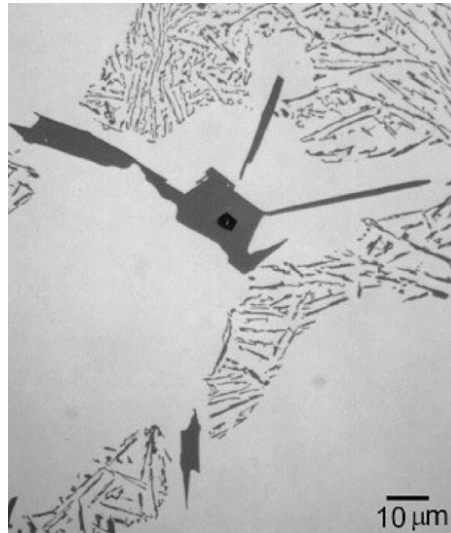
Existem 2 teorias principais que explicam a modificação da fase eutética em ligas Al-Si, a teoria da restrição à nucleação e a teoria do crescimento restrito.

2.2.2.1 Teoria da restrição à nucleação

A teoria da restrição à nucleação baseia-se na premissa de que os elementos modificadores interagem com os nucleantes da fase eutética neutralizando o seu efeito, isso promove um aumento no super-resfriamento e consequentemente o refinamento da estrutura eutética.

Cho et al., (2008) e LUDWIG et al., (2013) descrevem que o fósforo quando presente em ligas de alumínio forma partículas de AlP (fosforeto de alumínio) tais partículas atuam como o principal mecanismo de nucleação do Si eutético, esse fato é comprovado pela Figura 5 onde é possível visualizar uma partícula de AlP no interior de uma placa de Si eutético, indicando que a nucleação desse cristal iniciou a partir desse ponto.

Figura 5 - Micrografia ótica de uma partícula de AIP ao centro de um cristal de Si eutético.

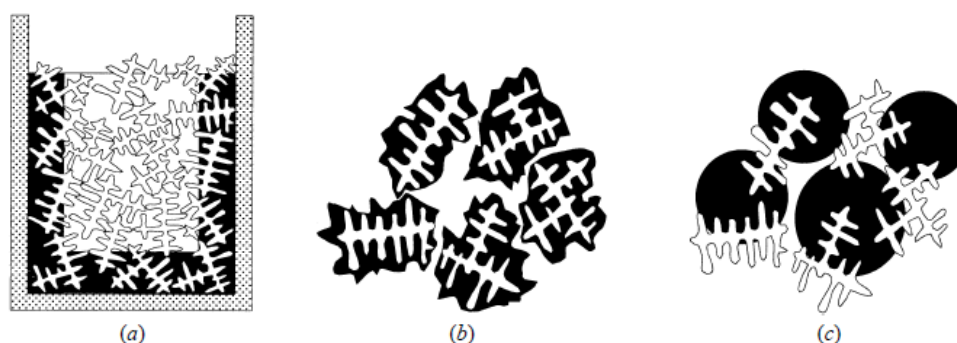


Fonte: Nogogita et al., (2004).

Segundo Ludwig et al., (2013) em ligas hipoeutéticas o fósforo favorece o crescimento de uma microestrutura eutética acicular e grosseira, em ligas com composição eutética, o fósforo promove a nucleação de estruturas facetadas de silício primário, já em ligas hipereutéticas ocorre o engrossamento dos cristais de Si. Esses fatos indicam que o fósforo influencia não somente a nucleação, mas também o crescimento das estruturas de Si.

A Figura 6 ilustra três mecanismos de nucleação de uma interface eutética propostos por Dahle et al., (2001): (a) nucleação nas paredes do molde e crescimento oposto ao gradiente térmico, (b) nucleação adjacente às pontas das dendritas e (c) nucleação independente de grãos eutéticos nos espaços interdendríticos.

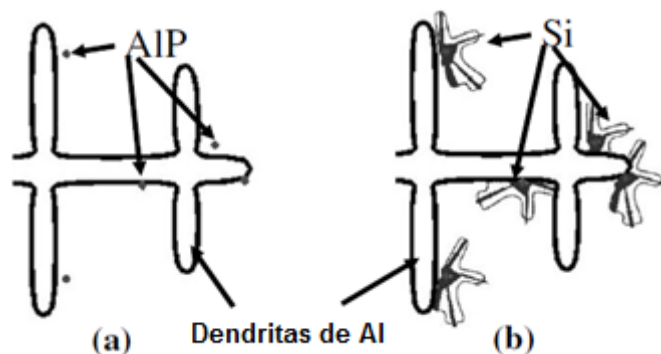
Figura 6 - Mecanismo de nucleação da fase eutética: (a) nucleação nas paredes do molde e crescimento contrário ao gradiente térmico, (b) nucleação adjacente às dendritas e (c) nucleação independente de grão eutéticos nos espaços interdendríticos



Fonte: Dahle et al., (2001).

Em ligas não modificadas, a nucleação do eutético ocorre principalmente pelo mecanismo (b), isso é explicado por Nogita et al., 2004, pois como o P apresenta baixa solubilidade no Al, este segrega na interface dendrita-líquido ocasionando a formação de partículas de AIP assim, Figura 7. Essas partículas de AIP por sua vez induzem a nucleação do Si eutético adjacente às dendritas de Al- α .

Figura 7 - Partículas de AIP adjacentes às dendritas de Al- α (a) e nucleação do Si eutético a partir das partículas de AIP (b).



Fonte: Nogita et al., 2004.

Em ligas modificadas, a ação neutralizante dos elementos modificadores proporciona que o Si eutético deixe de nuclear a partir das partículas de AIP e passe a nuclear em outros tipos de partículas em regiões interdendríticas.

McDonald et. al., 2004 ao compararem uma liga comercial (maior concentração de fósforo) com uma liga de alta pureza, perceberam que na liga comercial a presença do estrôncio diminuiu a quantidade de células eutéticas, porém na liga de alta pureza o Sr não promoveu alterações significativas na quantidade dessas células, indicando com isso a interação entre o Sr e o P.

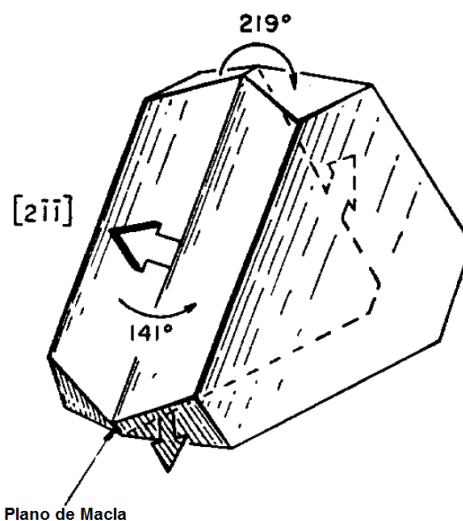
Já em outro estudo realizado por Kim et. al., (2000) em duas ligas A356 uma com 1,3 ppm e outra com 17,5 ppm de fósforo, os resultados apontaram que apenas 50 ppm de estrôncio é suficiente para modificar a liga contendo 1,3 ppm de fósforo, porém foram necessários 200 ppm para modificar a liga com 17,5 ppm de fósforo. Comprovando a interação entre o Sr e as partículas AIP.

2.2.2.2 Teoria do crescimento restrito

Essa teoria defende que os elementos modificadores atuam no mecanismo de crescimento do Si eutético. O silício normalmente apresenta um arranjo cúbico e sua forma perfeita seria um octaedro. No entanto, estruturas Si eutéticas possuem a forma de placas, isso é explicado por Kobayashi e Hogan (1985) pelo mecanismo de crescimento TPRE (do inglês, *Twin Plane Re-entrant Edge*)

As placas de silício eutético possuem algumas maclas no plano $\{111\}$ formadas durante o crescimento de planos atômicos compactos ou durante a nucleação de novos degraus, assim como mostra a Figura 8, onde os ângulos externos entre esses planos de maclas são de 141° e 219° (KOBAYASHI e HOGAN, 1985).

Figura 8 - Ângulos formados no plano de macla característicos de placas de Si eutético.



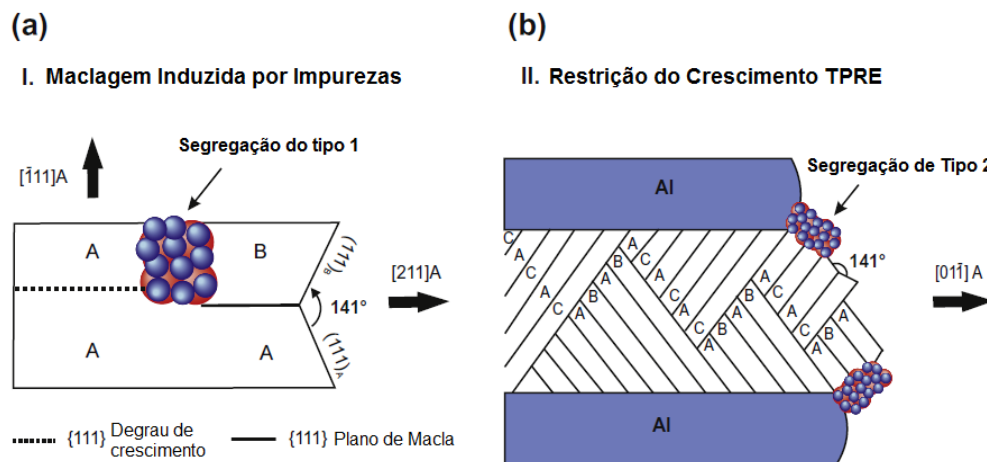
Fonte: Hamilton e Seidensticker, 1960.

O ângulo externo de 219° forma um cume na interface, porém o ângulo de 141° forma um canto reentrante onde a energia necessária para a formação de uma camada atômica é aproximadamente metade da energia para a deposição na interface lisa, promovendo com isso um crescimento preferencial na direção $[211]$.

Timpel et. al., 2012 defendem a teoria do crescimento restrito e em seus estudos os autores notaram que partículas Sr-Al-Si segregam de duas formas nas interfaces de crescimento do Si eutético. A primeira delas, chamada de segregação do tipo 1 ocorre na interface lisa do plano de maclas, sendo responsável pela intensa maclação dos cristais de Si modificados, mecanismo este conhecido por *Impurity Induced Twinning* (Figura 9.a).

O segundo tipo de segregação observado por Timpel et. al., (2012) ocorre nas bordas reentrantes dos planos de macla restringindo o mecanismo de crescimento TPRE das placas de Si (Figura 9.b).

Figura 9 - Mecanismos de segregação na modificação do eutético pela adição de Sr.



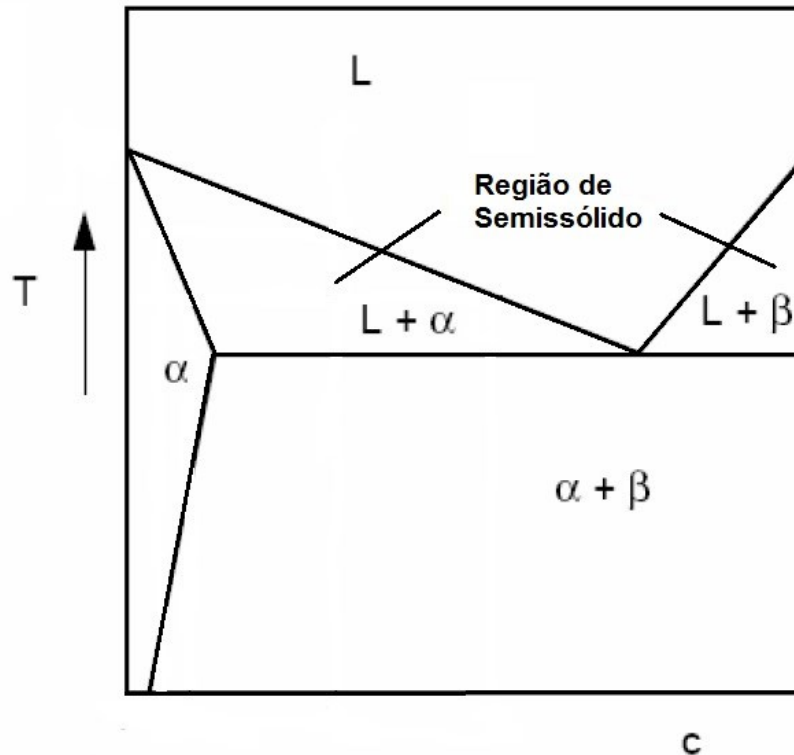
Fonte: Timpel et al., (2012).

2.3 PROCESSAMENTO DE MATERIAIS SEMISSÓLIDOS

De forma simplificada, entende-se como estado semissólido para materiais metálicos, uma condição intermediária entre as fases sólida e líquida, ou seja, um estado em que material encontra-se em transição entre o estado sólido para o líquido e este é caracterizado por uma condição pastosa. A Gráfico 5 apresenta um diagrama de fase hipotético onde é possível ver as regiões de semissólido. No

entanto, para que o material apresente um comportamento viscoso ideal para o seu processamento mecânico e forneça ao produto final boas propriedades mecânicas, é necessário controlar também outros aspectos, como sua morfologia e distribuição da fase sólida.

Gráfico 5 - Representação da região semissólida.



Fonte: Adaptado de Garcia, 2001.

O processamento desse tipo de material surgiu no início da década de 70 a partir de um estudo realizado por Spencer, Mehraibain e Flemings (1972) em ligas de estanho e chumbo. Os pesquisadores notaram que ao aplicar taxas de deformação no material durante o seu processo de solidificação, a microestrutura do material que até então se apresentava na forma de dendritas, passava a apresentar uma microestrutura globular, ocasionando com isso um decréscimo acentuado da viscosidade do material. (KIRKWOOD et al., 2010).

Em seguida, dando continuidade às descobertas, um grupo de pesquisadores liderados por Flemings, começou a aplicar o material com comportamento tixotrópico a processos de conformação convencionais. Foi a partir desse momento que os pesquisadores começaram a notar inúmeras vantagens na conformação do material semissólido. Atkinson (2005) cita algumas vantagens e desvantagens do processamento de materiais semissólidos em comparação com processo de fundição sob pressão:

Vantagens:

- A eficiência energética;
- Alta produtividade;
- A facilidade no preenchimento da matriz;
- Redução da porosidade por contração;
- Ausência do aprisionamento de ar;
- Baixo impacto nas matrizes;
- Microestrutura uniforme e refinada fornece boas propriedades;
- Reduzidas deformações por solidificação;
- Necessidade de menores etapas de acabamento;
- Redução de custos pela perda de material usinado.

Desvantagens:

- Elevado custo da matéria prima e poucos fornecedores;
- Necessidade de aprimoramento dos conhecimentos na área;
- Elevado custo na fabricação das matrizes;
- Necessidade de uma melhor qualificação dos operadores do que os processos convencionais;
- Ligas com baixo *range* de transformação de fase necessitam de um controle rigoroso da temperatura;
- Segregação de líquido devido ao aquecimento heterogêneo do material pode gerar segregação da composição química nos produtos finais.

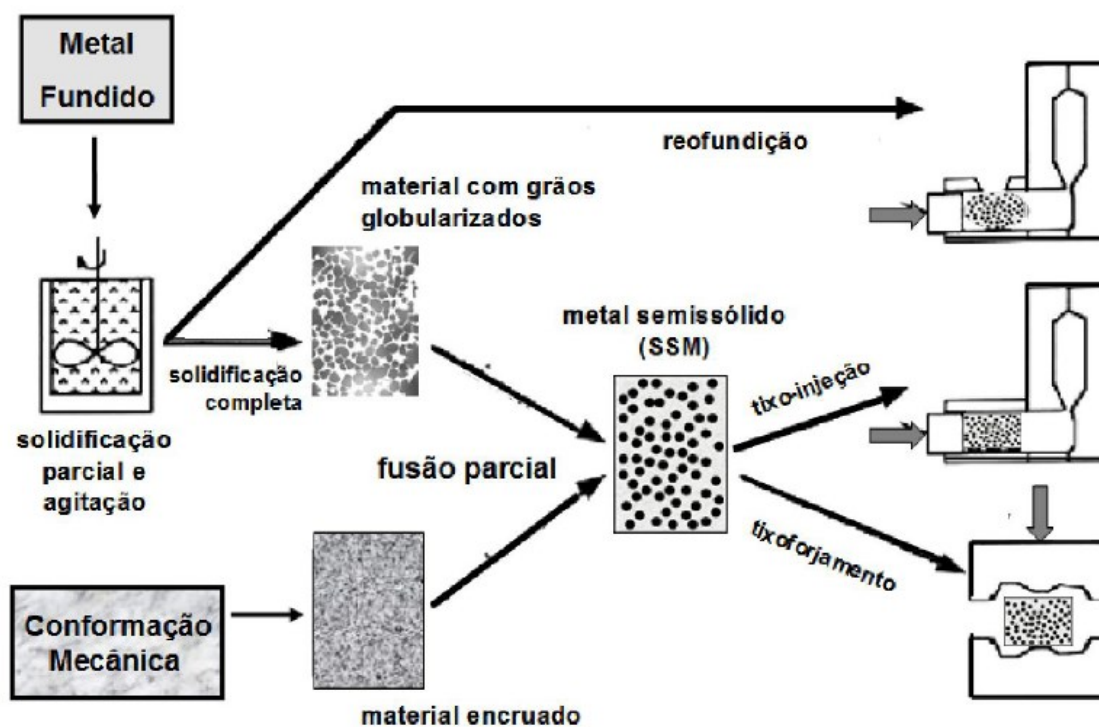
Hirt e Kopp (2009) descrevem duas rotas básicas para obter a pasta semissólida utilizada no processamento de SSM. A primeira delas é a rota da reofundição, ou também chamada de solidificação parcial, esta técnica consiste em realizar o resfriamento do material sob agitação contínua partindo de uma temperatura superior a temperatura *liquidus* até uma temperatura intermediária dentro do intervalo *solidus-liquidus*. Essa temperatura intermediária é relativa à fração sólida que se deseja obter para processar o material. Uma vez atingida essa temperatura, o material é mantido sob esse estado durante um determinado tempo,

de forma a permitir a completa transformação microestrutural. Em seguida o material é imediatamente utilizado para a produção do produto final.

A segunda rota é conhecida como tixoconformação ou técnica de refusão parcial. Essa técnica é realizada em duas etapas, sendo que o primeiro passo consiste em realizar um processo semelhante à reofundição, porém ao invés de imediatamente utilizar a pasta semissólida no processo de produção, o material é resfriado na forma de lingotes e armazenado para utilização futura, obtendo-se ao final uma matéria prima já pré-condicionada no estado globular.

Posteriormente esse material já pré-condicionado é reaquecido até uma temperatura de semissólido dentro do intervalo *solidus-liquidus*, e então pode ser usado para obtenção do produto final. Na Figura 10 pode-se visualizar um esquema que ilustra as duas rotas básicas para o processamento de materiais semissólidos.

Figura 10 - Rotas para o processamento de materiais semissólidos.



Fonte: Atkinson, 2005.

2.3.1 Técnicas Para a Obtenção de SSM

No decorrer das últimas 5 décadas, diversos pesquisadores vêm desenvolvendo e aprimorando os processos para a obtenção de materiais com

estrutura não dendrítica para a aplicação como SSM. Mohammed et al., (2013) descrevem em seu trabalho as principais técnicas utilizadas atualmente para a produção desse tipo de material. Dentre as principais pode-se citar:

Agitação Mecânica: Essa técnica envolve agitar vigorosamente o material durante o processo de solidificação. Os equipamentos para realizar este processo consistem em um recipiente e um mecanismo como pás ou rotores para realizar a agitação mecânica. Essa técnica pode ser utilizada tanto em processos de reofundição como na produção de matéria prima pra tixoconformação. O uso de altas taxas de solidificação e altas taxas de cisalhamento pode produzir partículas finas, arredondadas e bem dispersas na matriz líquida, porém devido a fatores como a formação de rosetas, erosão do mecanismo de agitação, contaminação da pasta e a oxidação, provenientes da agitação, esse processo não é frequentemente utilizado em aplicações comerciais (MOHAMMED et al., 2013).

Agitação Eletromagnética: Do inglês *Magneto hydrodynamic Stirring* (MHD), esse processo foi desenvolvido como uma tentativa de sobrepor os problemas intrínsecos à técnica de agitação mecânica. Essa técnica consiste na geração de campos eletromagnéticos que promovem o cisalhamento local quebrando assim as estruturas dendríticas. Com esse método o aprisionamento de gases ao material é minimizado assim como a contaminação pela incorporação de elementos estranhos. Essa técnica é capaz de fornecer matéria prima em excelentes condições, com altas taxas de produção e com consistente qualidade. Por esses motivos o processo de agitação MHD é amplamente empregado em processos comerciais de tixoconformação (MOHAMMED et al., 2013).

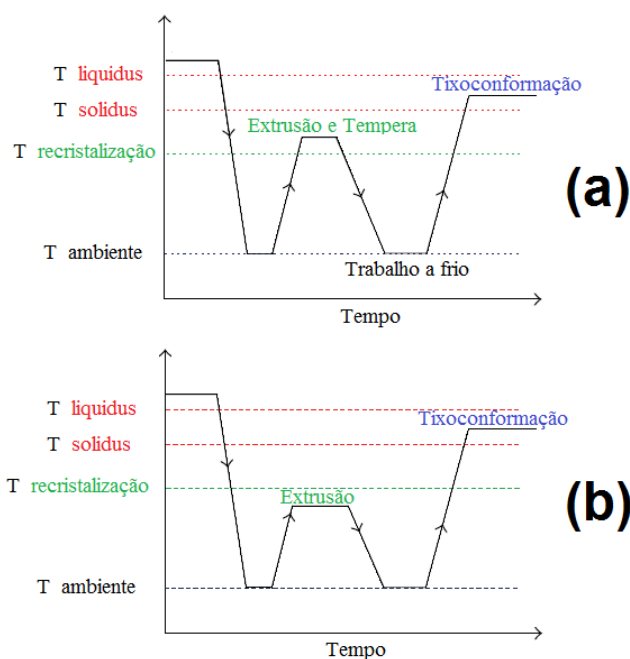
Refinamento de grão: Essa técnica é aplicada a ligas específicas como, por exemplo, sistemas Al-Si e consiste em promover o refinamento da estrutura do material através da adição de elementos químicos capazes de suprimir o crescimento de estruturas dendríticas. Isso ocorre devido à nucleação heterogênea causada pela adição desses elementos resultando em finas estruturas equiaxiais. Esse processo é geralmente associado a uma segunda etapa, que consiste em um tratamento isotérmico na temperatura de semissólido (T_s) para que ocorra a globularização das estruturas equiaxiais. Os principais problemas enfrentados por

essa técnica são o fato dela funcionar em um número restrito de ligas e que para altas frações de líquido pode ocorrer a formação de grão com formatos irregulares.

Vibração por ultrassom: essa técnica foi desenvolvida em meados dos anos 70 e consiste em aplicar pulsos ultrassônicos de alta potência no metal durante o processo de solidificação, promovendo o aumento do número de núcleos de solidificação, suprimindo assim o crescimento dendrítico. Além disso, os pulsos ultrassônicos geram flutuações na pressão e na temperatura resultando na produção de uma microestrutura fina e globular (MOHAMMED et al., 2013).

SIMA e RAP: Conhecidas como *Stress-Induced and Melt-Activated* (SIMA) e *Recrystallisation and Partial Melting* (RAP), essas técnicas envolvem realizar trabalho mecânico sobre o material e promover, na sequência, o reaquecimento até o estado semissólido onde durante esse processo ocorre a recristalização e o líquido penetra nas fronteiras recristalizadas resultando em uma estrutura esferoidal e rodeada por líquido (ATKINSON, 2005). A diferença entre esses 2 métodos é que no processo SIMA o material é submetido a trabalho a quente (acima da temperatura de recristalização), seguido de uma segunda etapa de trabalho a frio, para somente então ser realizado o reaquecimento até o estado semissólido. No processo RAP o trabalho mecânico é realizado um pouco abaixo da temperatura de recristalização, seguido do reaquecimento até a temperatura de semissólido (ATKINSON, 2005). Os Gráficos 6 (a e b) ilustram a sequência de etapas para a realização dessas duas técnicas.

Gráfico 6 - Diagrama esquemático dos processos SIMA (a) e RAP (b).



Fonte: Adaptado de Mohammed et al., 2013.

2.3.2 Métodos Para Análise da Fração Sólida

A fração sólida (F_s) correspondente na pasta é um parâmetro de fundamental importância para processos de tixoconformação, influenciando não somente na viscosidade do material, mas também em questões como o estado de globulização, segregação de líquido e a energia envolvida no processo de tixoconformação.

A fração sólida de uma pasta semissólida pode ser entendida como o percentual de fase sólida em relação à massa total do SSM, ou seja, um material a uma determinada temperatura que apresente 40% de sua massa no estado sólido terá uma F_s de 40%, sendo que esse parâmetro pode variar de acordo com a temperatura e composição química de cada material.

Atualmente existem diversas técnicas para a determinação da fração sólida, dentre elas pode-se citar a regra da alavanca, análises térmicas, análises microestruturais e também métodos computacionais.

A técnica mais clássica para se determinar a fração sólida é a regra da alavanca, a qual é baseada em diagramas de fase e é apropriada para situações onde a solidificação ocorre em equilíbrio para sistemas binários ou ternários. Com

esse método é possível relacionar a fração sólida com a concentração de soluto de acordo com a equação 1.

$$C_0 = C_l f_l + C_s F_s \quad (1)$$

Onde C_0 é entendido como concentração total de soluto, C_s é a composição de soluto no líquido, C_s a composição de soluto no sólido, f_l a fração líquida e F_s a fração sólida. Com isso, isolando a variável F_s , a equação pode ser reescrita da seguinte forma.

$$F_s = (C_l - C_0)/(C_l - C_s) \quad (2)$$

Quando a solidificação ocorre fora do equilíbrio, uma forma mais adequada para o cálculo da F_s pode ser obtida por meio da equação de Scheil, a qual permite quantificar o perfil de concentração de soluto no sólido para o caso de uma mistura completa no líquido e também considerando a ausência de difusão no sólido, a equação de Scheil é escrita como:

$$C_s = kC_0(1 - F_s)^{(k-1)} \quad (3)$$

Considerando as linhas *solidus* e *liquidus* como retas no diagrama de fase, a uma temperatura T do intervalo de solidificação, as concentrações C_l e C_s deverão coexistir em equilíbrio e através dos triângulos que se formam no diagrama e por suas semelhanças é possível estabelecer uma relação entre concentrações de soluto e temperaturas, assim como expresso na equação 4, onde T_f é a temperatura de fusão, T é a temperatura de trabalho e T_{liq} é a temperatura *liquidus*.

$$\frac{C_s}{kC_0} = \frac{T_f - T}{T_f - T_{liq}} \quad (4)$$

Substituindo a equação 4 na equação 3 e isolando a F_s é possível reescrever a equação de Scheil em termos de temperatura, assim como expresso na equação 5.

$$f_s = 1 - \left(\frac{T_f - T}{T_f - T_{liq}} \right)^{\frac{1}{k-1}} \quad (5)$$

A regra da alavanca e a equação de Scheil são muito usuais para ligas binárias. Já para ligas ternárias, essas sofrem algumas alterações e devem ser realizadas passo a passo de acordo como ocorre a solidificação do material segundo o diagrama de fase. Porém para ligas multicomponentes, onde não é possível trabalhar com diagramas de fase, essas equações não podem ser utilizadas, salvo alguns casos onde a presença em pequenas quantidades de alguns elementos não provoca uma alteração significativa do diagrama de fase e podem ser desconsideradas.

Outra forma de se obter o comportamento da fração sólida é por intermédio de técnicas experimentais como análises térmicas. Dentre as técnicas de análises térmicas destaca-se a calorimetria exploratória diferencial (do inglês, DSC).

A resposta desse ensaio é uma curva que relaciona o fluxo de calor com o tempo e temperatura. E através dessa curva é possível calcular a entalpia de formação (ΔH) relativa a fusão ou solidificação de cada uma das fases presentes no material. A entalpia de formação é entendida como a variação da energia total do sistema durante uma transformação de fase (GARCIA, 2001), e esta pode ser calculada pela integral da curva de fluxo de calor em relação ao tempo, obtida pelo ensaio de DSC, e se a transferência de energia ocorre de maneira proporcional à transformação de fase, é possível então considerar a variação da entalpia de formação como sendo proporcional a variação da fração sólida.

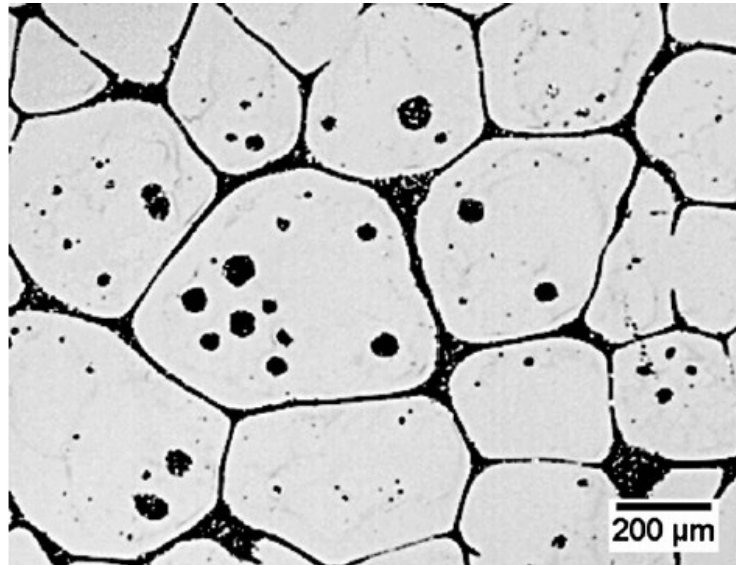
2.3.3 Morfologia de Materiais Semissólidos

A morfologia da fase sólida em materiais semissólidos é um aspecto de elevada relevância no comportamento destes quando aplicados em processos de tixotomografia, seja por sua influência no comportamento reológico ou por seu efeito nas propriedades mecânicas finais.

Como descrito por Hirt e Kopp (2009) uma pasta semissólida de qualidade deve apresentar uma morfologia formada por pequenos glóbulos dispersos homogeneamente sobre a fase líquida e com uma menor quantidade possível de

líquido retido no interior dos glóbulos. A Figura 11 retrata a morfologia de uma liga de alumínio AA6061 no estado semissólido.

Figura 11 - Microestrutura globular da liga AA6061 no estado semissólido.

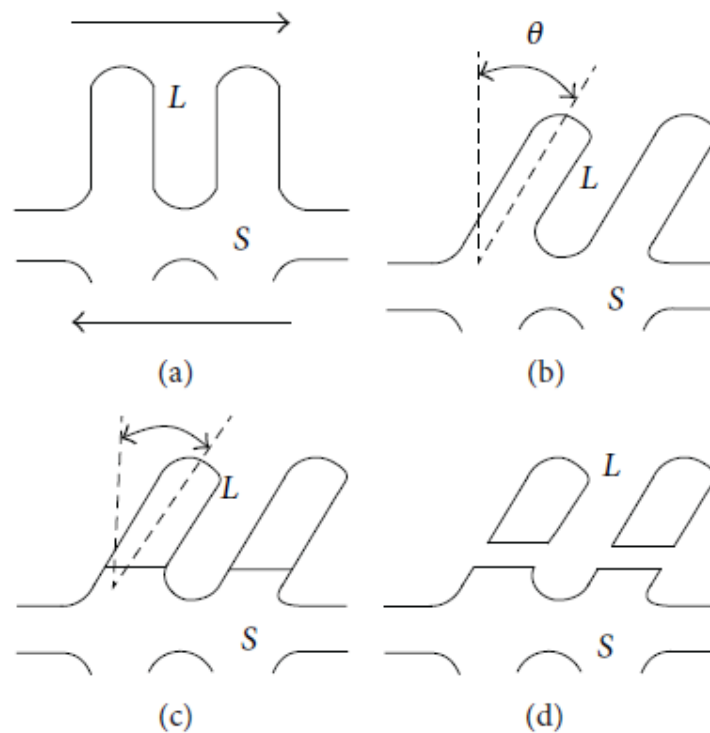


Fonte: Wang et al., 2014.

A alteração de uma estrutura dendrítica para um estado globular se dá inicialmente pela quebra dos braços dendríticos, seguido do engrossamento dessas estruturas.

A compreensão do fenômeno da quebra dos braços dendríticos foi possível quando Volgel et al., (1979) sugeriram que, devido ao fato de os braços dendríticos possuírem plasticidade, faz com que eles se curvassem sobre a ação de forças cisalhantes, introduzindo com isso uma grande quantidade de desorientação no braço dendrítico para formar deslocamentos e, a altas temperaturas, o rearranjo desses deslocamentos promovam a formação de novas fronteiras de grão. E então se a desorientação entre as fronteiras de grão for maior que 20° a energia das fronteiras de grão se torna o dobro da energia de interface sólido/líquido, o que leva ao metal líquido molhar a nova fronteira de grão promovendo assim o destacamento do braço dendrítico. As etapas descritas acima estão ilustradas na Figura 12.

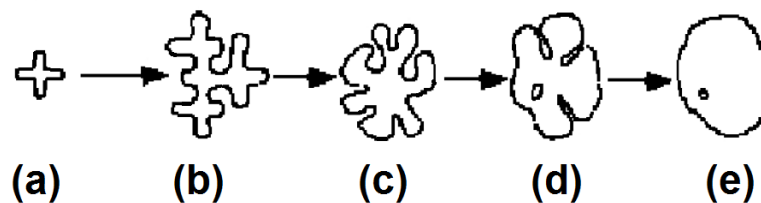
Figura 12 - (a) Braço dendrítico sem deformação (b) braço dendrítico deformado, (c) formação de uma nova fronteira de grão de alto ângulo por recristalização (d) destacamento do braço dendrítico.



Fonte: Mohammed et. al., 2013.

A etapa seguinte à quebra dos braços dendríticos é o engrossamento das estruturas resultantes, que para processos de tixoconformação é compreendida como o tratamento térmico de globularização. Esse tratamento térmico consiste em reaquecer o material até a temperatura de semissólido e manter essa condição por um determinado instante de tempo para assegurar a esferoidização das partículas sólidas. A Figura 13 ilustra como ocorre o processo de globularização de uma estrutura equiaxial.

Figura 13 - Processo de globularização.

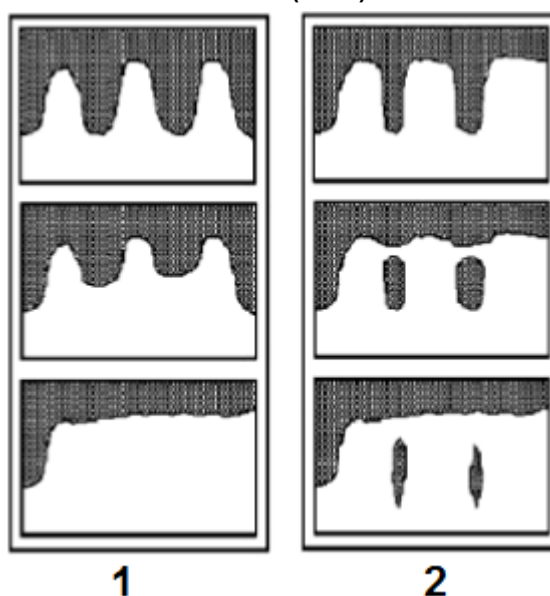


Fonte: Adaptado de Flemings e Johnson (2002).

Segundo o trabalho de Robert (1993), os dois principais fenômenos envolvidos na alteração morfológica durante o tratamento de globularização são os mecanismos de coalescência e Ostwald Ripening.

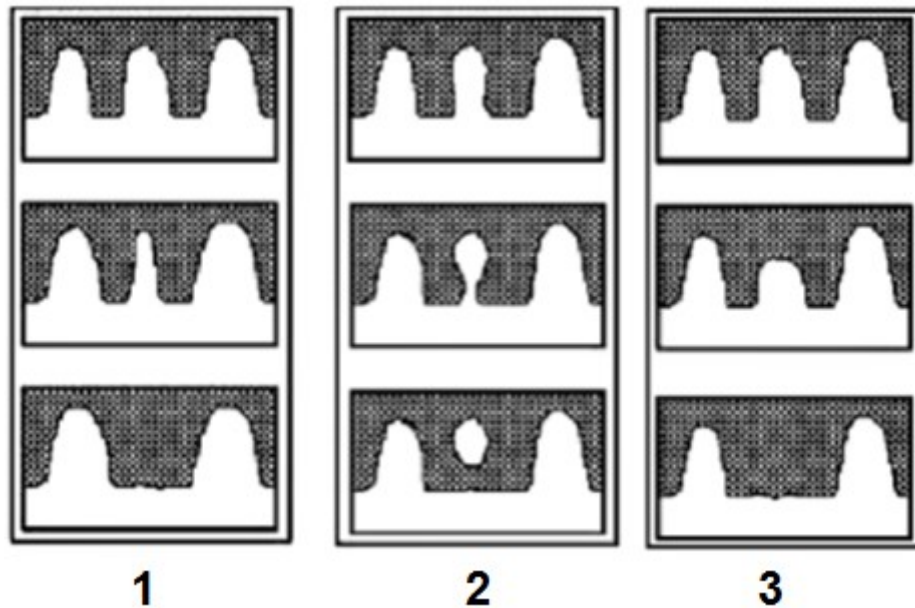
O fenômeno da coalescência é descrito como a difusão sólido-sólido que ocorre entre partículas sólidas de orientação cristalográfica semelhante, promovendo a união de glóbulos adjacentes formando assim um glóbulo irregular de tamanho maior. Segundo o que foi observado por Wang et al., (2014) esse mecanismo é mais significativo em altas frações sólidas onde ocorre o crescimento lateral de braços dendríticos de um mesmo grão promovendo assim o engrossamento da estrutura. Este fenômeno se torna indesejável uma vez que a evolução dos braços dendríticos pode envolver parte da fase líquida ocasionando com isso o fenômeno conhecido como líquido retido. A Figura 14 retrata os mecanismos de coalescência dos braços dendríticos propostos por Kirkwood e Young (1992) (Figura 14.1) e Genda et al., (1987) (Figura 14.2)

Figura 14 - Mecanismos de engrossamento propostos por: (1) Kirkwood e Young (1992) e (2) Genda (1987).



O fenômeno Ostwald Ripening ocorre quando uma estrutura maior cresce através da dissolução de uma estrutura menor (RATKE e VOORHEES, 2002). Esse fenômeno ocorre espontaneamente pelo fato de que o crescimento de estruturas maiores é energeticamente mais favorável em comparação a estruturas menores. A figura 15 ilustra os mecanismos de engrossamento propostos por Kattamis, Coughin e Flemings (1967) (Figuras 15.1 e 15.2) e Kahlweit (1968) (Figura 15.3).

Figura 15 - Mecanismos de Ostwald ripening propostos por: (1 e 2) Kattamis e Flemings, 1967, e (3) Kahlweit, 1968.

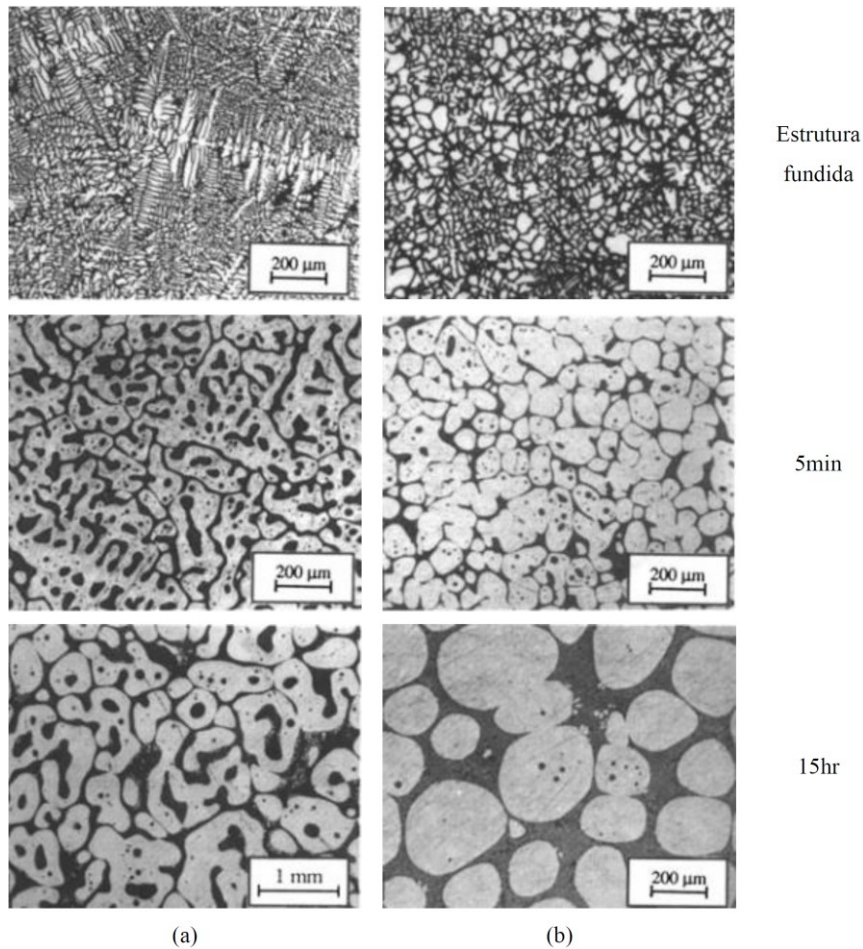


A Figura 16 retrata a evolução morfológica da liga A357 durante o tratamento térmico de globularização com tempos de retenção de 5 min e 15 horas. Loué e Suéry (1995) analisaram esse material partindo de duas condições microestruturais distintas, uma delas na condição do material como fundida (morfologia dendrítica) e também após agitação eletromagnética (morfologia refinada e equiaxial)

Os autores notaram que para o material pré-condicionado houve uma rápida globularização da fase sólida durante o tratamento térmico em comparação com mesmo material com estrutura dendrítica. Além disso, para o material com estrutura totalmente dendrítica houve uma maior retenção de líquido no interior da fase primária após a globularização.

Por fim em ambos os casos os autores notaram uma significativa redução da área superficial das partículas com o aumento do tempo de tratamento.

Figura 16 - Evolução morfológica da liga A357 para um estado inicial dendrítico (a) e globular (b) para tempos de retenção de 5min e 15hr.

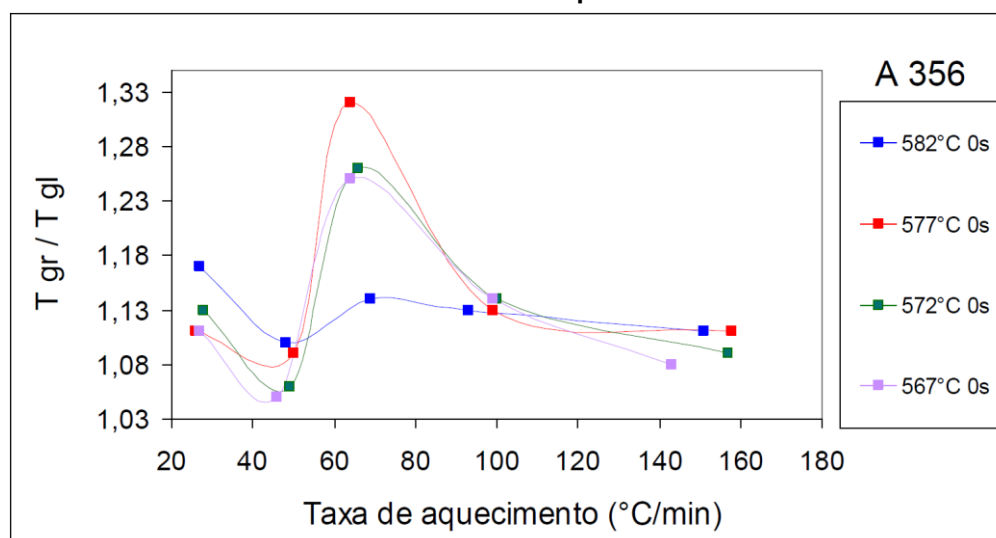


Fonte: Loué e Suéry, 1995.

Outra variável que influencia no efeito de globularização da fase sólida é a taxa de aquecimento empregada ao material até a temperatura de semissólido. Como mostra Proni (2014) em seu trabalho com as ligas AA2011, AA2014 e A356 submetidas a diversas taxas de aquecimento, uma melhor condição microestrutural é observada para essas ligas a uma taxa de aquecimento de 50°C/min.

No gráfico 7 é possível observar o comportamento da liga A356 quando submetida a diferentes taxas de aquecimento bem como diferentes frações sólidas. Neste gráfico podemos notar que a taxa de aquecimento é mais significativa para maiores frações sólidas, porém em todas as condições de F_s analisadas, o ponto de inflexão inferior da curva encontra-se entre 40 e 50°C/min.

Gráfico 7 - Variação da relação entre tamanho de grão e glóbulo (T_{gr}/T_{gl}) de acordo com o aumento da taxa de aquecimento.



Fonte: Proni, 2014.

2.3.4 Comportamento Reológico de Pastas Semissólidas

Como observado por Spencer, Mehraibain e Flemings (1972), SSM possuem o comportamento de fluídos não newtonianos do tipo tixotrópicos. Fox e McDonald (2010) descrevem os fluídos tixotrópicos como aqueles que apresentam um decréscimo da viscosidade com o aumento do tempo de aplicação de uma tensão cisalhante.

Pode-se dizer que o comportamento tixotrópico de materiais semissólidos está atrelado a uma série de fatores metalúrgicos e de processamento, como sua fração sólida, a morfologia da fase sólida e a taxa de cisalhamento imposta ao material.

Dentre os fatores metalúrgicos que afetam o comportamento viscoso de SSM, pode-se citar a fração sólida como o mais significativo. Este parâmetro pode variar de acordo com a composição química do material e a temperatura de processamento empregada.

Hirt e Kopp (2009) justificam essa influência pelo fato que materiais com maior porcentagem de líquido tendem a fluir com mais facilidade devido a uma menor interação entre as partículas da fase sólida.

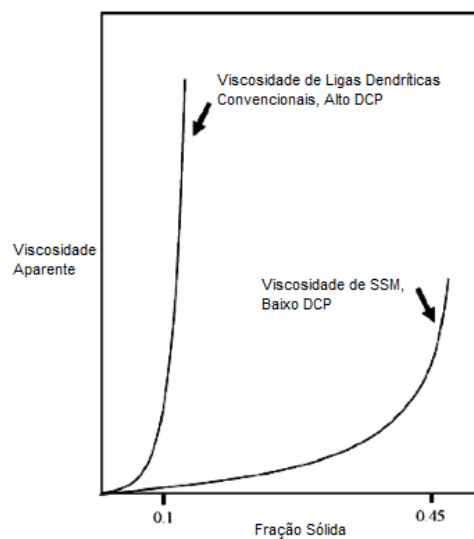
Outro parâmetro metalúrgico de fundamental importância na viscosidade de SSM é a morfologia da fase primária. Lashkari e Ghomaschi (2007) descrevem que

estruturas dendríticas exibem uma resistência ao fluxo maior que estruturas equiaxiais, este fato é explicado pela interação entre as estruturas dendríticas ancorando-se umas nas outras e dificultando assim o escoamento.

Além disso, fatores como a distribuição e tamanho de grão, também influenciam no comportamento reológico de pastas semissólidas, uma vez que grãos menores e distribuídos uniformemente tendem a ter um nível de interação menor entre si, resultando em uma menor viscosidade.

No gráfico 8 é apresentado o comportamento da viscosidade aparente em relação a fração sólida para a liga A356 em duas condições microestruturais. Chai, (1992) descreve que uma liga com microestrutura convencional de solidificação possui um alto ponto de coerência dendrítica (DCP), ou seja, esses materiais apresentam um alto nível de ancoramento entre suas partículas sólidas, já materiais com microestrutura globular apresentam uma menor interação entre suas partículas, isso resulta em um baixo DCP. A partir do gráfico 8 é possível perceber que para estruturas altamente dendríticas, mesmo pra frações sólidas muito baixas a viscosidade do material começa e subir significativamente, e isso é explicado pela elevada interação que ocorre entre as partículas nesse tipo de material, fato que não ocorre para um material com condição mais globular.

Gráfico 8 - Influência dos parâmetros metalúrgicos na viscosidade aparente da liga A356 no estado semissólido.



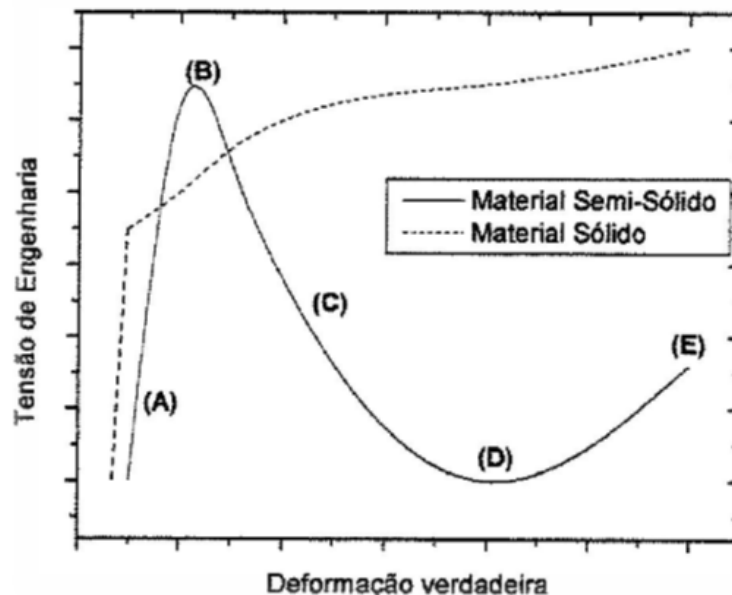
Fonte: Chai, 1992.

Já com relação aos parâmetros de processo, as variáveis de maior influência são a tensão e a taxa de cisalhamento utilizada. Como já descrito anteriormente,

flúidos tixotrópicos são definidos pelo seu comportamento frente às tensões cisalhantes, onde dependendo da magnitude desses fatores isso acarretará em um fluxo laminar ou turbulento capaz de alterar a sua microestrutura.

O gráfico 9 exemplifica o comportamento característico de tensão em relação a deformação para materiais no estado semissólidos. O gráfico tensão-deformação pode ser dividido em 5 regiões distintas (A, B, C, D e E). A região “A” representa o início da deformação do material, e nela pode-se observar um acréscimo acentuado na tensão. O acréscimo na tensão ocorre até se atingir um valor máximo representado no gráfico pelo ponto “B”, sendo que esse valor máximo de tensão é denominado de tensão de escoamento. A partir desse ponto ocorre a quebra dos braços dendríticos e então a fase sólida passa a escoar de forma plena sobre a fase líquida, fato que resulta em uma menor tensão necessária para continuar deformando o material (região “C”). O decréscimo da tensão ocorre até um determinado ponto “D” onde começa a ocorrer a segregação da fase líquida e as partículas de fase sólida voltam a interagir entre si, isso resulta em um novo acréscimo da tensão (região “E”).

Gráfico 9 - Comportamento teórico do gráfico tensão-deformação para materiais semissólidos.

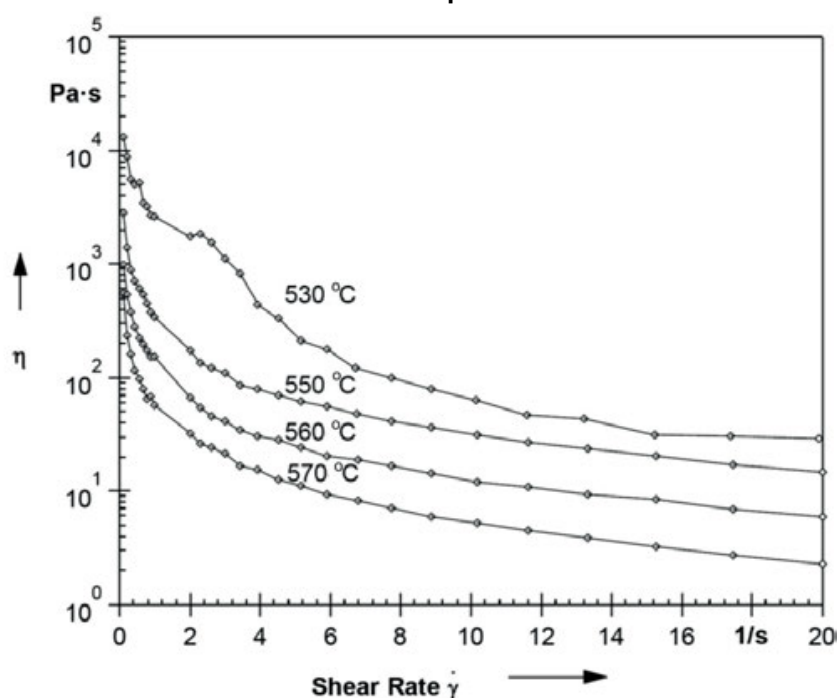


Fonte: Kang et al., 1999.

Já o parâmetro de viscosidade aparente é mais frequentemente relacionado com a taxa de cisalhamento imposta ao material semissólido durante a sua

deformação, esse comportamento pode ser visualizado no Gráfico 10. O gráfico, retirado do trabalho de Solek e Szczepanik (2015), retrata o comportamento da viscosidade aparente em relação a taxa de cisalhamento para a liga de alumínio A380 em diferentes temperaturas de processamento. Podemos ver por meio desse gráfico que para baixas taxas de cisalhamento ocorre um pico nos valores de viscosidade, o qual decai com o aumento da taxa de cisalhamento, esse decréscimo é mais acentuado até taxas de 5 s^{-1} , tendendo a estabilizar para valores acima disso.

Gráfico 10 - Viscosidade em relação a taxa de cisalhamento para a liga A380 analisada em diferentes temperaturas.



Fonte: Solek e Szczepanik (2015).

Com a finalidade de quantificar os valores de viscosidade, diversos autores desenvolveram métodos experimentais para a análise da viscosidade de materiais semissólidos. Dentre eles destacam-se os viscosímetros rotacionais, capilares e o teste de compressão a quente entre placas paralelas.

Viscosímetros rotacionais são característicos por ter uma parte fixa e uma parte com movimento rotacional, e entre essas partes encontra-se o SSM que se deseja analisar. A rotação da parte móvel induz o movimento no fluido e o torque aplicado no fluido é relativo à viscosidade do mesmo. Dadas as tensões cisalhantes envolvidas nesse tipo de reômetro, é comum a utilização de frações sólidas inferiores a 40%, sendo que, para condições de fração sólida superiores, o teste

mais empregado na análise da viscosidade de SSM é o teste de compressão a quente entre placas paralelas.

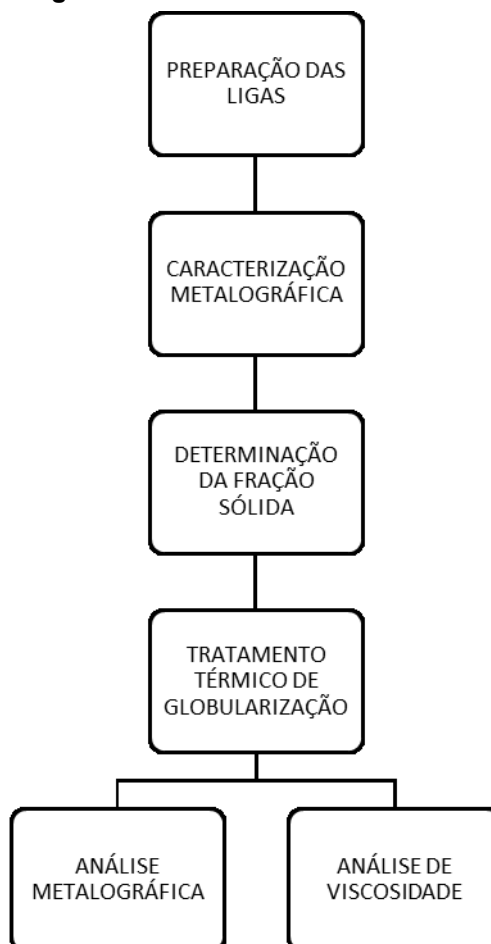
Nos viscosímetros capilares o fluido é extrudado a um fluxo constante através de um tubo estreito de secção circular ou retangular e a viscosidade é obtida através da medida da queda de pressão ao longo do tubo. Nesse tipo de viscosímetro é comum o emprego de altas taxas de cisalhamento e baixas frações sólidas (HIRT e KOPP,2009).

O teste de compressão entre placas paralelas foi desenvolvido por Laxmanan e Flemings (1980), e tem sido amplamente utilizado para caracterizar o comportamento reológico de ligas semissólidas. Segundo Nasifi e Ghomashchi (2016), este ensaio consiste em aplicar uma carga sobre um corpo com dimensões conhecidas e comportamento semissólido é analisado via o gráfico deformação versus tempo através do processamento dos dados em termos de viscosidade aparente e taxa de cisalhamento.

3 METODOLOGIA

O presente capítulo tem por objetivo apresentar detalhadamente a metodologia adotada para realização do experimental, seja desde a elaboração das ligas, até a realização dos ensaios de compressão a quente. Todas as etapas estão resumidas no fluxograma da Figura 17.

Figura 17 - Fluxograma das atividades desenvolvidas no trabalho.



Fonte: Autoria Própria

3.1 PREPARAÇÃO DAS LIGAS

A liga A380 utilizada nesse trabalho foi obtida comercialmente na forma de lingotes provenientes de reciclagem com aproximadamente 7kg, os quais foram seccionados em porções menores para facilitar o seu processamento. A fusão do material foi realizada no laboratório de conformação da UTFPR – PG em um forno

de indução GRION de 35 KW de potência. O cadinho utilizado nos vazamentos possuía uma capacidade para 2,3 kg de alumínio.

A liga foi preparada em 4 diferentes condições, sendo a primeira delas em seu estado como fundida, ou seja, os lingotes foram refundidos assim como recebidos, sem que houvesse a adição de qualquer outro elemento. Na segunda condição foi adicionado 0,2% de Ti com a finalidade de refinar a fase Al- α , sendo que a incorporação desse elemento foi realizada por meio da liga refinadora Al-5Ti-1B de composição química 94wt%Al-5wt%Ti-1wt%B. Esta liga foi obtida comercialmente no formato de varetas, sendo que posteriormente foram seccionadas em porções menores para facilitar a dissolução no banho.

Na terceira e quarta condições foi adicionado, juntamente com o refinador de grão, 200 e 600ppm de estrôncio, respectivamente, com a finalidade de modificar a fase eutética Al-Si. O Sr foi incorporado ao banho pela liga modificadora de composição química 90wt%Al-10wt%Sr, qual foi obtida comercialmente no formato de varetas e que posteriormente foram seccionadas em porções menores para facilitar a sua dissolução.

Tanto o refinador de grão quanto o modificador da fase eutética foram adicionados ao banho 5 min antes de cada vazamento para que ocorresse a total dissolução dos elementos químicos, proporcionando assim os efeitos desejados.

Os vazamentos foram realizados em moldes metálicos cilíndricos com diâmetro interno aproximado de 31mm e comprimento de 250mm. O ferramental adotado na preparação das ligas está ilustrado na Figura 18.

Figura 18 – (a) Forno de indução GRION 35 KW, (b) cadinho com capacidade para 2,3 Kg de alumínio (c) moldes metálicos.



(a)

(b)



(c)

Fonte: Autoria Própria

Por fim, dadas as 4 condições para a liga A380 propostas, foram realizados os balanços de massas necessários. A quantidade em massa de cada um dos materiais adicionados nos vazamentos está descrita na Tabela 1.

Tabela 1: Condições dos Vazamentos Realizados

VAZAMENTOS	A380 (kg)	Refinador (g)	Modificador (g)
Como Fundida	2,300	0	0
0 ppm	2,208	92	0
200 ppm	2,203	92	4,6
600 ppm	2,194	92	13,8

Fonte: Autoria Própria

3.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E METALOGRAFICA

A caracterização da composição química das amostras foi realizada por espectrometria de emissão ótica no equipamento SHIMADZU PDA 7000 pertencente ao laboratório CETEM da UTFPR-PG.

As amostras submetidas a caracterização química foram obtidas juntamente com os lingotes cilíndricos durante os vazamentos, sendo pequenas amostras com aproximadamente 100mm de diâmetro por 30 mm de altura. As mesmas foram lixadas e encaminhadas para a análise química. A caracterização química foi realizada em 3 pontos de cada amostra, obtendo assim como resultado final a média aritmética entre as análises.

A caracterização metalográfica foi realizada no laboratório de materiais da UTFPR-PG com o objetivo de analisar a microestrutura da liga A380, bem como avaliar a eficácia e os demais aspectos envolvidos tanto no refinamento de grão quanto da modificação da fase eutética. Para isso as amostras foram preparadas e analisadas via microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3.3 PREPARAÇÃO METALOGRAFICA

Após o vazamento, cerca de 20mm das extremidades inferior e superior de cada lingote foram descartadas, e posteriormente estes foram torneados até o diâmetro de 29mm. Esse cuidado foi tomado com o objetivo de normalizar os lingotes, eliminar o rechupe e também para evitar regiões onde a solidificação ocorreu de forma muito rápida ou regiões onde houve a segregação de soluto.

Após o processo de usinagem, pequenas fatias com cerca de 10mm de altura foram retiradas da base de cada lingote, seccionadas e embutidas, de forma a compor cada amostra, conforme esquema ilustrado na Figura 19.

Figura 19 - Esquema do corte realizado nas amostras a serem embutidas.



Fonte: Autoria Própria

O embutimento foi realizado a quente em moldes de baquelite a uma temperatura de 180°C em pressão de 42000psi durante 5min, sendo o equipamento utilizado uma embutidora BUEHLER SimpliMet XPS1.

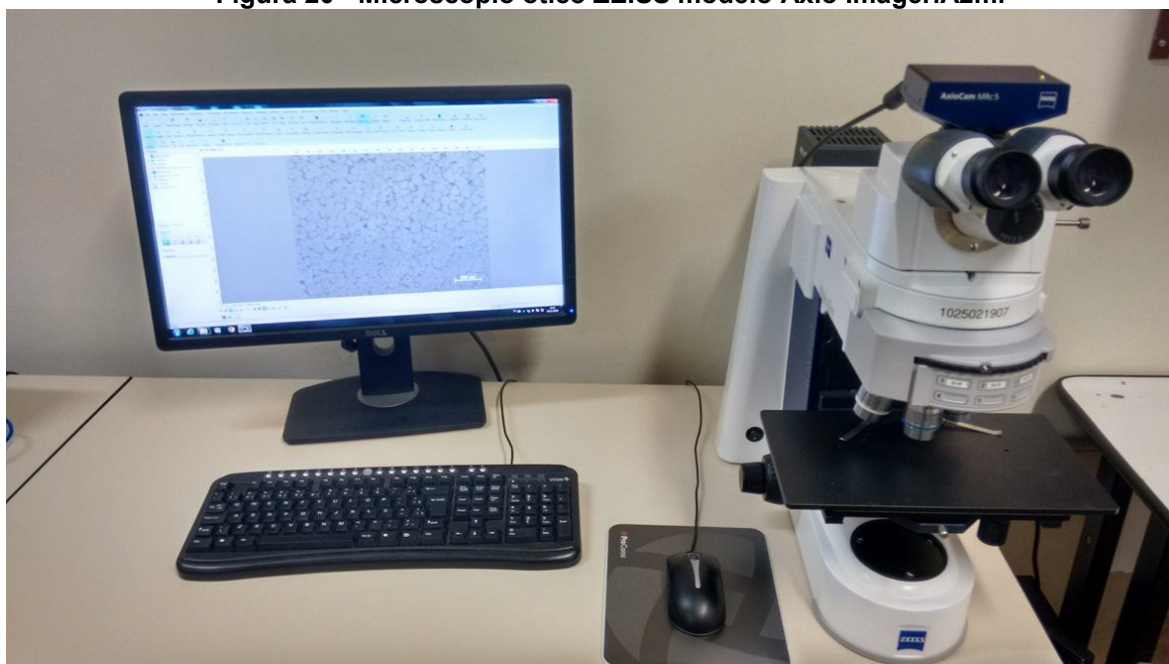
Após o embutimento, as amostras foram lixadas com lixas de granulometria 320, 600 e 1200 *mesh*. Em seguida foram polidas com suspensão de diamante de 3 e 1 μm , seguido de um polimento em sílica coloidal de 0,04 μm . O equipamento utilizado no lixamento e polimento foi uma politriz automática BUEHLER Vector.

Para finalizar a preparação, as amostras foram submetidas a um polimento vibratório durante 2h utilizando sílica coloidal de 0,04 μm com ph neutro. O equipamento utilizado foi uma politriz vibratória BUEHLER VibroMet 2.

3.4 MICROSCOPIA ÓTICA E MEV

As imagens via microscopia ótica foram obtidas por meio do microscópio ótico ZEISS modelo Axio Imager.A2m (Figura 20). As imagens foram captadas com o propósito de analisar a microestrutura da liga A380 nas diferentes condições de refinamento e modificação. Foram captadas 5 imagens de cada amostra na região da coroa utilizando aumentos de 100 e 1000 vezes. Nenhum ataque químico foi necessário para revelar a microestrutura.

Figura 20 - Microscópio óptico ZEISS modelo Axio Imager.A2m.



Fonte: Aatoria Própria

As imagens via MEV foram realizadas com o objetivo de identificar com precisão os microconstituintes presentes na liga A380. Foram captadas imagens com 2000 vezes de aumento através da técnica de elétrons secundário (SE), as quais foram na sequência analisadas via EDS. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico de varredura Vega Tescan operando a 20KV.

Imagens via MEV também foram obtidas com o objetivo de analisar a morfologia tridimensional do Si eutético. Para isso, foi realizado um ataque profundo nas amostras durante 4h em ácido clorídrico (HCl) na concentração de 20% diluído em etanol. Esse ataque tem a finalidade de corroer as fases de Al e com isso revelar a microestrutura do Si eutético.

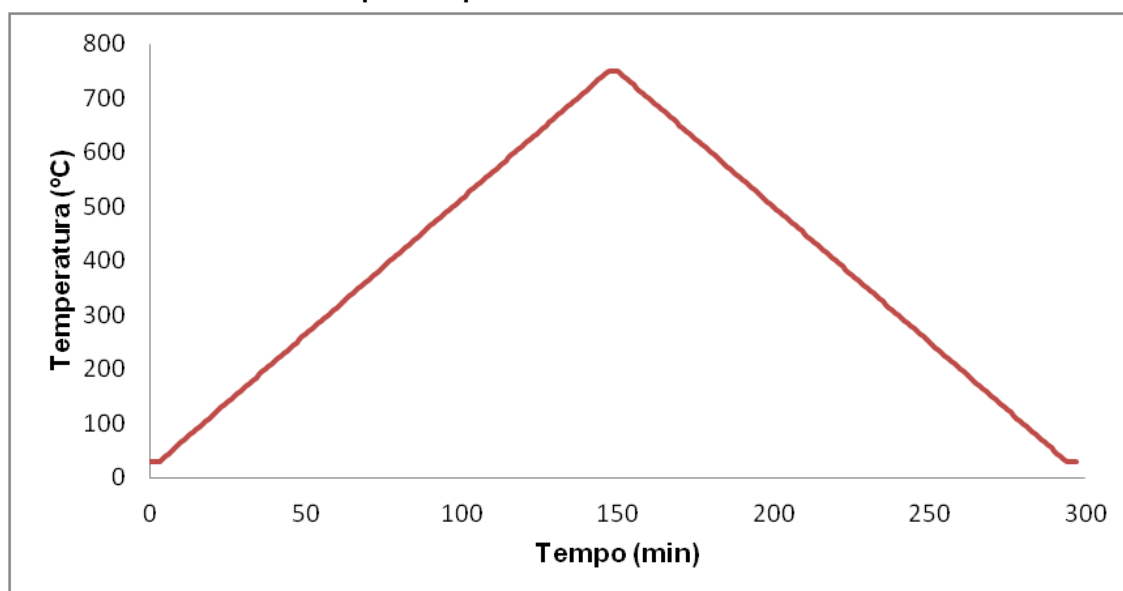
3.5 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

O ensaio de DSC foi realizado com a finalidade de determinar como a fração sólida evolui com relação a temperatura para cada condição da liga A380. Os experimentos foram realizados no laboratório CETEM da UTFPR-PG no equipamento SETARAM modelo LABSYS EVO. Foram utilizadas amostras de 30 mg com dimensões próximas a 1,5 x 1,5 x 5mm. Para obtenção destas dimensões a partir do material bruto, as amostras foram cortadas na máquina de corte de

precisão BUEHLER IsoMet 4000 e pesadas na balança de precisão SHIMADZU modelo AUX220.

A programação das temperaturas do ensaio de DSC foi a seguinte: iniciou com uma isoterma a 30 °C durante 3 min para estabilizar a temperatura do equipamento; em seguida a temperatura foi elevada até 750 °C a uma taxa de aquecimento de 5 °C/min; outra isoterma durante 3 min foi estabelecida para estabilizar a temperatura a 750 °C; para finalizar o ensaio o resfriamento foi realizado também a uma taxa de 5 °C/min até a temperatura de 30 °C, seguido de uma última isoterma de 3 min à 30°C. O setup de temperaturas do equipamento pode ser visualizado no Gráfico 11.

Gráfico 11- Rampa de aquecimento utilizada nos ensaios de DSC.



Fonte: Autoria Própria

O gás de proteção utilizado durante o ensaio foi Argônio ultrapuro com uma vazão de 10ml/min. Os dados foram coletados através do software Calisto Data Acquisition e analisados no software Calisto Processing.

A análise da fração sólida se dá por meio da aproximação da variação da energia envolvida na transformação de fase com a variação da fração sólida com o aumento da temperatura. A energia envolvida na transformação de fase é obtida pela integração do diagrama de fluxo de calor em relação ao tempo. Uma vez que a temperatura é relativa ao tempo (considerando uma taxa de aquecimento

constante), é possível então assumir que a integral da curva de fluxo de calor é proporcional a variação da fração sólida.

3.6 ANÁLISE METALOGRÁFICA APÓS A GLOBULARIZAÇÃO

Essa etapa do trabalho tem por objetivo analisar a evolução morfológica que ocorre na liga A380 no estado semissólido para as diferentes condições de composição química propostas, tendo como propósito analisar a morfologia e distribuição das partículas sólidas.

Para isso, o tratamento térmico de globularização foi realizado no Laboratório de Conformação da UTFPR-PG, no mesmo equipamento de indução utilizado na elaboração das ligas, porém com o auxílio de uma bobina de indução segundo ilustrado na Figura 21.

Figura 21 - Bobina de Indução Utilizada no Tratamento de Globularização.

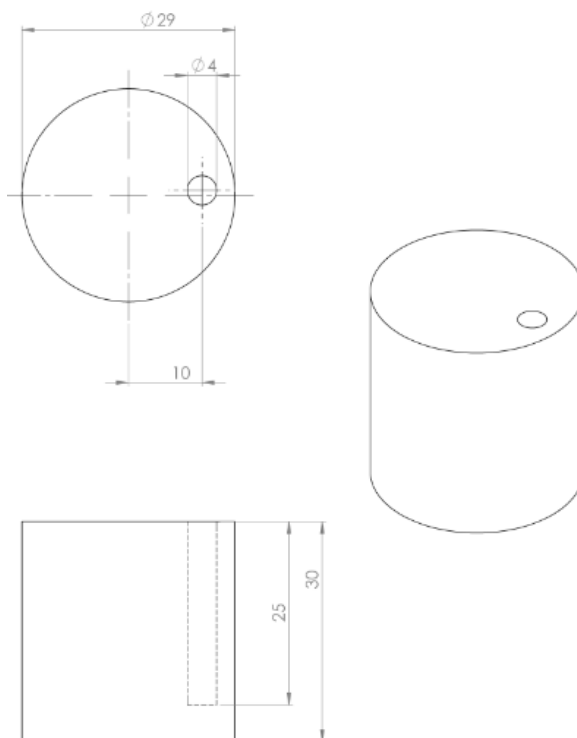


Fonte: Autoria Própria

As amostras utilizadas foram confeccionadas nas dimensões apresentadas na Figura 22. Estas foram usinadas a partir dos lingotes obtidos na fase de fusão.

Um furo de 4 mm de diâmetro foi usinado com a finalidade de posicionar um termopar do tipo K (*Cromel Alumel*) para a tomada de temperaturas.

Figura 22 - Amostras utilizadas nos tratamentos térmicos de globularização.



Fonte: Autoria Própria

A potência do forno foi controlada a fim de manter uma taxa de aquecimento aproximada de 50 °C/min, pois como mostra Proni (2014), dentre diversas taxas de aquecimento empregadas durante o ensaio de globularização, esta resultou em um melhor comportamento microestrutural da pasta semissólida.

O tratamento foi realizado a uma fração sólida de 60% durante os tempos de retenção de 0, 30 e 90 segundos. Na sequência as amostras foram imediatamente resfriadas em água para frear as transformações microestruturais, possibilitando a posterior avaliação metalográfica.

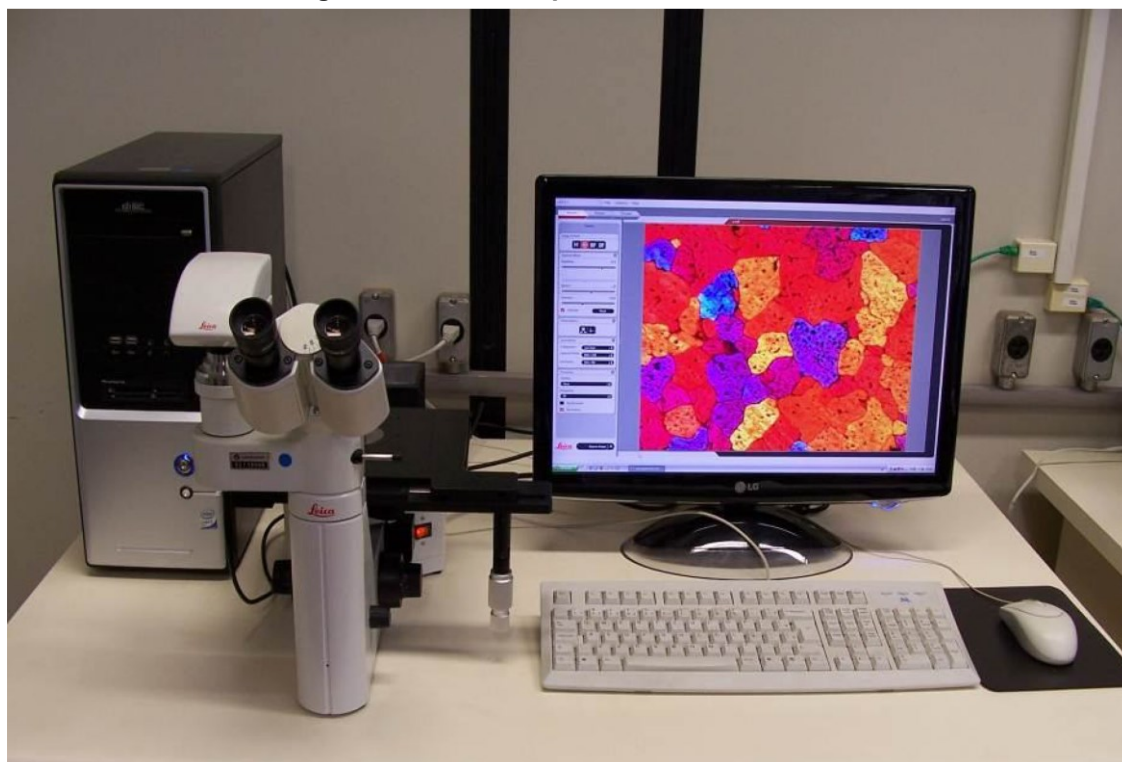
Após o tratamento térmico as amostras foram encaminhadas para a preparação metalográfica conforme descrito no item 3.2.1, e em seguida foram submetidas a um ataque eletrolítico com ácido fluorbórico (HBF_4) na proporção de 2% diluído em água, utilizando uma tensão de 20V, uma corrente de 1,9A, durante um tempo de 150 segundos sob agitação moderada.

Esse ataque tem a finalidade de depositar uma fina camada de óxido sobre a amostra que, ao interagir com a luz polarizada, revela as diferentes orientações

cristalográficas de cada grão devido a diferentes difrações da luz. Além disso, esse ataque também se demonstrou útil para as imagens via microscopia ótica convencional, pois facilita a diferenciação entre as células dendríticas.

O equipamento utilizado para obter as imagens via metalografia ótica convencional foi o mesmo equipamento descrito no item 3.2.2 pertencente a UTFPR-PG. Já as imagens via metalografia ótica com luz polarizada foram obtidas em um microscópio ótico Leica DM ILM (Figura 23) com polarizador de comprimento de $\frac{1}{4}$ de lambda pertencente ao DEF/FEM/UNICAMP. Foram realizadas 5 imagens com 100x de aumento para cada uma das amostras com cada uma das técnicas mencionadas.

Figura 23 - Microscópio ótico Leica DM ILM.



Fonte: Torres, 2013.

A contagem de tamanho de células dendríticas (DCS) foi realizado utilizando as imagens via metalografia convencional empregando o método dos interceptos de Heyn, regido pela norma ASTM E112.

Já o tamanho de grão (GS) foi obtido através das imagens via metalografia com luz polarizada, também utilizando o método dos interceptos de Heyn para a quantificação. Esta metodologia adotada é amplamente utilizada para materiais semisólidos, qual apresentada em maiores detalhes por Femings (1991).

Na metodologia de quantificação de DCS e GS foram dispostos 1 segmento na horizontal, 1 na vertical e 1 à 45°, sendo que os segmentos possuíam um comprimento de 3 vezes a escala das imagens. Foram realizadas 5 medições em cada uma das 5 imagens obtidas, totalizando em 75 medições por amostra.

Além do tamanho de célula dendrítica e do tamanho de grão, também foram realizadas análises de fator de forma da fase primária (SF) e do *Rheocast Quality Index* (índice RQI). A análise de fator de forma foi realizada através do software ImageJ em imagens obtidas via metalografia convencional. Esse parâmetro microestrutural é calculado pela equação (6), onde A_α corresponde a área da entidade avaliada e P_α é o perímetro da entidade avaliada.

$$SF = \frac{4\pi A_\alpha}{P_\alpha^2} \quad (6)$$

Por fim, utilizando os parâmetros calculados anteriormente é possível obter o índice RQI. Este índice, desenvolvido por Zoqui (2001), expressa uma relação direta entre o tamanho de grão obtido via metalografia colorida, tamanho de célula dendrítica obtido via metalografia convencional e o fator de forma da fase Al primário. Segundo o autor, para valores de RQI mais próximos de 1, corresponde à uma morfologia do SSM mais esferoidal. O índice RQI é obtido pela equação 7.

$$RQI = \frac{DCS}{GS \cdot SF} \quad (7)$$

3.7 ANÁLISE DE VISCOSIDADE VIA ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE

O ensaio de compressão a quente entre placas paralelas foi realizado com o objetivo de quantificar a viscosidade aparente das ligas de alumínio após o refinamento de grão e modificação da fase eutética. Estes ensaios foram realizados no laboratório de tixoconformação do DEF/FEM/UNICAMP em uma prensa KALATEC com capacidade de aplicação de carga de 20KN, qual pode ser visualizada na Figura 24, utilizando uma velocidade de deslocamento da prensa de 125 mm/s.

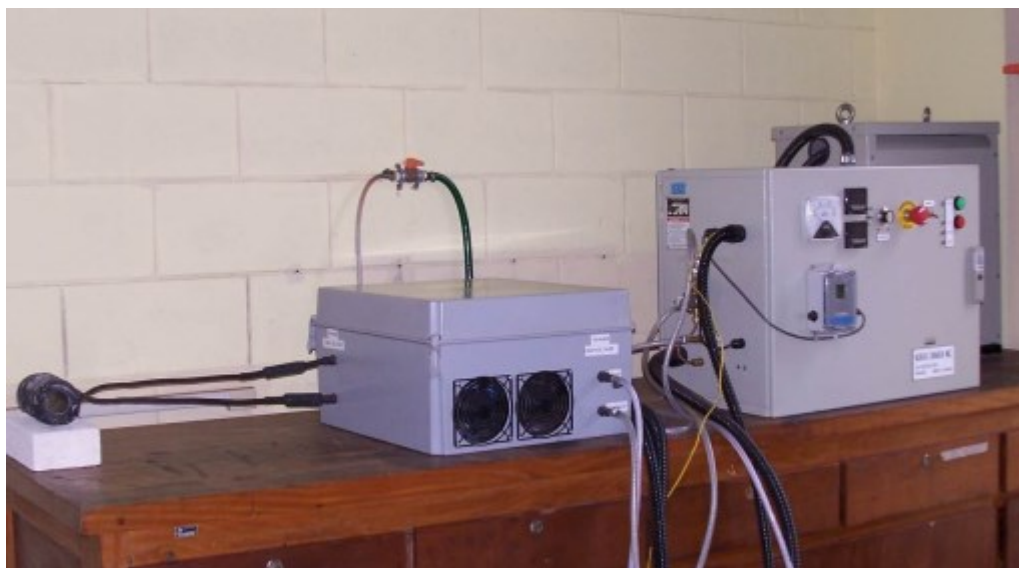
Figura 24 - Prensa Kalatec e sistema de aquisição de dados.



Fonte: Torres 2013

Realizou-se o aquecimento das amostras no equipamento indutivo da empresa Norax Canada Inc., qual pode ser visualizado na Figura 25, sendo a bobina posicionada concentricamente ao eixo de deslocamento do pistão da prensa. A taxa de aquecimento neste ensaio foi a mesma adotada durante o tratamento térmico de globularização (50 °C/min) e a tomada de temperatura foi feita por um termopar tipo K (*Cromel Alumel*).

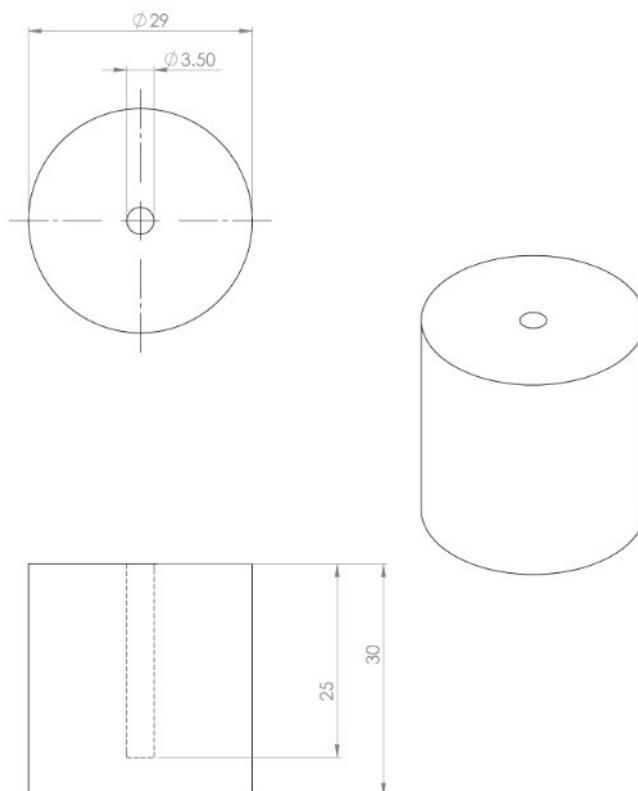
Figura 25 - Forno indutivo utilizado no aquecimento das amostras.



Fonte: Torres, 2013.

As amostras utilizadas foram usinadas segundo as dimensões ilustradas na Figura 26, com um diâmetro de 29 mm, altura de 30 mm e com um furo de 3,5mm no centro de cada amostra para o posicionamento do termopar.

Figura 26 - Amostras utilizadas no tratamento térmico de globularização.



Fonte: Autoria Própria

Os testes foram realizados a uma fração sólida de 60% com tempos de retenção na temperatura de semissólido de 0, 30 e 90 segundos, sendo repetido 3 vezes para cada uma das composições químicas.

A aquisição dos dados de tempo, deslocamento e força foram obtidos com auxílio do software Labview. A deformação de engenharia (e) sofrida pelo corpo de prova foi obtida por meio da equação 8, onde h é a altura instantânea e h_0 a altura inicial do corpo de prova.

$$e = 1 - \left(\frac{h}{h_0}\right) \quad (8)$$

Já a tensão (σ) em um determinado instante de tempo (t) foi calculada por intermédio da equação 9, considerando que o volume (V) da amostra é constante e a compressão ocorre entre duas placas de área superficial maior que a máxima área ocupada pelo corpo de prova:

$$\sigma = \frac{Fh_0}{V} (1 - e) = \frac{Fh}{V} \quad (9)$$

Por fim, a viscosidade aparente (η) do fluido e taxa de cisalhamento média (γ'_{AV}) do sistema foram obtidas segundo o equacionamento apresentado por Laxmanan e Flemings (1980) (equações 10 e 11 respectivamente), onde dh/dt representa a taxa de compressão e F é a força de compressão.

$$\eta = \frac{-2\pi h^5 F(t)}{3V^2 (dh/dt)} \quad (10)$$

$$\gamma'_{AV} = -\left(\frac{\sqrt{V}}{\pi}\right) \left(\frac{dh/dt}{2h^{2.5}}\right) \quad (11)$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Esse capítulo tem o objetivo de apresentar os resultados conforme os objetivos propostos, sendo que para isto o mesmo está dividido em 4 subcapítulos.

No primeiro subcapítulo são abordados os resultados de composição química e da análise metalográfica realizada para identificar os principais microconstituintes da liga A380. Também neste subcapítulo é analisado o efeito da adição do refinador de grão e do Sr sobre a formação microestrutural.

No segundo subcapítulo é abordado o cálculo da temperatura para determinação da fração sólida adotada, assim como uma análise de como os diferentes teores de estrôncio afetam esse parâmetro tão importante para a tixoconformação.

Na sequência são apresentados os resultados da análise morfológica obtidos após o tratamento térmico de globularização, abordando como os parâmetros quantitativos de análise microestrutural variam segundo as 4 condições impostas à liga A380, e também segundo o tempo de retenção na fração semissólida durante o tratamento térmico.

No quarto e último subcapítulo são apresentados e discutidos os estudos reológicos obtidos por meio do ensaio de compressão a quente, os quais relacionam tensão com a deformação e a viscosidade aparente com a taxa de cisalhamento. Sendo abordado como esses parâmetros variam para os diferentes teores de Sr, bem como para os diferentes tempos de retenção.

4.1 RESULTADOS DA ANÁLISE MORFOLÓGICA

A liga A380 foi fundida em 4 condições diferentes, sendo uma delas no estado como fundida (sem a adição de qualquer liga modificadora ou refinadora), e outras 3 com adição de 0,2% de Ti, sendo que em duas delas foram adicionados 2 diferentes teores de Sr (200 e 600 ppm).

Durante os vazamentos pequenas amostras foram obtidas de forma separada aos lingotes para a análise química via espectrometria de emissão ótica. A tabela 2 apresenta o percentual em peso dos principais elementos químicos encontrados na composição de cada uma das condições.

Tabela 2: Composição química da liga A380.

Amostra	Si %	Cu %	Fe %	Zn %	Ti %	Sr %	P %	Al %
Como Fundida	8,46	3,48	0,865	3,000	0,0487	0,0003	0,0012	Bal.
Refinada	8,31	3,18	0,805	2,798	0,237	0,0003	0,0013	Bal.
200 ppm	8,57	3,27	0,777	2,831	0,2353	0,0142	0,0014	Bal.
600 ppm	8,46	3,32	0,788	2,862	0,2237	0,0523	0,0013	Bal.

Fonte: Autoria Própria

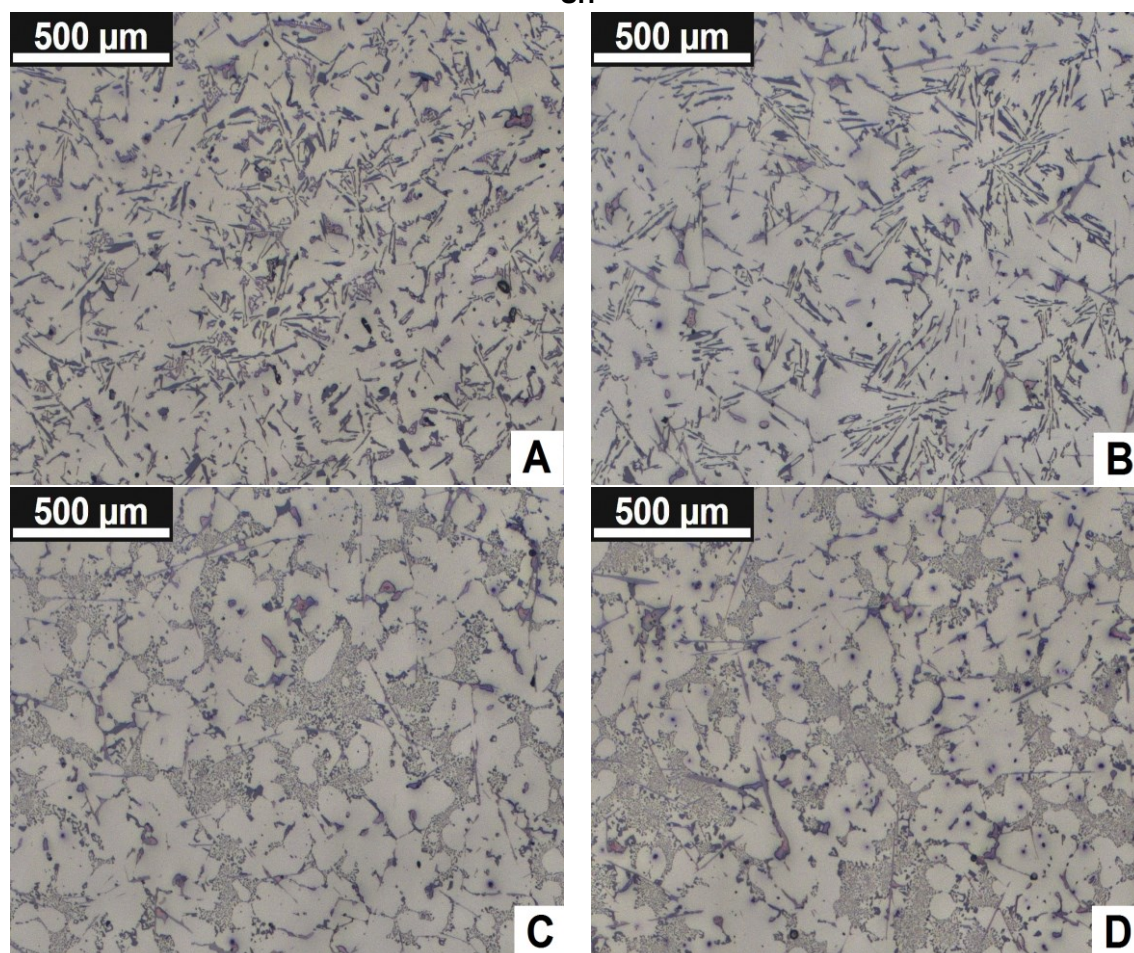
Dentre os elementos químicos apresentados na Tabela 2, destaca-se o percentual de Sr. Pode-se notar que não houve uma eficiência de 100% na incorporação de tal elemento no material fundido, sendo que para liga a qual foi adicionada 200ppm, foi encontrado 142ppm, e para a liga com 600ppm, foi encontrado 523ppm.

Além disso, outro dado importante observado na tabela 2 é teor de fósforo presente na liga, em torno de 13ppm. Esse alto teor de fósforo é característico de ligas provenientes de reciclagem, sendo que este elemento químico é tratado como impureza em ligas de Al.

O fósforo tem papel importante na nucleação e crescimento do Si eutético, e como mostra Ludwig et al., (2013) afeta diretamente a eficácia do Sr na modificação da fase eutética, onde os autores observaram que para maiores teores de P presente na liga foi necessário maior teor de Sr para realizar a modificação.

Após a caracterização da composição química via espectrometria de emissão ótica, as ligas foram analisadas metalograficamente conforme a metodologia descrita no capítulo 3 desse trabalho. As imagens obtidas via microscopia ótica com 100X de aumento podem ser visualizadas na Figura 27.

Figura 27 - Imagens metalográficas com aumento de 100X da liga A380 no estado: (A) como fundida, (B) refinada + 0 ppm de Sr, (C) refinada + 200 ppm de Sr e (D) refinada + 600 ppm de Sr.



Fonte: Autoria Própria

Nas imagens (A) e (B) da Figura 27, as quais representam a liga A380 no estado como fundida e com refinamento de grão respectivamente, podemos notar que a microestrutura da liga é composta por regiões mais claras envoltas por uma série de estruturas aciculares de tons mais escuros. Microestrutura semelhante foi encontrada para a liga A380 por Karamouz et al., (2013), onde os autores constataram que as regiões em tom mais claro representam a fase Al- α , e as partículas aciculares tratam-se majoritariamente da fase eutética Al-Si e do intermetálico Fe- β .

Um fato importante observado na Figura 27 (A) é que não foi possível distinguir com clareza as estruturas dendríticas de Al- α da fase de alumínio que compõem o eutético. Supõem-se que esse fato se deve ao mecanismo de nucleação e crescimento do Al-eutético, que neste caso ocorre de maneira adjacente às

dendritas de Al-primário, levando a uma dada coesão entre tais estruturas e dificultado assim diferenciação das fronteiras de grão.

A Figura 27 (B) retrata a microestrutura da liga A380 com adição de refinador de grão, porém sem a adição Sr. Nesse caso, embora ainda seja difícil diferenciar o alumínio eutético do primário, já é possível identificar algumas estruturas na forma de rosetas equiaxiais, indicando previamente com isso uma alteração microestrutural após a adição da liga refinadora.

Já nas microestruturas 27(C) e 27 D), que retratam a liga A380 nas condições com adições de 200 e 600 ppm de Sr respectivamente, podemos notar com clareza as estruturas de Al primário no formato de rosetas equiaxiais, as quais são circundadas por uma estrutura eutética bastante refinada quando comparas com a condição sem Sr, comprovando a princípio a eficácia na modificação por Sr.

A melhor diferenciação entre o Al primário do Al eutético observado nas micrografias das amostras que sofreram modificação por Sr é resultado não somente do refinamento do eutético, mas também é um forte indicativo da mudança do mecanismo de nucleação e de crescimento da fase eutética devido a incorporação do Sr. Isso ocorre devido a interação do Sr com as partículas de AIP (Fosforeto de Alumínio), as quais são o principal meio de nucleação para o Si eutético, e como mostra Nogita (2004) tais partículas se formam sempre ao lado das dendritas de Al.

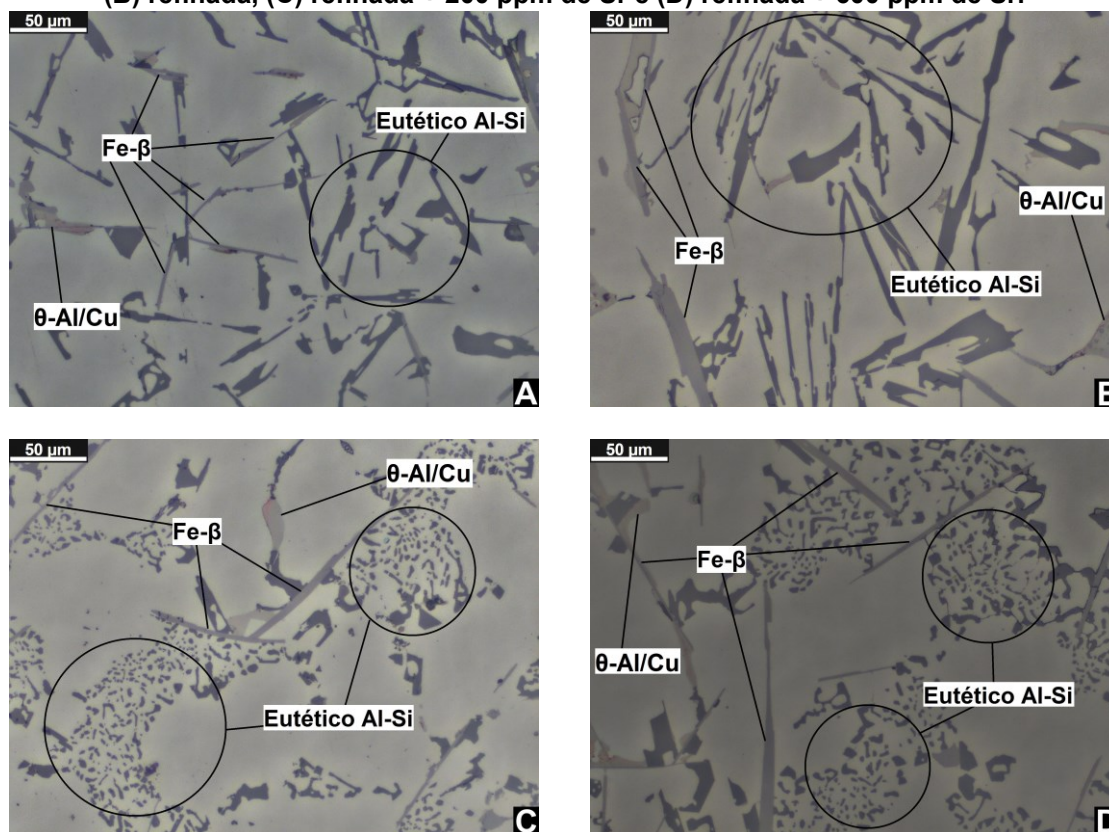
Ao interagir com as partículas de AIP o Sr faz com que o Si deixe de nuclear próximo ao Al primário e passe a nuclear de outras formas. E uma vez que o Si deixa de nuclear de maneira adjacente ao Al primário, o Al eutético também perde a coerência com tal fase. Desta forma, acredita-se que esse fenômeno é o possível responsável pela melhor diferenciação nas fronteiras de grão observada nas figuras 27(C) e 27(D).

Outro fato interessante que é possível notar ao analisar as Figuras 27(C) e 27(D) é que não existe uma alteração microestrutural significativa entre a condição com 200ppm de Sr e 600ppm. Desta forma, pode-se considerar a condição com 600 ppm de Sr como uma condição de super modificação. E como afirma Furlan (2008), a super modificação por Sr diferente da super modificação por sódio, é dificilmente detectada via metalografia, sendo seus efeitos mais perceptíveis quando analisadas as propriedades mecânicas da liga super modificada.

Embora as imagens da Figura 27 já forneçam uma boa perspectiva microestrutural para cada uma das condições da liga A380, imagens com 1000x de

aumento foram retiradas via microscopia ótica com o objetivo de compreender melhor a morfologia de cada microconstituente. Tais imagens podem ser visualizadas na Figura 28.

Figura 28 - Imagens metalográficas com 1000X de aumento da liga A380 no estado: (A) natural, (B) refinada, (C) refinada + 200 ppm de Sr e (D) refinada + 600 ppm de Sr.



Fonte: Autoria Própria

Nas imagens da Figura 28 com 1000x de aumento é possível notar a presença de mais um microconstituente que se forma com frequência sempre próximo as estruturas do intermetálico Fe-β ou dos cristais de Si eutético. Irizalp e Saklakoglu (2014) em seus estudos sobre a liga A380 identificaram um microconstituente muito semelhante a este encontrado, sendo que os autores identificam como sendo a fase intermetálica θ-Al/Cu.

Na Figura 28(B) é possível observar que tanto as estruturas de Si eutético, quanto as placas da fase Fe-β, são mais alongadas e espessas quando comparadas à figura 28(A). Supõem-se que esse fato está relacionado ao melhor fluxo interdendrítico ocasionado pelos grãos menores e mais equiaxiais, devido a adição dos elementos refinadores, o qual facilita o transporte de soluto, levando maior desenvolvimento de tais estruturas.

Nas Figuras 28(C) e 28(D), referente aos materiais que sofreram modificação por Sr, é possível notar com mais clareza a microestrutura bastante refinada da fase eutética Al-Si, comprovando assim a eficácia na modificação da fase eutética pela adição de 200ppm e 600ppm de Sr.

Farahany et al., (2015) constatou que essas pequenas partículas de Si observadas via metalografia convencional, resultado da modificação, tratam-se de uma complexa estrutura tridimensional com morfologia fibrosa.

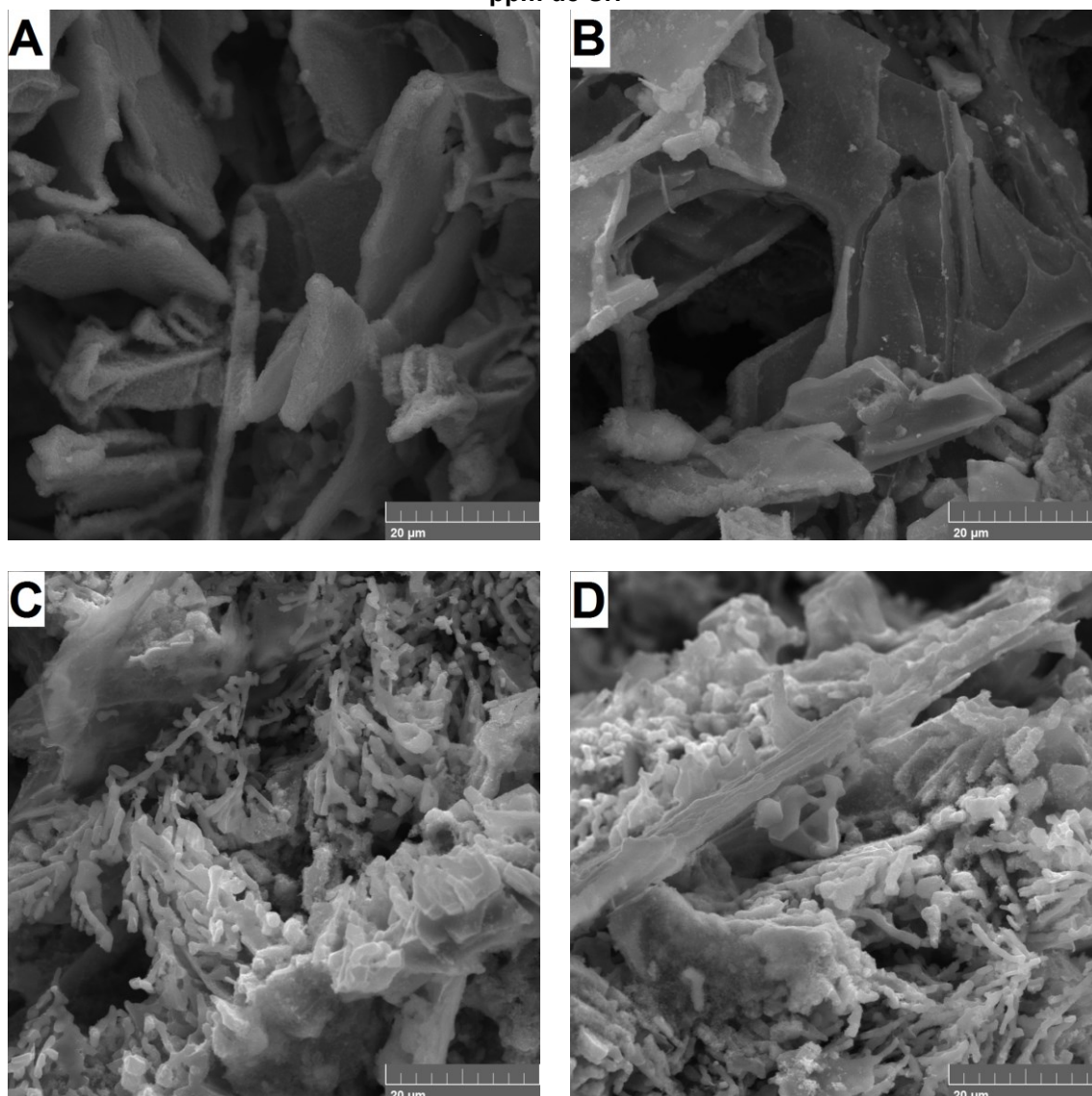
Nota-se a partir das Figuras 28(C) e 28(D), que a morfologia do intermetálico Fe- β não sofre alterações quando comparada ao material com refinamento de grão e sem a adição de Sr (Figura 28(B)). Isso indica que o Sr não altera a nucleação nem o crescimento de tal fase. Esse fato entra em contradição com o observado por Wang, Xu e Han (2017), onde os autores notaram que ao adicionar Sr a liga A380 grande parte do intermetálico Fe- β era convertido para o intermetálico Fe- α , porém esse fenômeno não foi observado no presente trabalho.

Outro fato interessante que se pode notar de forma geral a partir das imagens da figura 28 é com relação ao mecanismo de nucleação da fase eutética Al-Si. Nos materiais onde não houve modificação (Figuras 28(A) e (B)) é possível notar que Si eutético tem a forma de agulhas dispersas de maneira quase aleatória sobre a fase Al, indicando com isso que existe pouca ou nenhuma relação da fase eutética com o intermetálico ferro- β .

Porém, nas ligas que sofreram modificação (Figuras 28(C) e (D)), nota-se que a fase eutética aparece sempre ao lado de uma placa de ferro- β . Esse fato comprova a hipótese de que Sr influencia no mecanismo de nucleação do eutético, e além disso, aponta para o fato de que após a modificação o principal agente nucleante da fase eutética na liga de alumínio A380 torna-se o intermetálico ferro- β .

Dando sequência nas análises, para compreender melhor a morfologia da fase eutética antes e após a modificação, imagens via MEV com 2000 vezes de aumento foram realizadas utilizando ataque profundo com HCl. Tais imagens podem ser visualizadas na Figura 29.

Figura 29 - Imagens da região eutética Al-Si via MEV utilizando ataque profundo com HCl, para as condições: (A) como fundida e (B) refinada (C) refinada +200 ppm de Sr e (D) refinada + 600 ppm de Sr.



Fonte: Autoria Própria

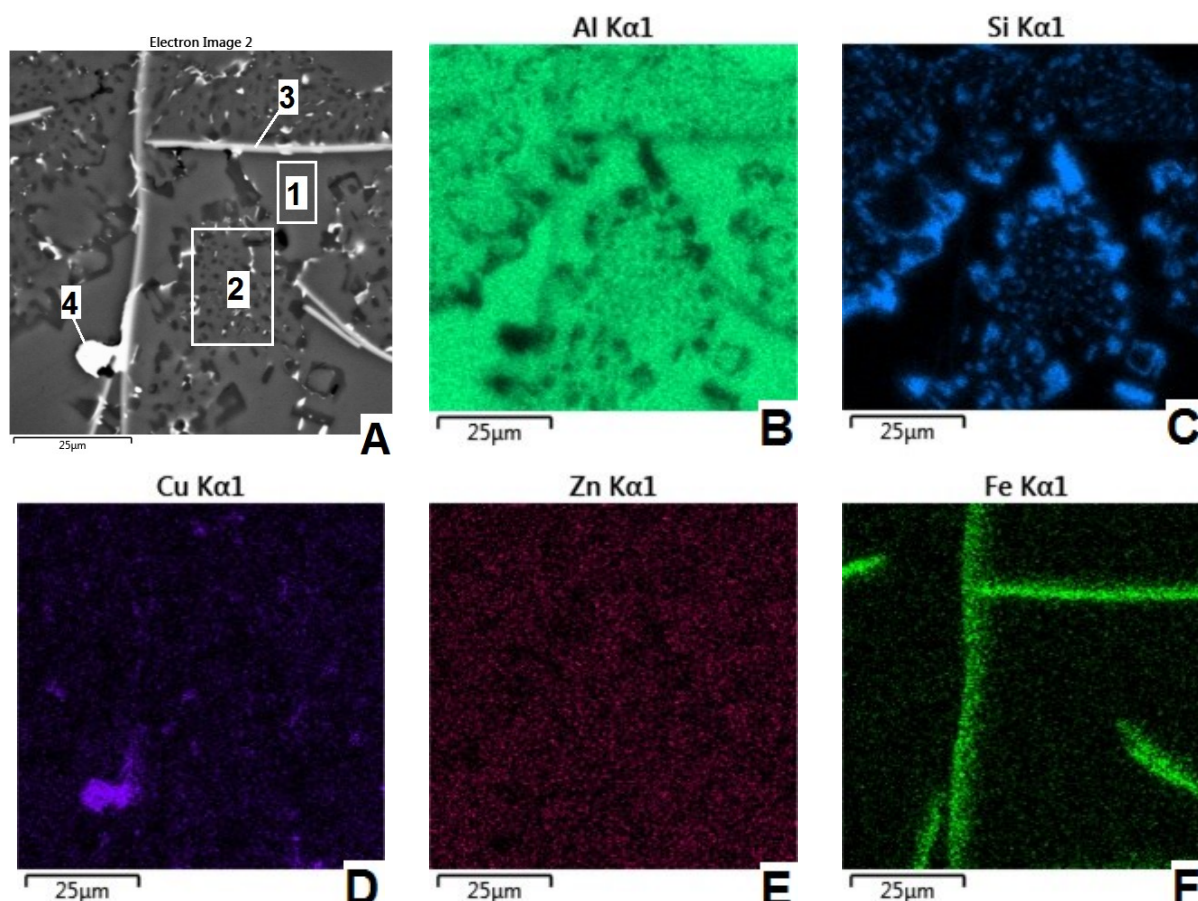
As imagens observadas nas Figuras 29(A) e (B), referente as condições como fundida e refinada respectivamente, são bastante semelhantes entre si. Nestas imagens é possível comprovar que as agulhas de Si eutético observadas via metalografia convencional tratam-se de placas, quando observadas em 3 dimensões.

Já nas Figuras 29(C) e 29(D) referente aos materiais que sofreram modificação por Sr é possível visualizar a complexa microestrutura fibrosa do Si eutético assim como descrito por Farahany et al. (2015).

Com o objetivo de melhor analisar os microconstituintes, assim como compreender melhor a distribuição dos elementos químicos na liga A380, análises

no MEV foram realizadas via EDS. A amostra escolhida para a análise foi a com refinamento de grão e com a adição de 200ppm de Sr, sendo que nenhum ataque químico foi realizado para obter as imagens. Os resultados fornecidos pela análise via EDS são apresentados na Figura 30.

Figura 30 - (A) Imagem obtida por MEV da liga A380 com refinamento de grão + 200ppm de Sr. (B), (C), (D), (E) e (F) Imagens obtidas nas análises via para os elementos Al, Si, Cu, Zn e Fe respectivamente.



Fonte: Autoria Própria

Na Figura 30(A) podemos identificar os principais microconstituintes encontrados na liga A380, representados pelos pontos 1 (fase Al- α), 2 (fase eutética Al-Si), 3 (fase Fe- β) e 4 (possivelmente a fase intermetálica θ -Al/Cu).

Na Figura 30(B) as regiões em verde representam o elemento químico Al, sendo possível perceber que este elemento está presente por toda a imagem, exceto por algumas regiões mais escuras.

Essas regiões mais escuras, em sua grande maioria, representam o elemento químico Si, fato esse comprovado pela Figura 30(C) onde, segundo as análises via EDS, o Si está representado nas regiões em azul. Por meio desta

imagem também é possível notar que o Si que compõem a liga A380 encontra-se distribuído majoritariamente na fase eutética Al-Si.

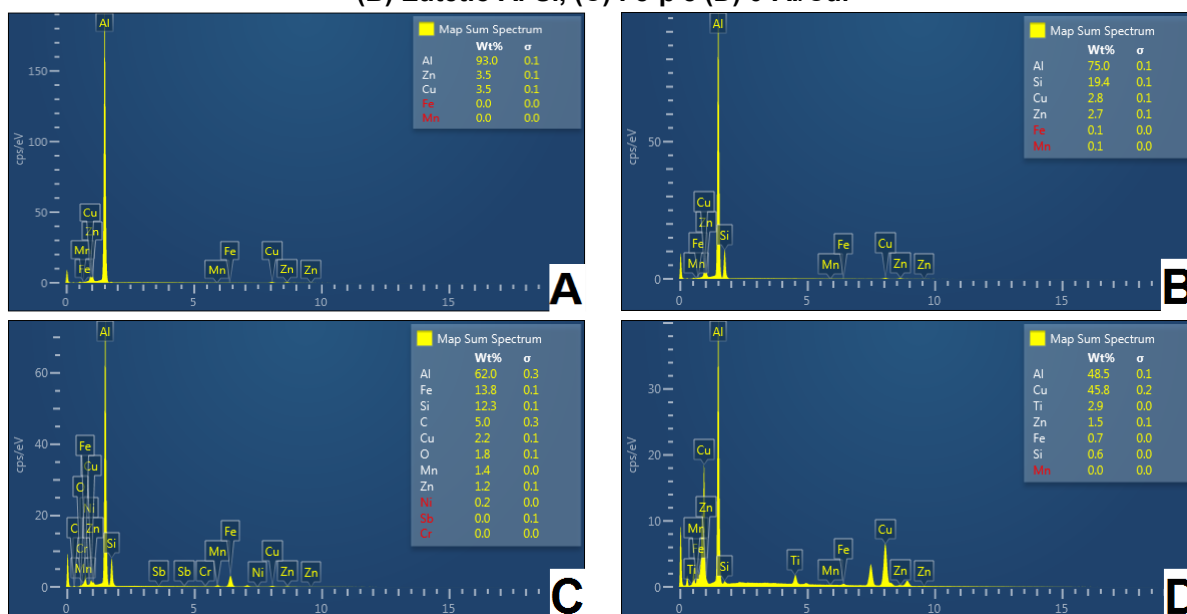
A Figura 30(D) indica que o Cu se apresenta disperso nas fases de Al e, além disso também é possível observá-lo ao lado do Si eutético, possivelmente indicando a formação do eutetico ternário Al-Si-Al₂Cu. Outra região bastante rica em Cu é referente a formação microestrutural semelhante a encontrada por Irizalp e Saklakoglu (2014) onde os autores descreveram como sendo a fase intermetálica θ -Al/Cu.

A análise via EDS aponta que o elemento Zn, representado na Figura 30(E) pelas regiões em rosa, está distribuído de forma homogênea nas fases de Al. Este fato é decorrente da alta solubilidade do Zn na fase Al, que pode ser constatado no diagrama de equilíbrio Al-Zn.

O último elemento analisado foi o ferro, e está representado na Figura 30-F pelas regiões em verde, sendo possível ver com clareza que tal elemento está distribuído quase em sua totalidade nas placas do intermetálico ferro- β .

Por fim, com o objetivo de obter composição química aproximada de cada fase, análises via EDS foram realizadas nas regiões específicas demarcadas na Figura 30(A) pelos pontos 1, 2, 3 e 4. Os resultados de tais análises podem ser observados na figura 31.

Figura 31 – Resultado da análise via EDS para as regiões correspondentes às fases (A) Al- α , (B) Eutético Al-Si, (C) Fe- β e (D) θ -Al/Cu.



Fonte: Autoria Própria

A partir dos dados apresentados na Figura 31(A), referente a análise química da fase Al- α , é possível notar que, segundo a análise via EDS, essa fase tem uma composição de 93% de Al, e com cerca de 3,5% de Cu e Zn, apontando para uma alta solubilidade desses elementos na fase Al- α . Esses valores são próximos aos observados por Irizalp e Saklakoglu (2014), exceto pelo teor de Zn, porém esse fato é explicado uma vez que a liga A380 utilizada pelos autores apresentava um teor de aproximadamente 0,7%, bem abaixo do apresentado pela liga A380 utilizada no presente trabalho.

Já na Figura 31(B), é possível observar uma composição química para a fase eutética de 75% de Al, 19,4% de Si e também teores próximos a 2,8% de Cu e Zn. Análises via EDS realizadas na liga A380 por Das et al., (2016), apontam para uma fase eutética com composição similar a encontrada no presente trabalho tendo uma concentração de aproximadamente 75% de Al e 24% de Si, porém em seus estudos os autores não encontraram teores significativos de Cu e Zn.

Na análise química realizada sobre o intermetálico Fe- β foram encontrados valores de 62% de Al, 13,8% de Fe e 12,3% de Si, valores estes similares aos observados por Irizalp e Saklakoglu (2014).

Por fim, as análises via EDS sobre a fase que supõem-se ser o intermetálico θ -Al/Cu apontam para uma composição de 48,5% de Al e 45,8% de Cu, novamente em concordância com os resultados apontados por Irizalp e Saklakoglu (2014). Fato esse que comprova a formação no intermetálico θ -Al/Cu na liga de alumínio A380.

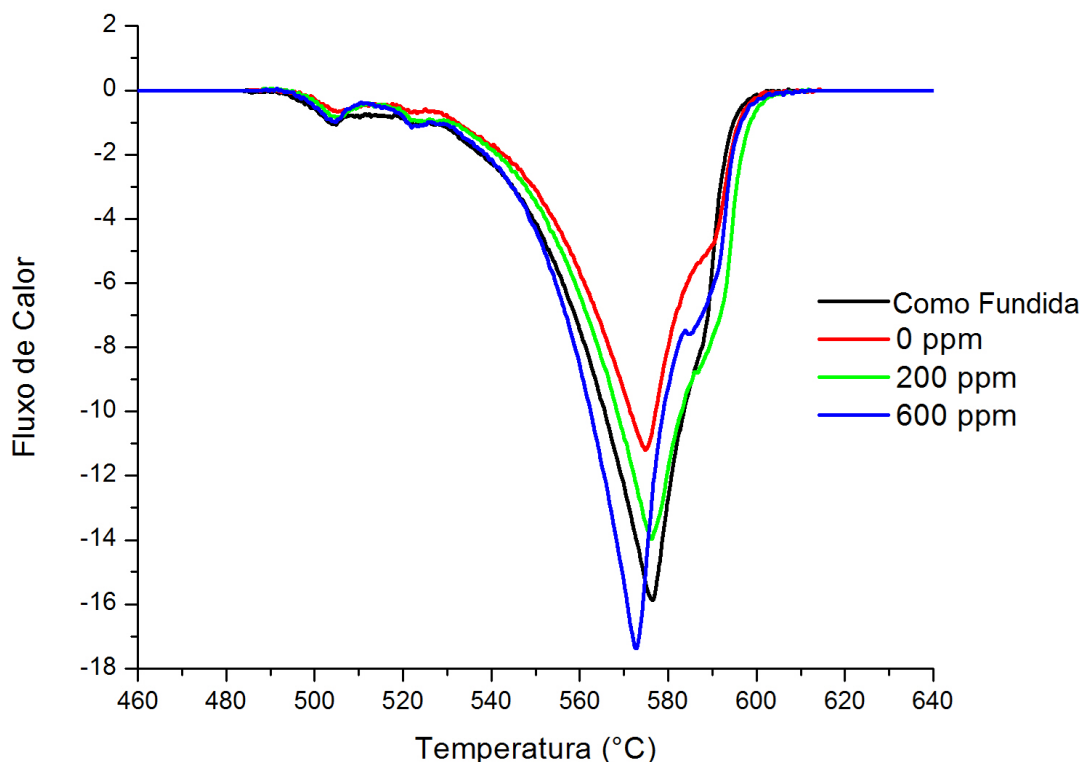
4.2 ANÁLISE DA TEMPERATURA DE SEMISSÓLIDO

O cálculo de como a fração sólida evolui com aumento de temperatura é uma das principais e indispensáveis etapas na análise de materiais semissólidos. Para isso, duas técnicas foram empregadas nesse trabalho, o método teórico segundo a equação de Scheil e também o método experimental via DSC.

Inicialmente análises térmicas via ensaio de DSC foram realizadas para as 4 composições químicas propostas para a liga A380. Estas análises tiveram como objetivo verificar tanto as temperaturas de formação das principais fases que compõe a liga A380, como o efeito do refinamento de grão e da modificação por Sr

nessas temperaturas. Os resultados de fluxo de calor obtidos durante o aquecimento das amostras podem ser observados no Gráfico 12.

Gráfico 12 - Resultado das análises via DSC.



Fonte: Autoria Própria

A partir do diagrama de fluxo de calor em relação à temperatura fornecido pelo ensaio de DSC é possível distinguir 3 regiões principais de formação de fase:

- A primeira região de transformação ocorre aproximadamente entre 490 e 533°C, sendo associada à formação de estruturas eutéticas mais complexas e também alguns intermetálicos, como por exemplo a fase θ -Al/Cu.

- A segunda região ocorre aproximadamente entre 532 e 583°C, e representa a formação do eutético binário Al-Si e também do intermetálico Fe- β (o qual é pré-eutético).

- Entre as temperaturas de 583 e 603°C ocorre a terceira região, referente à formação da fase primária Al- α .

Nota-se que os picos de transformação do eutético binário Al-Si e da fase Al- α (região 1 e 2) encontram-se sobrepostos, porém através da derivação do diagrama

de fluxo de calor em relação a temperatura é possível extrair com maior precisão as principais temperaturas de transformação de fase para a liga A380.

Na Tabela 3 estão listados os dados de temperatura para cada uma das condições propostas para liga A380, onde T1 é referente ao início da fusão da liga, T2 ao início da fusão do eutético Al-Si e T3 e T4 referentes ao início e término da fusão da fase Al- α .

Tabela 3: Temperaturas de transformação de fase obtidas via DSC.

Condição	T1 (°C)	T2 (°C)	T3 (°C)	T4 (°C)
Como Fundida	490,23	533,6	584,92	602,27
Refinada	490,63	533,5	585,64	601,98
Refinada + 200 ppm	489,49	534,65	583,34	602,15
Refinada + 600 ppm	491,64	532,41	582,55	603,58

Fonte: Autoria Própria

Pelas temperaturas apresentadas na Tabela 3, destaca-se que para todas as composições químicas analisadas existe um intervalo de transformação de fase de aproximadamente 112°C. Nota-se que a adição de elementos refinadores não altera de maneira significativa as temperaturas de transformação de fase quando comparadas com a liga no estado como fundida.

Já para a adição de Sr, é possível notar que o teor de 200ppm de Sr promoveu uma queda de 2°C na temperatura de formação da fase eutética Al-Si (T3) e para a condição com 600ppm essa queda foi ainda maior, cerca de 3°C. Nafisi e Ghomashchi (2006) em seus estudos sobre a liga A356, também observaram uma redução na temperatura de transformação da fase eutética após a adição de teores de Sr semelhantes, porém nesse trabalho essa queda foi ainda mais significativa, em torno de 6 a 7 °C.

Na sequência, no que diz respeito ao cálculo da fração sólida, a partir dos dados de temperaturas extraídos do ensaio de DSC, foi possível então com a equação de Scheil determinar a temperatura equivalente a 60% de fração sólida. Os parâmetros utilizados para este cálculo podem ser visualizados na Tabela 4, assim como os resultados apresentados pela equação.

Tabela 4: Parâmetros utilizados na equação de Scheil e resultados de temperatura para 60% de fração sólida.

Condição	T _f (°C)	T _{liq} (°C)	k	Temperatura para 60 %Fs
Como fundida	490,23	602,27	1,5	561,8
Refinada	490,63	601,98	1,5	561,3
Refinada + 200ppm	489,49	602,15	1,5	561,0
Refinada + 600 ppm	491,64	603,58	1,5	562,5

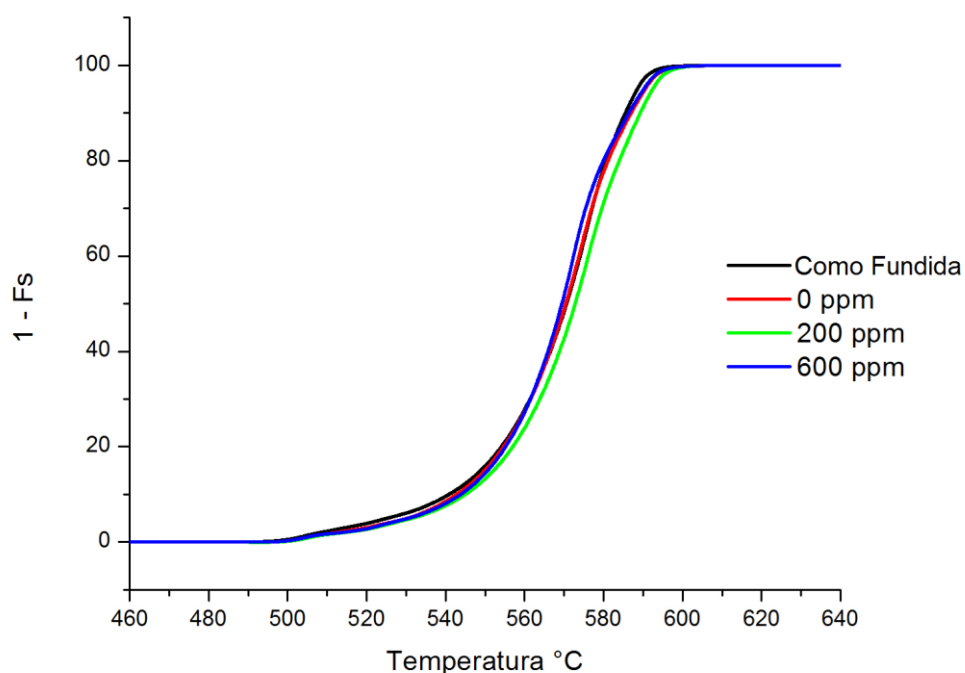
Fonte: Autoria Própria

Analisando os valores de temperaturas de fração sólida listados na Tabela 4, nota-se que não há uma variação significativa entre as 4 condições propostas, sendo que os valores ficaram próximos a 562°C. Esses valores são bastante condizentes com os encontrados por Das et al., (2014) em seus estudos realizados com a liga A380, sendo que os autores por intermédio de métodos de simulação baseados na equação de Scheil determinou valores próximos a 564°C para a mesma fração sólida estabelecida neste trabalho.

A segunda técnica utilizada para o cálculo da fração sólida foi o ensaio de DSC, onde é possível obter por meio da aproximação da variação energia durante a solidificação com o percentual da fração sólida. A variação da energia durante a fusão das amostras foi obtida por meio da integração das curvas de fluxo de calor em relação ao tempo.

Como todos os eventos de transformação de fase observados no DSC durante a solidificação são exotérmicos, considerou-se o percentual de energia envolvida no processo de fusão como sendo inversamente proporcional a fração sólida, resultando com isso no gráfico 13.

Gráfico 13 - Variação da fração sólida em relação a temperatura.



Fonte: Autoria Própria

Com os dados do gráfico 13 é possível extrair os valores de temperatura referente a fração sólida de 60%. Tais dados estão listados na Tabela 5.

Tabela 5: Temperaturas correspondentes a 60% de Fs segundo a figura 47.

Condição	Temperatura °C
Como Fundida	574,01
Refinada	573,81
Refinada + 200 ppm	574,12
Refinada + 600 ppm	572,38

Fonte: Autoria Própria

É possível notar que os valores para 60% de Fs encontrados via DSC são superiores aos valores calculados via equação de Scheil. Porém, os dados obtidos via DSC são similares aos apontados por Das et al., (2016), onde os autores também utilizaram a técnica de DSC para o cálculo da fração sólida sobre a liga A380.

Nota-se que autores como Das et al., (2014), que utilizaram tanto a técnica de DSC quanto métodos computacionais baseados na equação de Scheil para o

cálculo da fração sólida, também observaram um desvio nas curvas obtida via DSC quando comparadas com os dados da equação de Scheil, sendo esse desvio também no sentido de aumentar as temperaturas de F_s para os dados de DSC.

Por fim, ao realizar alguns pré-testes tanto nas temperaturas obtidas via equação de Scheil quanto por DSC, foi possível observar que para os valores obtidos via DSC as amostras apresentaram um aspecto de fração sólida bem inferior aos 60%, chegando ao ponto de se deformarem completamente devido à alta concentração de líquido, sendo que o mesmo não ocorreu para os valores obtidos via equação de Scheil.

Desta forma, optou-se por utilizar os dados de temperaturas obtidos via equação de Scheil, sendo estabelecido o patamar de 562°C como sendo a temperatura referente à 60% para as análises de todas as composições propostas para a liga A380.

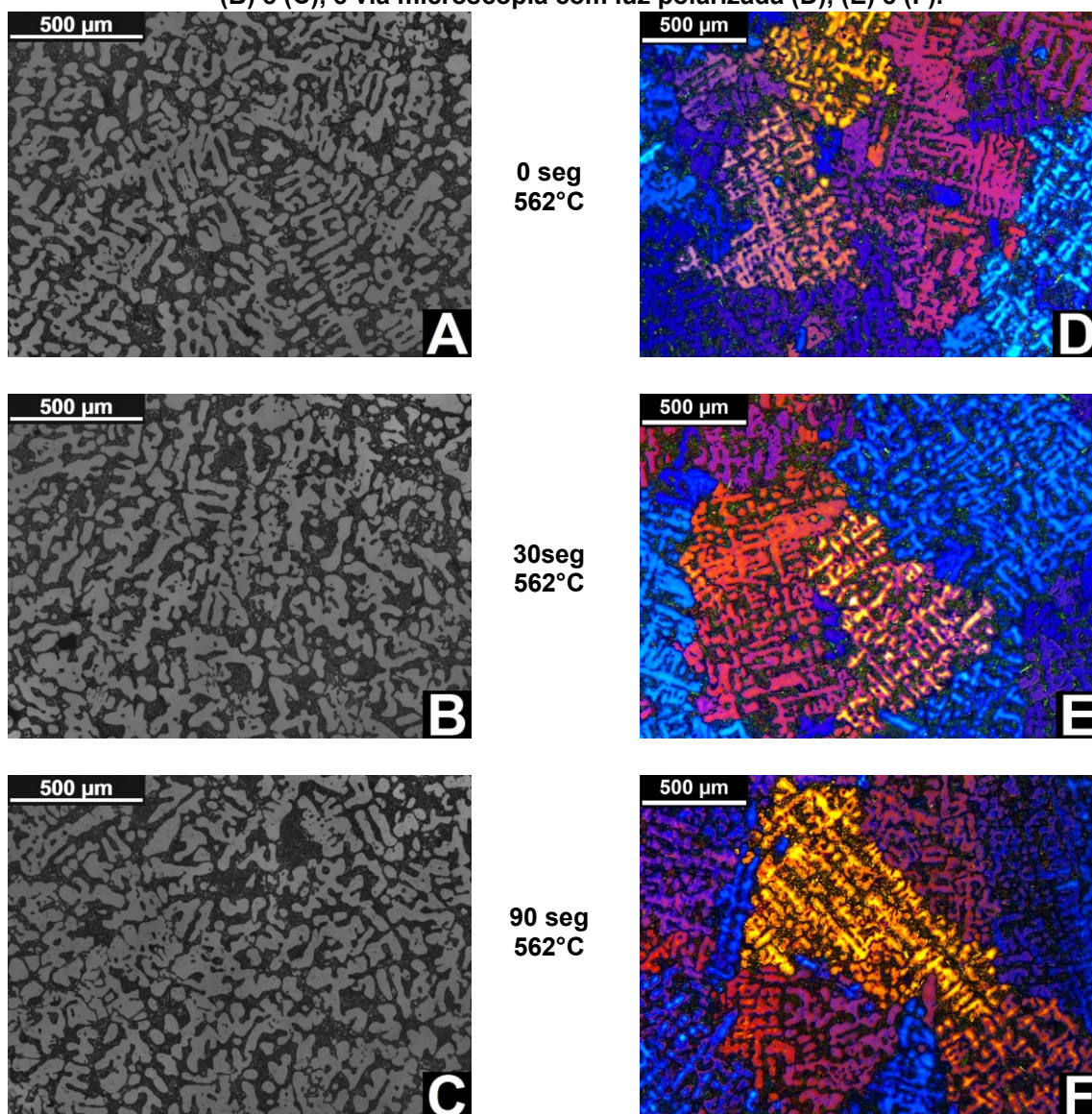
4.3 INFLUÊNCIA DO ESTRÔNCIO NA GLOBULARIZAÇÃO DA LIGA A380

Com o objetivo de analisar como a morfologia da liga A380 evolui no estado semissólido, bem como analisar qual impacto do refinamento de grão e da modificação por estrôncio sobre a evolução morfológica, amostras foram submetidas ao tratamento de globularização e na sequência foram analisadas metalograficamente via microscopia ótica convencional com luz polarizada.

Um fato importante a ser destacado é que não foi possível obter imagens com qualidade aceitável utilizando a microscopia ótica com luz polarizada para nenhuma das amostras que não passaram pelo tratamento térmico de globularização, devido ao ataque não ter sido efetivo.

Desta forma nas Figuras de 32 à 35 são ilustradas imagens obtidas por ambas as técnicas de microscopia podem ser visualizadas para os tempos de tratamento de 0, 30 e 90 segundo, referente as condições como fundida, refinada, refinada + 200ppm de Sr e refinada + 600 ppm.

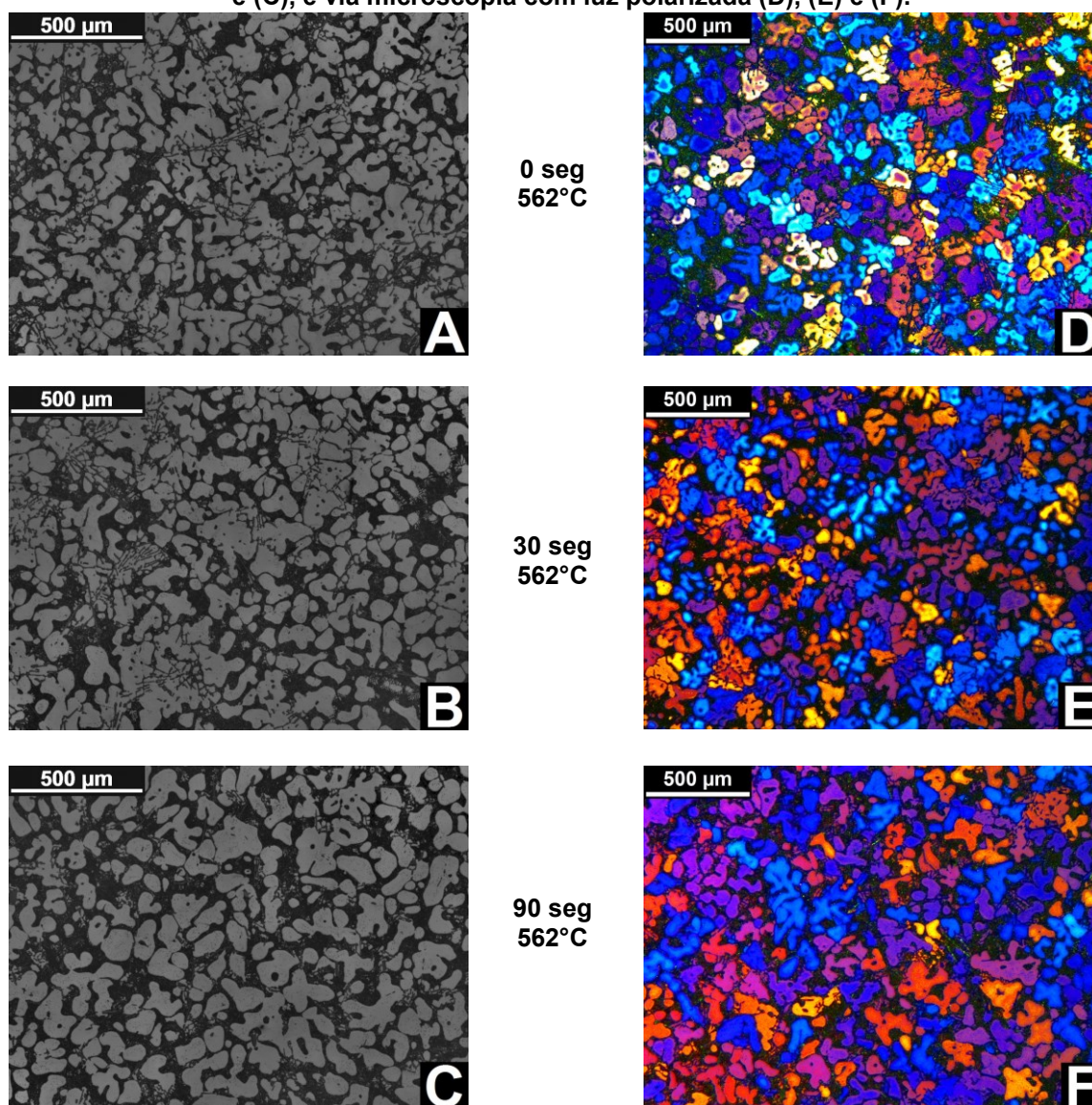
Figura 32 - Imagens da liga A380 no estado como fundida via metalografia convencional (A), (B) e (C), e via microscopia com luz polarizada (D), (E) e (F).



Fonte: Autoria Própria

Nota-se nas imagens da Figura 32, independente do tempo de tratamento, que a microestrutura da liga nessas condições é composta por estruturas de Al primário tipicamente dendríticas. A partir das imagens via metalografia convencional não é possível identificar com precisão as fronteiras de cada grão. Esse fato é sobreposto quando observadas as imagens obtidas via metalografia ótica com luz polarizada, onde é possível ter a noção exata da morfologia e das fronteiras de cada grão.

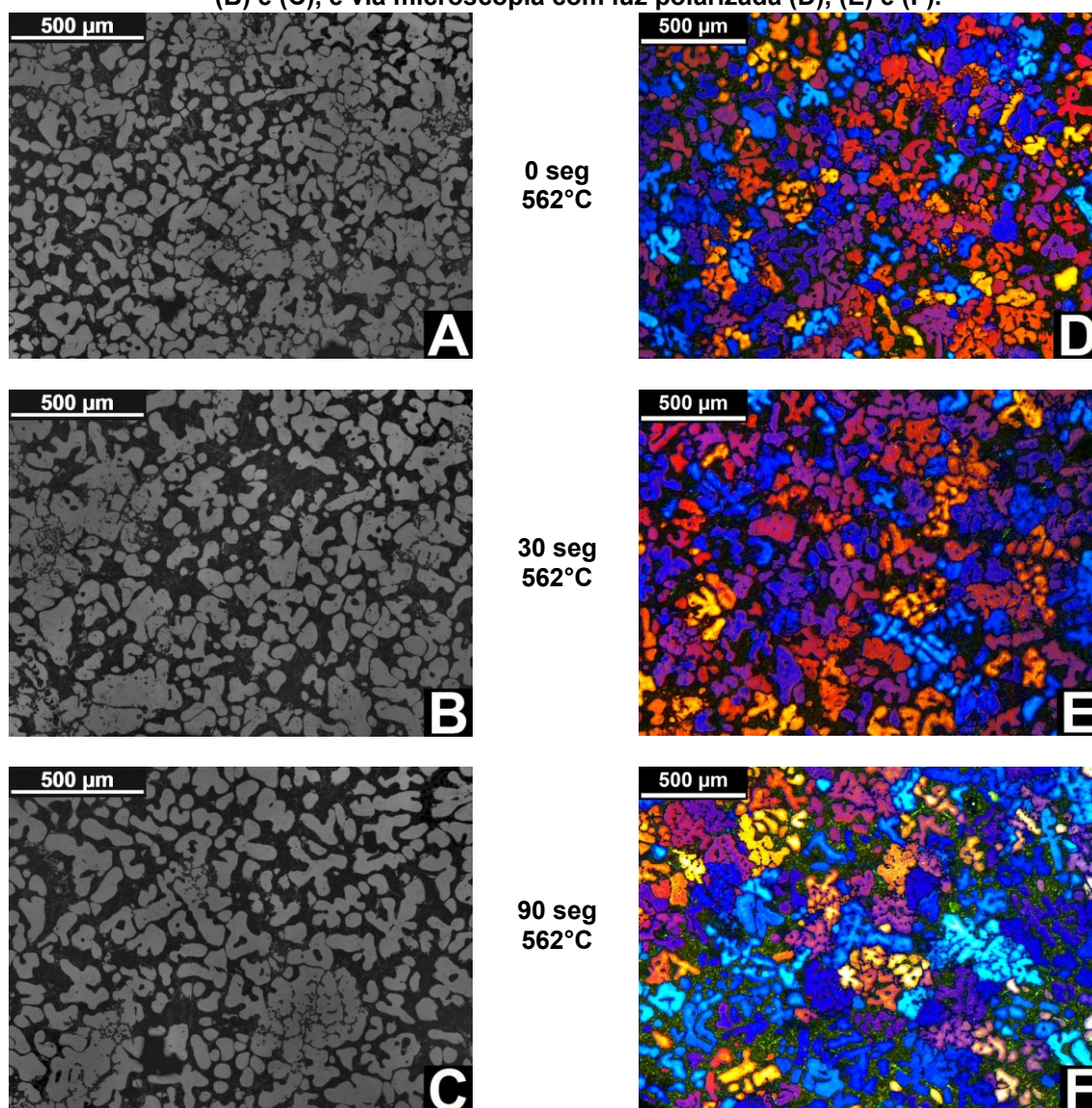
Figura 33 - Imagens da liga A380 refinada + 0 ppm de Sr via metalografia convencional (A), (B) e (C), e via microscopia com luz polarizada (D), (E) e (F).



Fonte: Autoria Própria

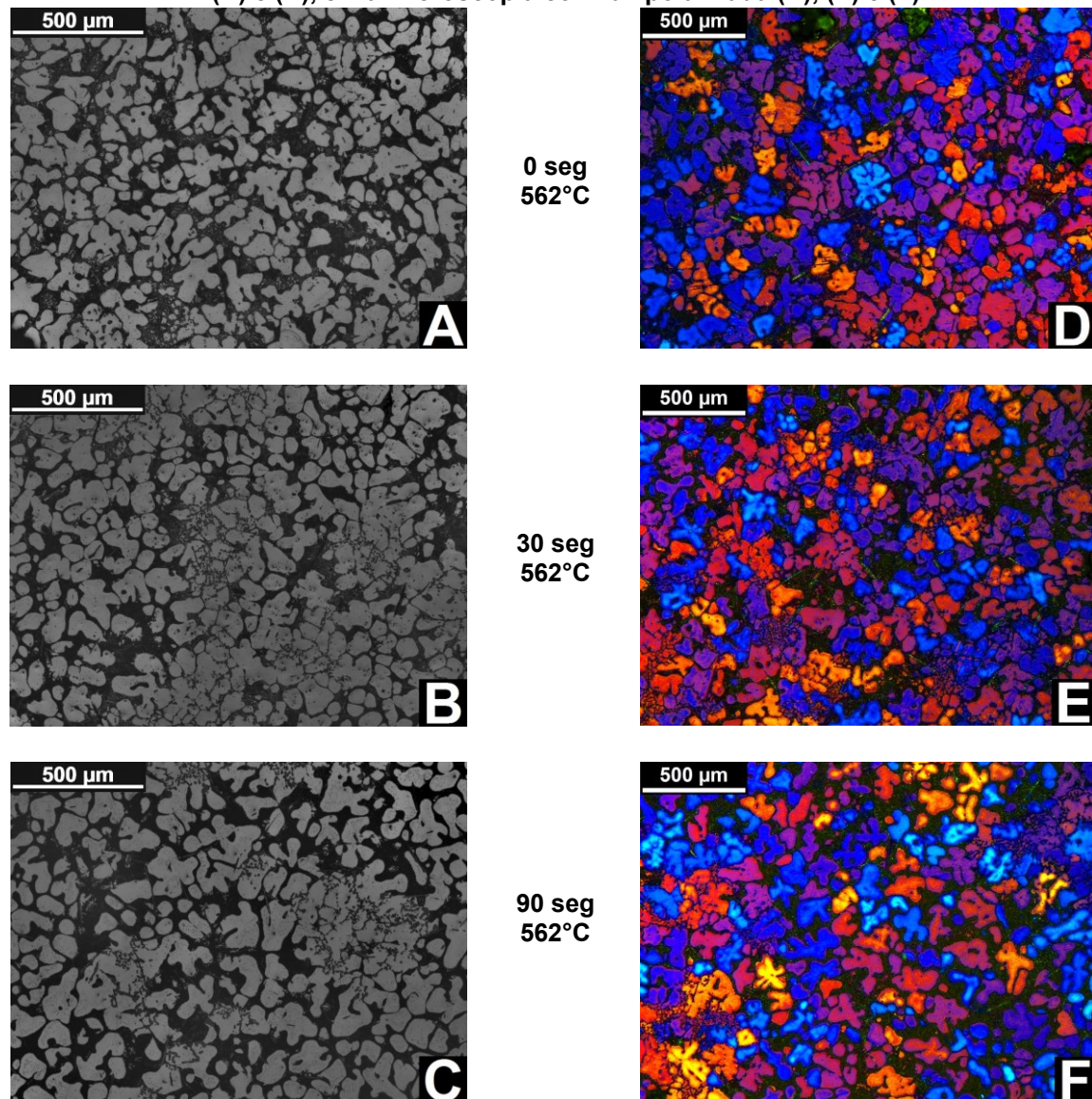
As imagens apresentadas na Figura 33 ilustram a significativa melhora microestrutural após o refinamento de grão. Nessas imagens é possível visualizar, principalmente nas metalografias coloridas, que as estruturas de Al primário possuem o formato de rosetas equiaxiais. Esse fato indica o melhoramento no comportamento reológico da liga A380 no estado semissólido. Além disso, nas imagens obtidas por microscopia ótica com luz polarizada ainda é possível visualizar que existem casos de glóbulos adjacentes que possuem a mesma orientação cristalográfica, tratando-se de um único grão.

Figura 34 - Imagens da liga A380 refinada + 200 ppm de Sr via metalografia convencional (A), (B) e (C), e via microscopia com luz polarizada (D), (E) e (F).



Nas imagens ilustradas nas Figuras 34 e 35, que retratam a liga A380 com refinamento de grão juntamente com a adição de 200 e 600 ppm de Sr respectivamente, é possível observar de maneira semelhante à Figura 35, rosetas equiaxiais de Al primário circundadas pela fase líquida que foi resfriada rapidamente. Nota-se que não é possível observar apenas com uma análise visual mudanças significativas na morfologia do Al primário após a modificação por Sr, sendo necessária uma análise quantitativa mais detalhada para compreender melhor o efeito da modificação por Sr na morfologia da liga A380 no estado semissólido.

Figura 35 - Imagens da liga A380 refinada + 600 ppm de Sr via metalografia convencional (A), (B) e (C), e via microscopia com luz polarizada (D), (E) e (F).



A partir das imagens obtidas por ambas as técnicas de microscopia foi possível realizar o levantamento dos parâmetros quantitativos de tamanho de célula dendrítica (DCS, via metalografia convencional) e tamanho de grão (GS, via metalografia colorida), para as diferentes condições da liga A380, bem como para os diferentes tempos de retenção durante o tratamento de globularização. Os resultados das medições são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6: Valores de tamanho médio de célula dendrítica (DCS), tamanho médio de grão (GS) e relação entre tamanho de célula dendrítica e grão (DCS/GS).

Amostra	TR (s)	DCS	GS	DCS/GS
Como Fundida	0	109,1	643,9	0,169
	30	114,9	683,4	0,168
	90	118,7	694,5	0,171
Refinada	0	99,2	175,7	0,565
	30	101,5	180,7	0,562
	90	111,0	186,1	0,596
200 ppm	0	102,3	175,2	0,584
	30	103,1	173,8	0,593
	90	115,8	197,3	0,587
600 ppm	0	98,7	170,5	0,579
	30	102,3	175,9	0,582
	90	107,4	188,1	0,571

Fonte: Autoria Própria

Com relação ao efeito do refinamento de grão, a partir dos dados de tamanho de célula dendrítica (DCS), nota-se que embora a liga no estado como fundida apresente valores de aproximadamente 10% superior, não é possível afirmar apenas pela análise desse parâmetro se houve ou não o refinamento de grão da fase Al- α .

Esse fato fica evidente ao analisar os dados de tamanho de grão obtidos via metalografia colorida, onde os valores para a condição como fundida são em média 3,7 vezes maiores quando comparados com a condição refinada. Este resultado comprova que a adição de 0,2% de Ti por meio da liga refinadora Al5Ti1B foi eficaz na redução do tamanho de grão da fase Al- α .

Os resultados apresentados acima demonstram a importância da metalografia ótica com luz polarizada na análise quantitativa de estruturas semissólidas, pois com essa técnica é possível reduzir os erros na quantificação de GS intrínsecos à metalografia convencional. Sendo possível afirmar que a metalografia ótica com luz polarizada ajuda a obter um parecer mais completo sobre os fenômenos microestruturais envolvidos no processamento de materiais semissólidos.

Outro fato interessante que se pode notar a partir dos dados da Tabela 6, é que o estrôncio aparentemente não apresenta nenhuma relação com o tamanho de célula dendrítica ou com o tamanho de grão, seja de forma a aumentar ou diminuir

os valores. Esse fato é comprovado pois ao analisar os valores de DCS e GS para as condições com adição de 200 e 600ppm de Sr, é possível notar que os valores foram em média 2% inferiores quando comparados com a condição onde foi adicionado somente refinador de grão. E a partir desse pequeno valor é possível afirmar que o Sr não interage com as partículas nucleantes e nem altera o mecanismo de crescimento da fase primária Al- α .

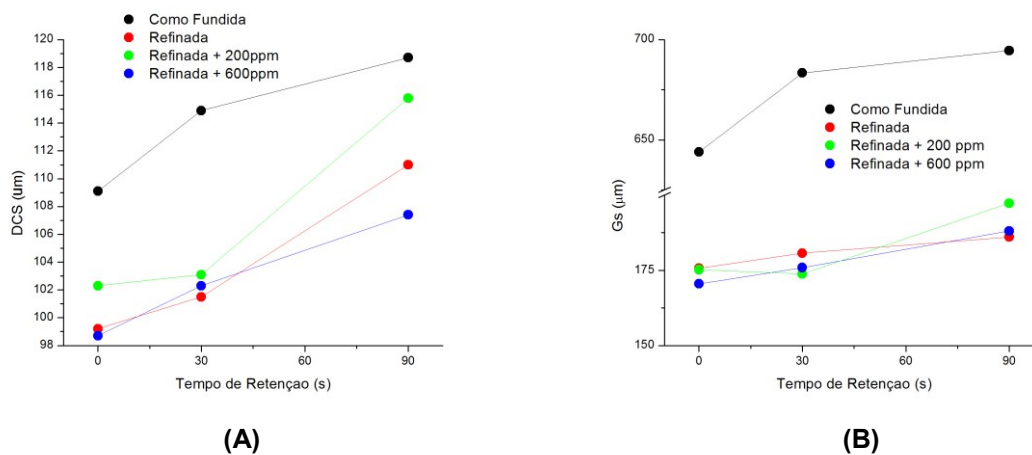
Já com relação a razão DCS/GS, expressa na Tabela 6, a qual fornece um parâmetro microestrutural que engloba as duas técnicas metalográficas utilizadas nas análises, e pode ser diretamente relacionada com o comportamento de materiais semissólidos, uma vez que quanto mais distante de 1 for essa relação, maior será a interação entre as partículas sólidas quando o material for submetido a compressão.

Por meio desse parâmetro é possível notar que a liga em seu estado natural apresenta uma relação de 0,17, comprovando com isso que grande parte das estruturas bidimensionais visualizadas via metalografia ótica convencional tratam-se na verdade de estruturas interconectadas tridimensionalmente, fazendo parte de um único grão. Esse resultado indica uma microestrutura totalmente dendrítica, e por consequência um pior comportamento reológico.

Já para as ligas com refino de grão e modificação por estrôncio, a relação DCS/GS apresentou valores próximos a 0,6, apontando com isso que mesmo havendo uma melhora significativa em relação a condição como fundida, ainda assim existem partículas que bidimensionalmente apresentam-se desconectadas, mas que em 3 dimensões tratam-se de único grão. Uma vez que para uma condição completamente globular a relação DCS/GS deveria ser o mais próximo de 1.

Por fim, também a partir dos dados da Tabela 6 é possível analisar a influência do tempo de retenção na evolução morfológica para cada uma das condições propostas para a liga A380. Com a finalidade de facilitar a análise, os dados da tabela 6 foram plotados nos Gráficos 14(A) e 14(B), qual relaciona o tamanho de célula dendrítica (A) e o tamanho de grão (B) com o tempo de retenção.

Gráfico 14 - Variação do tamanho de célula dendrítica (A) e tamanho de grão (B) em relação ao tempo de retenção durante o tratamento térmico de globularização.



Fonte: Autoria Própria

A partir dos dados da tabela 6 e do gráfico 14(A) é possível notar que houve um significativo acréscimo nos valores de DCS conforme aumento do tempo de retenção. Para a condição como fundida houve um acréscimo de 9% no tamanho de célula dendrítica com o aumento no tempo (de 0 para 90 segundos). Já para condição refinada, esse aumento foi de aproximadamente 12%, e para as condições com 200 e 600 ppm de Sr o aumento no tempo de retenção ocasionou um aumento de 13 e 8% respectivamente nos valores de DCS.

Já com o Gráfico 14(B) é possível analisar a evolução dos valores de tamanho de grão (GS) com relação ao tempo de retenção, onde observa-se para um aumento no tempo de retenção de 0 para 90 segundos, um aumento nos valores de 8% para a condição como fundida, de 6% para a condição refinada, de 12 e 10% para as condições com 200 e 600 ppm de Sr respectivamente.

Os dados de DCS e GS indicam que em todas as condições propostas para a liga A380 houve um acréscimo no tamanho das partículas de fase sólida com aumento no tempo de retenção durante o tratamento térmico de globularização, sendo esse aumento mais significativo para a condição com adição de 200ppm de Sr. Esse aumento no tamanho de grão já era fenômeno esperado, pois como mostra Ruiz (2014) em seus estudos sobre a tixotromabilidade de ligas Al-Si-Cu produzidas via refino de grão, mesmo para altas porcentagens de Si e altas frações sólidas ainda assim ocorre o crescimento de grão.

Na sequência, outra análise fundamental para a compreensão de estruturas semissólidas são os parâmetros microestruturais de fator de forma da fase primária e índice RQI, tais dados são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7: Valores de fator de forma e índice RQI.

Amostra	TR (s)	SF	RQI
Como Fundida	0	0,332	0,056
	30	0,331	0,056
	90	0,341	0,058
Refinada	0	0,478	0,270
	30	0,466	0,262
	90	0,508	0,303
Refinada+ 200 ppm	0	0,497	0,290
	30	0,502	0,298
	90	0,526	0,309
Refinada+ 600 ppm	0	0,499	0,289
	30	0,483	0,281
	90	0,539	0,308

Fonte: Autoria Própria

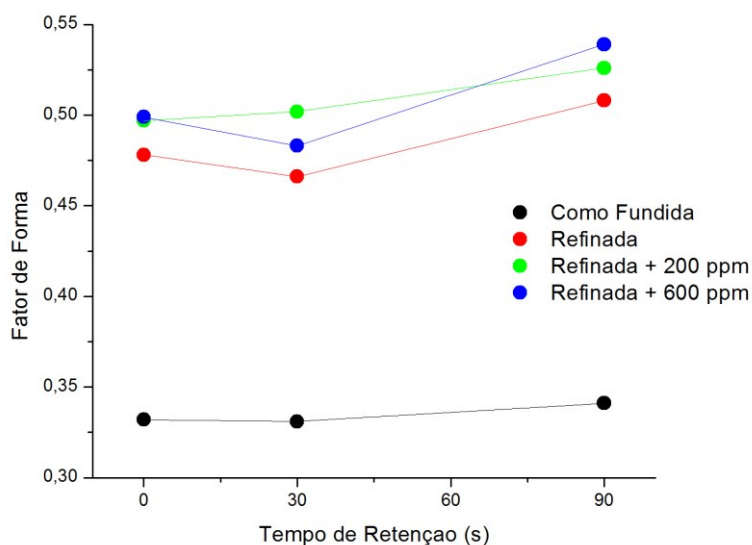
Por intermédio dos valores de fator de forma apresentados na Tabela 7, é possível notar uma variação de aproximadamente 43% entre a liga A380 na condição como fundida em relação à condição refinada. Essa diferença pode ser explicada ao analisarmos suas microestruturas, sendo que as células dendríticas que compõem a microestrutura da liga no estado como fundido apresentam uma forma mais alongada, quando comparadas com as estruturas equiaxiais presentes na microestrutura da condição refinada. Este fato resulta em uma menor circularidade das partículas na condição como fundida. Como aponta Hirt e Kopp (2009), a condição globular da microestrutura é fundamental no comportamento viscoso dos materiais semissólidos, onde estruturas mais esferoidais tendem a se ancorar menos umas nas outras.

Outro dado interessante observado nos valores de fator de forma da Tabela 7 é com relação à influência do Sr, onde as amostras que sofreram modificação por Sr apresentaram um valor 5% maior quando comparadas com a condição somente com refinamento. Não se sabe exatamente ao certo como o Sr proporcionou essa melhora microestrutural, mas acredita-se que esse valor ligeiramente superior está ligado a uma melhor distribuição da fase eutética ao redor da fase primária, por

consequência uma melhor distribuição da fase líquido, possibilitando com isso uma maior facilidade na globularização dessas estruturas.

Na sequência, a influência tempo de retenção na evolução do fator de forma pode ser melhor observada a partir do gráfico 15.

Gráfico 15 - Variação do fator de forma em relação ao tempo de retenção.



Fonte: Autoria Própria

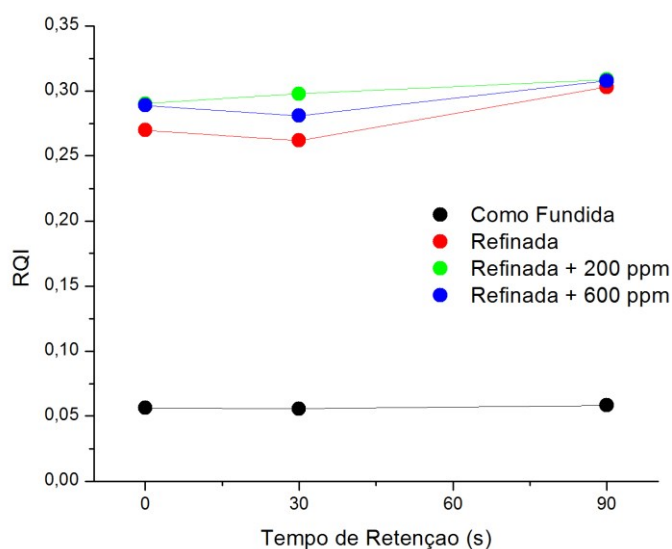
O Gráfico 15 ilustra a significativa diferença entre os valores de fator de forma da liga no estado como fundido, quando comparada com as demais composições. Também pode-se observar que valores de fator de forma apresentados pela liga sem a adição de Sr foram ligeiramente menores em comparação com as modificadas.

Por meio do Gráfico 15 também é possível perceber que houve uma pequena melhora do SF com o aumento do tempo de retenção, sendo essa melhora de forma mais significativa para as ligas que sofreram refinamento de grão.

Para o caso da liga como fundida, ao aumentar o tempo de retenção de 0 para 90 segundos, o fator de forma aumentou em 3%. Já para a condição refinada houve um aumento de 6% no fator de forma, e para ambas as ligas modificadas com estrôncio essa melhora foi em torno de 7%, indicando com isso que estruturas equiaxiais e previamente mais globulares tendem a globularizar com mais facilidade que estruturas dendríticas.

Por fim, o índice RQI que engloba todos os parâmetros microestruturais analisados até aqui, aponta novamente para um pior comportamento semissólido da liga A380 no estado como fundido. Esta ocorrência é explicada pela sua microestrutura grosseira e dendrítica, sendo que o índice RQI para a condição como fundida foi 5 vezes menor quando comparado com as demais condições. A evolução do índice RQI em relação ao tempo de retenção durante o tratamento térmico de globularização está apresentada no Gráfico 16.

Gráfico 16 - Variação do Índice RQI em relação ao tempo de retenção.



Fonte: Autoria Própria

Por meio do Gráfico 16 podemos perceber que o índice RQI evoluiu pouco com o aumento do tempo de globularização para a liga no estado como fundido, onde houve um aumento de 3% com o aumento do tempo de 0 para 90 segundos, e para as ligas sob condições com refinamento e modificação esse aumento foi em média de 8%.

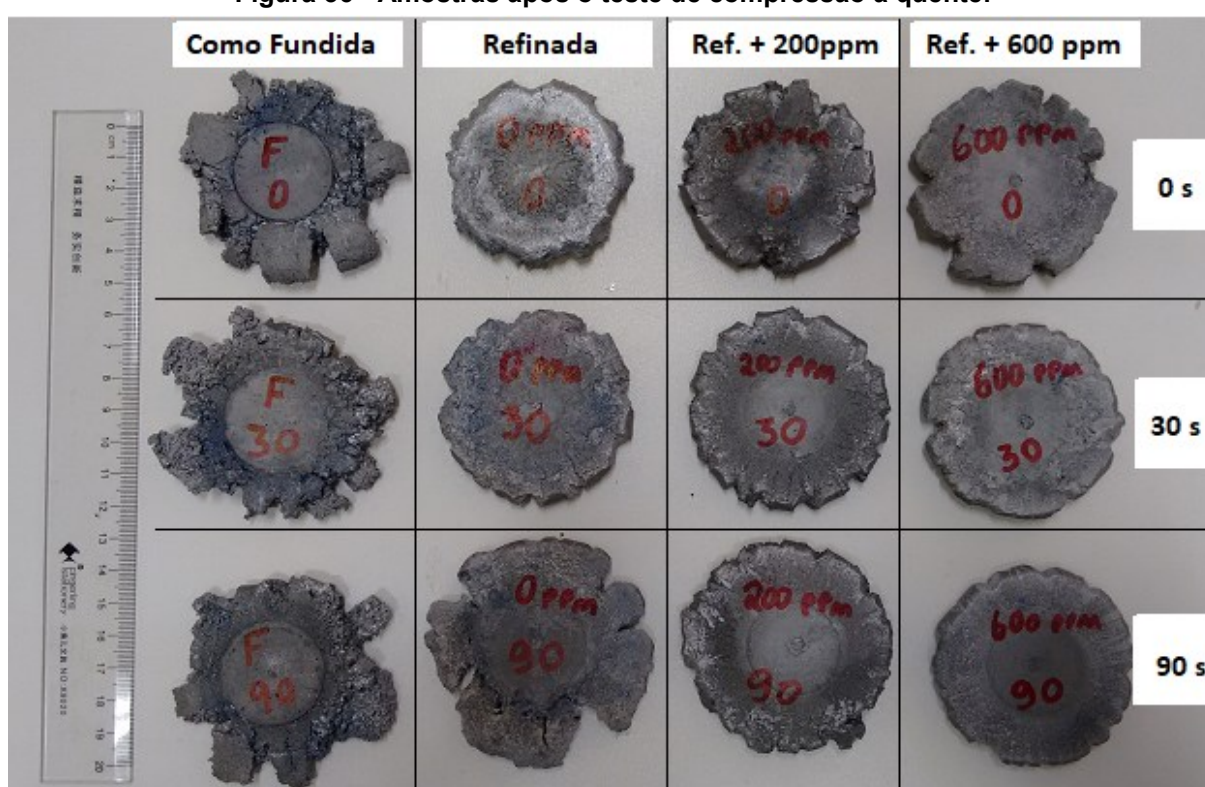
Nota-se que a evolução do índice RQI está ligada tanto ao aumento no tamanho de grão e de glóbulo, mas principalmente com a globularização das partículas sólidas o que resulta em um maior fator de forma.

Por fim, assim como observado nos valores de fator de forma, nota-se que os valores de índice RQI são ligeiramente superiores para as condições com a adição de Sr, sendo a melhor condição a com refinamento de grão e modificação por 200ppm de Sr.

4.4 TESTE DE COMPRESSÃO A QUENTE

O teste de compressão a quente foi realizado com o objetivo de analisar o comportamento reológico da liga A380 nas diferentes condições estudadas, bem como para diferentes tempos de retenção na temperatura de semissólido. A Figura 36 ilustra os corpos de prova após o ensaio.

Figura 36 - Amostras após o teste de compressão a quente.



Fonte: Autoria Própria

Na Figura 36 é possível observar que os corpos de prova, referentes à condição como fundida (amostras F), apresentam um aspecto bastante especular quando comparados com os demais, indicando previamente um pior comportamento reológico para essa condição. Neste caso, sugere-se que a liga sem refinador e sem Sr apresentou esse aspecto devido sua microestrutura ser totalmente dendrítica, assim como já constatado metalograficamente.

Também é possível notar que existe uma significativa melhora no aspecto das amostras após o refinamento de grão (amostras 0ppm) e também após a modificação por Sr (amostras 200ppm e 600ppm).

A partir do aspecto das amostras é possível constatar que o aumento no tempo de retenção teve um resultado mais efetivo para as duas condições onde houve a modificação por Sr, sendo que o aumento no tempo de retenção de 0 para 30 segundos resultou em amostras menos especulares.

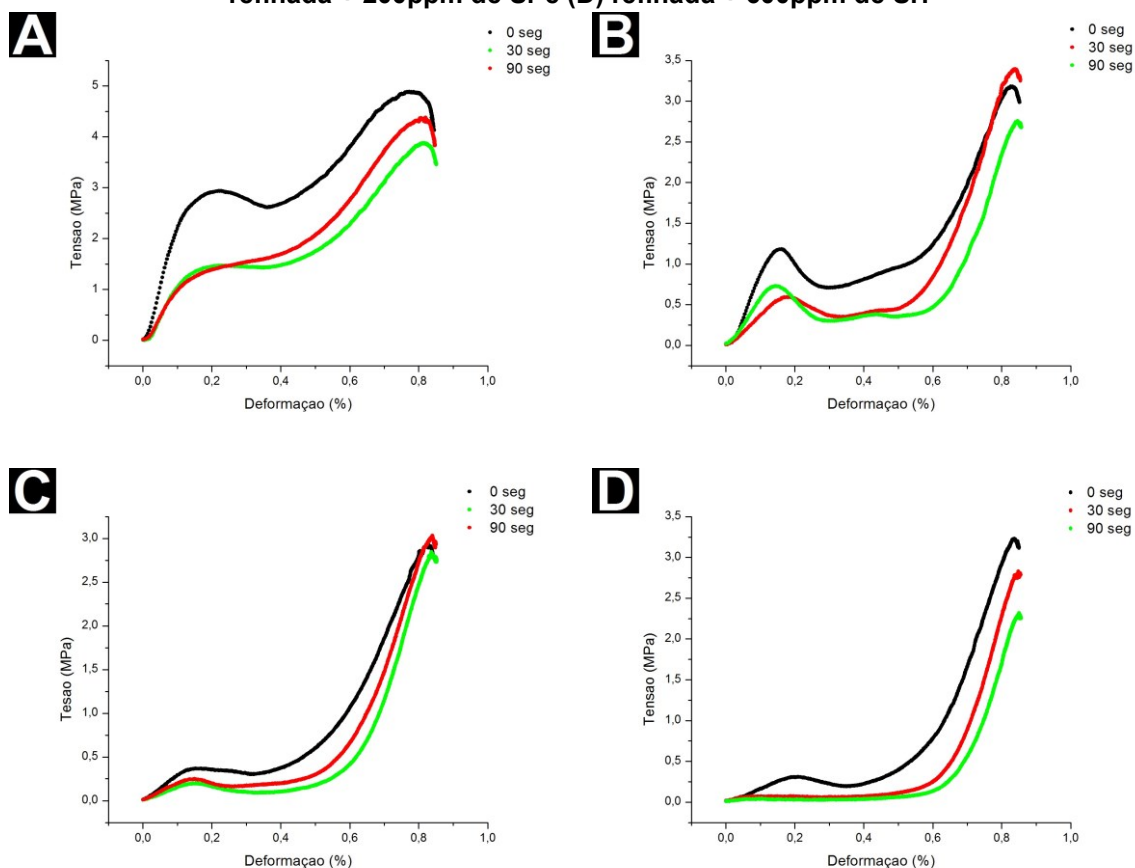
Nota-se que o aumento no tempo de retenção de 30 para 90 segundos para as amostras com Sr, não acarretou em uma mudança perceptível no aspecto dos corpos de prova, independentemente do teor de Sr.

Desta forma é possível afirmar, a partir do aspecto dos corpos de prova, que possivelmente a melhor condição para a tixoconformação da liga A380 seria a com refinamento de grão e 200ppm de Sr combinado com um tempo de retenção na temperatura de semissólido de 30 segundos.

4.4.1 Tensão x Deformação

Durante o ensaio de compressão a quente, dados de deslocamento e força foram coletados com auxílio do software LabView, o que permitiu, por meio das equações 8 e 9, o cálculo da deformação e da tensão desenvolvidas durante o teste. O gráfico de tensão-deformação é uma ferramenta útil para se analisar e compreender os esforços envolvidos durante a compressão das amostras no estado semissólido. Tais resultados podem ser visualizados nos Gráficos 17(A) condição como fundida, 17(B) refinada, 17(C) refinada + 200 ppm de Sr e 17(D) refinada + 600 ppm de Sr.

Gráfico 17 – Tensão-deformação obtidos durante o teste de compressão a quente com tempos de retenção de 0, 30 e 90 segundos para as amostras (A) como fundida, (B) refinada, (C) refinada + 200ppm de Sr e (D) refinada + 600ppm de Sr.



Fonte: Autoria Própria

A partir dos Gráficos 17 (A, B, C e D) é possível notar, de modo geral, o comportamento típico de tensão em relação à deformação para materiais semissólidos, assim como descrito por Kang et al., (1999).

Nos gráficos, inicialmente é observado um aumento na tensão devido as interações que ocorrem entre as partículas sólidas logo no início da compressão. Quando a tensão chega a um valor máximo, ocorre então a quebra das estruturas sólidas. Esse pico no valor de tensão é denominado de tensão de escoamento (σ_{esc}), sendo que a partir desta tensão se inicia o escoamento da fase sólida sobre fase líquida.

Também nos Gráficos 17 (A, B, C e D) é possível observar que a tensão de escoamento ocorre relativamente no início da compressão, normalmente para deformações entre 15 e 25%. Além disso, é possível observar que a tensão de escoamento variou de maneira significativa entre cada uma das condições, sendo que a condição como fundida apresentou os maiores valores observados.

Novamente esse fato é explicado devido a estrutura completamente dendrítica apresentada pela condição como fundida, levando com isso a um maior nível de ancoramento entre os grãos, e como resultado, uma maior energia é necessária para a quebra dos braços dendríticos.

Após o refinamento de grão, é possível notar um decréscimo bastante significativo na tensão de escoamento, quando comparado com a condição como fundida. O mesmo ocorre para as condições onde foi adicionado 200 e 600 ppm de Sr. Assim como constatado metalograficamente, o refinamento de grão proporcionou a formação de grãos menores e mais equiaxiais, e além disso tanto o refinamento de grão quanto a modificação por Sr se demonstraram efetivos em melhorar a condição globular dos grãos da liga A380. E assim como explicado por Nafisi e Ghomashchi (2016), esses parâmetros microestruturais tem impacto direto no comportamento reológico de materiais semissólidos, explicando, portanto, esse decréscimo na tensão de escoamento tanto após o refinamento de grão quanto após a modificação da fase eutética pela adição de Sr.

Outro fato interessante que é possível observar a partir dos Gráficos 17 (A, B, C e D) a influência do tempo de retenção. De modo geral, é possível observar que o aumento no tempo de retenção resultou em um decréscimo na tensão de escoamento, sendo que essa redução foi mais significativa no aumento de 0 para 30 segundos, do que no aumento de 30 para 90 segundos. Esse resultado aponta que o tempo de retenção de 30 segundos é o mais vantajoso para o processamento da liga A380 no estado semissólido para as condições analisadas.

Na sequência, é possível observar nos Gráficos 17 (A, B, C e D) que após atingida a tensão de escoamento tem-se uma redução nos valores de tensão, isso ocorre devido à quebra das estruturas sólidas, seguido do escoamento pleno da pasta semissólida. Essa etapa da compressão caracteriza o comportamento tixotrópico típico de materiais semissólidos.

Por fim, assim como explicado por Kang et al., (1999), conforme a deformação aumenta, ocorre então a segregação da fase líquida e as partículas sólidas começam a se aglomerar. Esse fenômeno faz com que a tensão torne a aumentar, devido à deformação mecânica das partículas sólidas.

A partir dos Gráficos 17 (A, B, C e D) de tensão-deformação é possível realizar uma análise quantitativa mais detalhada dos valores de tensão de

escoamento e da deformação para a qual essas tensões foram observadas. Tais dados são apresentados na Tabela 8.

Tabela 8: Valores de tensão de escoamento e deformação.

Amostra	σ_{esc} (MPa)	Deformação (%)
Como Fundida, 0 seg	2,94	22,17
Como Fundida, 30 seg	1,47	23,87
Como Fundida, 90 seg	1,46	24,57
Refinada, 0 seg	1,18	16,13
Refinada, 30 seg	0,73	14,16
Refinada, 90 seg	0,59	18,60
Refinada + 200 ppm, 0 seg	0,25	14,92
Refinada + 200 ppm, 30 seg	0,20	14,52
Refinada + 200 ppm, 90 seg	0,07	15,70
Refinada + 600 ppm, 0 seg	0,26	13,73
Refinada+ 600 ppm, 30 seg	0,31	20,96
Refinada+ 600 ppm, 90 seg	0,06	15,62

Fonte: Autoria Própria

Nos dados da Tabela 8 é possível notar uma tensão de escoamento 60% maior para a condição como fundida, quando comparada com a condição onde houve o refinamento de grão. Além disso, a deformação para qual essa tensão é observada também reduziu de 23% para 16%, quando comparadas as condições sem e com refinamento. Esses dados indicam que uma menor energia é necessária para tixoconformar a liga estudada. Comprovando assim o impacto direto do refinamento de grão sobre o comportamento reológico da liga A380.

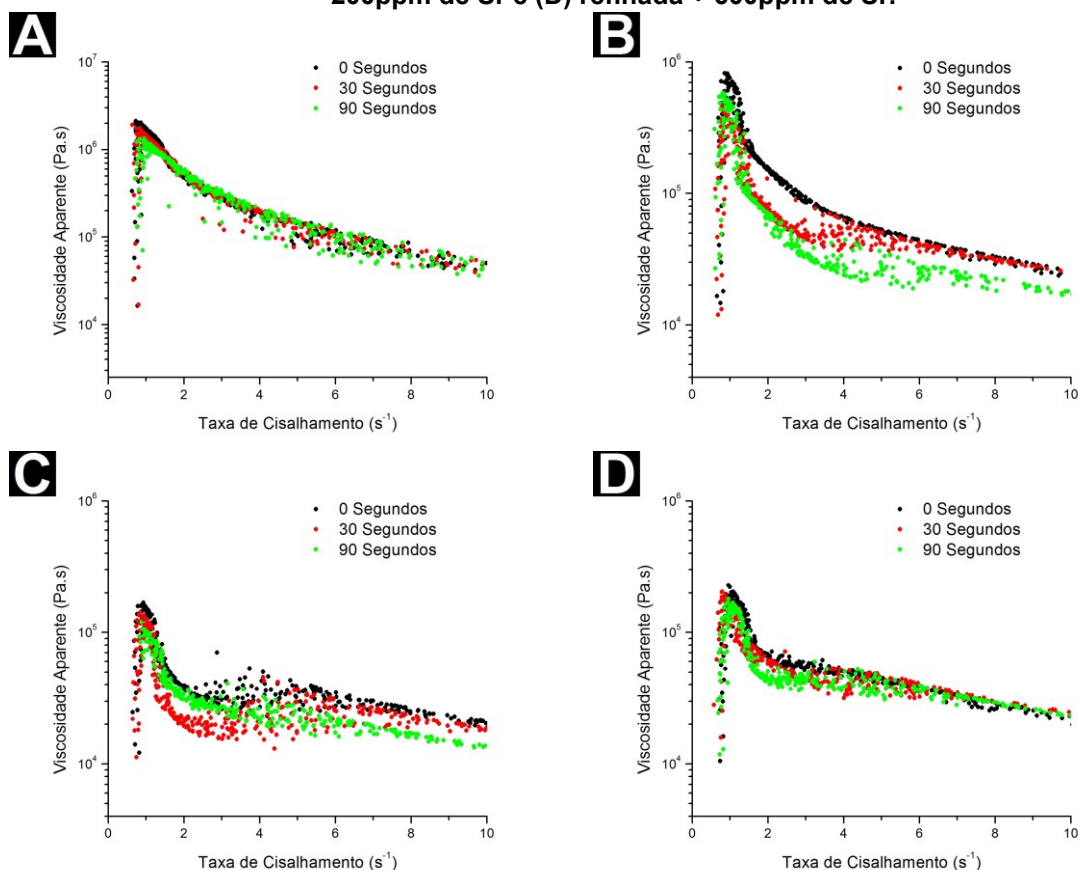
Também é possível perceber que a adição de Sr resultou em um decréscimo da tensão de escoamento, quando comparada a condição refinada e sem modificação. Embora o impacto da modificação seja menos significativo do que o refinamento de grão, é possível afirmar que o Sr melhorou o comportamento à compressão da liga A380 no estado semissólido.

4.4.2 Viscosidade Aparente x Taxa de Cisalhamento

A partir dos resultados referentes à força versus deslocamento, obtidos no teste de compressão a quente, foi possível calcular por meio das equações 10 e 11

a viscosidade aparente e a taxa de cisalhamento obtidas durante o ensaio. No Gráfico 18 são apresentados a relação entre taxa de cisalhamento e a viscosidade aparente para as condições: 18(A) como fundida, 18(B) refinada, 18(C) refinada + 200 ppm de Sr e 18(D) refinada + 600 ppm de Sr.

Gráfico 18 – Viscosidade aparente em relação a taxa de cisalhamento com tempos de retenção de 0, 30 e 90 segundos para as condições (A) como fundida, (B) refinada, (C) refinada + 200ppm de Sr e (D) refinada + 600ppm de Sr.



Fonte: Autoria Própria

Nos gráficos 18 (A, B, C e D) é possível notar o comportamento característico da viscosidade aparente em relação à taxa de cisalhamento para materiais semissólidos. Onde, inicialmente, é observado um pico no valor de viscosidade aparente para baixas taxas de cisalhamento. Esse pico de viscosidade é denominado de viscosidade máxima. Isso ocorre devido à alta interação existente entre as partículas sólidas para baixas taxas de cisalhamento.

Porém, conforme ocorre o aumento na taxa de cisalhamento a fase sólida passa a escoar de forma mais plena sobre a fase líquida, isso resulta em um decréscimo significativo nos valores de viscosidade aparente.

Essas duas primeiras etapas (um pico de viscosidade elevado seguido de um decréscimo acentuado na viscosidade) observadas nos gráficos, são um fenômeno importante que ocorre no comportamento de materiais semissólidos, dada a necessidade de movimentação dos blanks para tixoconformação. Pois esta ocorrência garante uma certa estabilidade no material durante a sua movimentação, porém quando processado este apresenta baixa resistência à deformação

Para taxas de cisalhamento em torno de 3 s^{-1} é observada uma certa tendência de estabilização nos valores de viscosidade aparente. Essa tendência no valor de viscosidade é observada para altas taxas de cisalhamento, e é denominada de viscosidade média. Este é um importante parâmetro na análise de materiais semissólidos, pois trata-se de um valor de viscosidade constante que o material atinge durante a sua deformação.

De maneira geral, pode-se observar dentre os Gráficos 18 (A, B, C e D) que a condição com refinamento de grão e com adição de 600ppm de Sr foi a que apresentou um comportamento mais homogêneo na distribuição dos pontos do gráfico. Esse aspecto pode indicar uma maior estabilidade de tal liga quando submetida a compressão, fato esse fundamental para garantir o controle do processo de tixoconformação

Os valores de viscosidade máxima e média, obtidos pelos Gráficos 18 (A, B, C e D), podem ser observados na Tabela 9.

Tabela 9: Valores de viscosidade aparente máxima e média.

Amostra	Viscosidade Máxima	Viscosidade Média
	(10 ⁵ Pa.s)	(10 ⁴ Pa.s)
Como Fundida, 0 seg	21,16	27,90
Como Fundida, 30 seg	19,06	29,80
Como Fundida, 90 seg	13,29	30,70
Refinada, 0 seg	8,18	8,96
Refinada, 30 seg	4,57	4,51
Refinada, 90 seg	5,80	3,46
Refinada + 200 ppm, 0 seg	2,29	5,47
Refinada + 200 ppm, 30 seg	2,05	4,31
Refinada + 200 ppm, 90 seg	1,80	4,58
Refinada + 600 ppm, 0 seg	1,68	2,61
Refinada+ 600 ppm, 30 seg	1,43	1,66
Refinada+ 600 ppm, 90 seg	1,20	2,63

Fonte: Autoria Própria

A partir dos valores de viscosidade máxima, apresentados na Tabela 10, é possível constatar que a condição como fundida apresentou valores entre $21,16 \times 10^5$ e $13,29 \times 10^5$ Pa.s, tais valores são significativamente maiores do que os valores de viscosidade apresentados por Solek e Szczepanik (2015), sendo esse resultado bastante plausível dado o aspecto totalmente dendrítico apresentado pela condição como fundida e também pela alta fração sólida utilizada nas análises.

Nota-se ainda a partir dos mesmos resultados que o aumento no tempo de retenção de 0 para 90 segundos foi responsável por um decréscimo superior a 30% nos valores de viscosidade máxima. O mesmo não ocorre quando observados os valores de viscosidade média, onde não houve uma variação significativa com o aumento do tempo de retenção.

Já com relação ao refinamento de grão da fase Al- α , pode-se afirmar que este promoveu decréscimo tanto nos valores de viscosidade aparente máxima, quanto média, assim como pode ser constatado pelos dados da Tabela 10. Esse fato é justificado, pois assim como descrito anteriormente, a adição de elementos refinadores promoveu não somente a redução no tamanho de grão, mas também a formação de grãos mais equiaxiais. Proporcionando com isso um menor ancoramento entre as estruturas sólidas quando comparado com a condição dendrítica, facilitando assim o escoamento do material no estado semissólido.

Outro fato interessante, com relação à condição com refinamento de grão foi que o tratamento térmico de globularização se demonstrou mais eficiente tanto na redução da viscosidade aparente máxima, quando na média.

No que diz respeito ao efeito da modificação por estrôncio, é possível afirmar que este também impacta de forma benéfica a viscosidade da liga A380, principalmente do que diz respeito à viscosidade máxima. Em ambas as ligas modificadas por Sr foi observado um decréscimo acentuado na viscosidade máxima, observado para baixas taxas de cisalhamento.

Por fim, com relação à viscosidade média, observa-se que os melhores resultados foram atingidos pela condição com adição de 600ppm de Sr. Supõem-se que esse fato ocorra devido a ligeira melhora na microestrutura dos materiais após a adição de Sr, onde além de modificar a fase eutética também é possível observar uma melhor distribuição de eutético ao redor dos grãos de Al primário, e por consequência uma melhor distribuição da fase líquida ao redor dos glóbulos do material semissólido, facilitando assim o escoamento.

5 CONCLUSÕES

Baseado nos objetivos estabelecidos e conforme os resultados obtidos e discutidos anteriormente foi possível concluir que:

I. No que diz respeito as análises morfológicas ocasionadas pelo refinamento de grão e modificação por Sr:

- Pode-se concluir que a microestrutura da liga A380 no estado como fundida apresenta uma estrutura dendrítica de Al- α , envolta por uma série de estruturas facetadas compostas majoritariamente pela fase eutética Al-Si, e placas do intermetálico Fe- β .

- A adição da liga refinadora Al-5Ti-1B propiciou o refinamento da fase Al- α , convertendo a estrutura dendrítica inicial para uma condição de grãos refinados e equiaxiais.

- A adição de 200ppm e 600ppm de Sr modificou a fase eutética Al-Si, alterando a morfologia das placas de Si para uma complexa estrutura tridimensional menos facetada. Porém, não houve uma alteração microestrutural significativa entre os dois teores de Sr propostos.

- Houve uma alteração no mecanismo de nucleação da fase eutética após a modificação por Sr, onde a fase deixou de nuclear de maneira adjacente às dendritas de Al- α e passou a nuclear nas placas do intermetálico Fe- β , comprovando com isso a interação entre o Sr e as partículas de AIP.

II. No que diz respeito a verificação de como a fração sólida evolui de acordo com o aumento da temperatura para as 4 condições de liga:

- Dados do ensaio de DSC, apontaram que não houve uma variação significativa nas temperaturas de transformação de fase quando analisadas as condições como fundida e com refinamento de grão. Mas a adição de Sr promoveu uma ligeira queda na temperatura de formação da fase eutética.

- Os valores de temperaturas de fração sólida obtidos por DSC e pela equação de Scheil divergiram. Sendo os valores de temperaturas obtidos por DSC ligeiramente superiores para uma mesma fração sólida.

- Testes práticos apontaram que os valores obtidos pela equação de Scheil foram mais condizentes.

- Dentre as 4 condições propostas para a liga, não houve uma variação significativa nos valores temperatura referente a 60% de Fs.

III. No que diz respeito a análise da evolução microestrutural após o tratamento térmico de globularização:

- A análise metalográfica após globularização demonstrou que a técnica de metalografia ótica com luz polarizada é uma importante ferramenta na análise de materiais semissólidos. Por meio dela foi possível realizar uma caracterização mais precisa da condição microestrutural das amostras, do que quando somente utilizada metalografia convencional.

- A partir da análise microestrutural via metalografia ótica com luz polarizada foi possível constatar que a adição da liga refinadora Al-5Ti-1B contribuiu em uma redução de 3,7 vezes no tamanho de grão.

- Aparentemente os diferentes teores de Sr não afetaram o tamanho de grão da fase primária, tendo uma variação inferior a 3% nos valores quando comparado com a condição refinada.

- Houve um aumento tanto no tamanho de célula dendrítica quanto no tamanho de grão com o aumento do tempo de globularização para todas as composições analisadas, sendo esse crescimento mais significativo para a condição com 200ppm de Sr.

- A adição da liga refinadora foi responsável por uma significativa melhora nos parâmetros de análise microestrutural de fator de forma e índice RQI.

- Os dados de fator de forma e índice RQI indicaram que as adições de Sr também foram responsáveis por uma ligeira melhora na microestrutura da liga A380 no estado semissólido.

- O aumento no tempo de retenção durante o tratamento térmico de globularização foi responsável por um pequeno melhoramento nos parâmetros de análise microestrutural de fator de forma e índice RQI, sendo esse aumento mais

significativo para as condições com estruturas mais equiaxiais e previamente mais globulares.

IV. No que diz respeito a análise do comportamento reológico por meio do ensaio de compressão a quente:

- O teste de compressão a quente demonstrou que a adição de elementos refinadores tem um importante papel no comportamento de tensão-deformação para a liga A380 no estado semissólido, onde foi observado um significativo decréscimo nos valores de tensão durante os ensaios.

- A modificação por Sr também ocasionou um decréscimo nos valores de tensão durante o ensaio de compressão, porém bem menos significativos quando comparado somente com o efeito do refinador de grão.

- Tanto o refinamento da fase Al- α quanto a modificação da fase eutética foram responsáveis por um decréscimo nos valores de viscosidade aparente máxima e média.

Por fim, com base nos objetivos específicos alcançados, sugere-se que a melhor condição para o processamento da liga A380 seria a com refinamento de grão + 600ppm de Sr para o tempo de retenção de 30s.

REFERÊNCIAS

ABAL - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Tratamento térmico**. São Paulo: ABAL, 2003. 146 p.

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

APELIAN, D. Aluminum Cast Alloys: Enabling Tools for Improved Performance. **North American Die Casting Association, Wheeling, Illinois – NADCA**, 2009, p. 1-17.

ASM HANDBOOK. **Aluminum-Silicon Casting Alloys: Atlas of Microfractographs**, ASM International, 2004.

ASM Handbook. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. ASM Handbook Committee, International, V. 2, p. 3469, 1992.

ATKINSON, H.V. Modeling the Semi-solid Processing of Metallic Alloys. **Progress in Materials Science**, v.50, p.341-412, 2005.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução**. 7. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2008. xx, 705 p.

CHAI, G. et al., Studies of dendrite coherency in solidifying aluminum alloy melts by rheological measurements. In: INTERNATIONAL CONFERENCE OF SEMISOLID MATERIAL PROCESSING, 2., 1992, local. Proceedings... local de publicação: editora, p. 193–201, 1992.

CHO, Y.H.; LEE, H.C.; OH, K.H.; DAHLE, A.K. Effect of Strontium and Phosphorus on Eutectic Al-Si Nucleation and Formation of β -Al₅FeSi in Hypoeutectic Al-Si Foundry Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions**, v.39, p. 2435-2448, 2008.

DAHLE, A.K.; NOGITA, K.; ZINDEL, J.W.; McDONALD, S.D.; HOGAN L.M.; Eutectic Nucleation and Growth in Hypoeutectic Al-Si Alloys at Different Strontium Levels. **Metallurgical And Materials Transactions**, p.949-960, 2001.

DAS, P.; KUMAR, M.; SAMANTA, S. K; DUTTA, P.; GHOSH, D.; Semisolid Processing of A380 Al Alloy Using Cooling Slope. **Materials and Manufacturing Processes**, V.29, P.422–428, 2014

DAS, P.; SAMANTA, S. K; BERA, S.; DUTTA, P.; Microstructure Evolution and Rheological Behavior of Cooling Slope Processed Al-Si-Cu-Fe Alloy Slurry **Metallurgical And Materials Transactions A**, v.47a, p.2243-2256, 2016.

FAN, Z.; WANG, Y.; ZHANG, Y.; QIN, T.; ZHOU, X. R.; THOMPSON, G. E. PENNYCOOK, T.; HASHIMOTO, T. Grain refining mechanism in the Al/Al–Ti–B system. **Acta Materialia**, p. 292-304, 2015.

FARAHANY, S.; IDRIS, M. H.; OURDJINI, A. Effect of bismuth and strontium interaction on the microstructure development, mechanical properties and fractography of a secondary Al–Si–Cu–Fe–Zn alloy. **Materials Science & Engineering**. p. 28-38, 2015.

FLEMINGS, M.C., JOHNSON W.L. High Viscosity Liquid and Semi-Solid Metal Casting: Processes and Products. Plenary Lecture, World Foundry Conference. Kyongju, Korea, October 20-24, 2002.

FOX, Robert W.; MCDONALD, Alan T.; PRITCHARD, Philip J. **Introdução à mecânica dos fluidos**. 7. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2010. 710 p.

FURLAN, T. S.; **Influência do Teor de Estrôncio na Modificação da Liga A356**. 2008. 178p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. Campinas, SP: Editora da UNICAMP, 2001. 399p.

GENDA, G., YUYON C., GEING, A. Mechanism of Coarsening of Dendritic During Solidification. **Proceedings of Solidification Processing Conference**, Sheffield, Inglaterra, p. 416-419, 1987.

HAMILTON D. R.; SEIDENSTICKER, R. G. Propagation Mechanism of Germanium Dendrites. **Journal of Applied Physics**, v.31, p.1165-1168, 1960.

HATCH, J. E. Aluminium Properties and Physical Metallurgy. **ASM International**, 1984, p. 200-241.

HIRT, G.; KOPP, R.; **Thixoforming: Semi-solid Metal Processing**. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH, 2009.

IRIZALP, S. G.; SAKLAKOGLU, N.; Effect of Fe-rich Intermetallics on the Microstructure and Mechanical Properties of Thixoformed A380 Aluminum alloy. **Engineering Science and Technology**, v.17, p.58-52, 2014.

KAHLWEIT, M. On the ageing of dendrites. **Scripta Metallurgica**, v.2, p.251-254, 1968.

KARAMOUZ, M.; AZARBARMAS, M.; EMAMY, M.; Alipour, M.; Microstructure, Hardness and Tensile Properties of A380 Aluminum Alloy With and Without Li Additions. **Materials Science and Engineering A**, v.582, p.409-414, 2013.

KATTAMIS, T.Z.; COUGHIN, J.L.; FLEMINGS, M.C. Influence of coarsening of dendritic arm spacing of Al-Cu alloys. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v.239, p.1504-1511, 1967.

KAUFMAN, G. J. **Introduction to Aluminum Alloys and Tempers**. United States of America ASM International 2000 p. 242

KIM, J. H.; KWON I. S.; KIM, K. M.; LEE, C. H.; YOON, E. P.; Effect Of Phosphorous On Modification Of Eutectic Silicon In Al-7Si-0,3Mg Alloy. **Materials Science and Technology**, v.16, p.243-248, 2000.

KIRKWOOD, M.C; YOUNG, K.P. Nature and Properties of Semi-Solid Materials. Ed. J.A. Sekhar e J.A. Dantzig, TMS, p.245-266, 1992.

KOBAYASHI, K. F.; HOGAN, L. M. The Crystal Growth of Silicon in Al-Si Alloys. **Journal of Materials Science**, v.20, p.1961-1975, 1985.

KORI, S. A.; MURTY, B. S.; CHAKRABORTY, M. Development of a grain refiner for Al-7Si alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 280, p. 58-61, 2000.

KORI, S. A.; MURTY, B. S.; CHAKRABORTY, M. Development of efficient grain refiner for Al-Si alloy and its modification with strontium. **Materials Science and Engineering A**, v. 283, p. 94-104, 2000.

KORI, S.A.; MURTY, B.S.; CHAKRABORTY, M. Influence of silicon and magnesium on grain refinement in aluminium alloys. **Materials Science and Technology**, v.15, p. 986-992, 1999.

LASHAKARI, O.; GHOMASHCHI, R. The implication of rheology in semi-solid metal processes: An overview. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 182, p.229-240, 2007.

LAXMANAN, V.; FLEMINGS, M.C. *Deformation of Semi-solid Sn-15pct Pb Alloy*. **Metallurgical Transactions**, v.11A, p.1927-1937, 1980.

LIU, T. Y., ATKINSON, H. V., KAPRANOS, P., KIRKWOOD, D. H., HOGG, S. C. Rapid Compression of Aluminum Alloys and its Relationship to Thixoformability. **Metallurgical and Material Transactions A**, v. 34, p. 1545-1554, 2003.

LOUÉ, W.R; SUÉRY, M. Microstructural evolution during partial remelting of Al-Si7Mg alloys. **Materials Science and Engineering**, v.203, p.1-13, 1995.

LUDWIG, T. H.; SCHAFFER, P. L.; ARNBERG, L. Influence of Phosphorus on the Nucleation of Eutectic Silicon in Al-Si Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions**, v.44 p.5796-5805, 2013.

LUMLEY, R. **Fundamentals of aluminium metallurgy**: Production, processing and applications. Cambridge, UK. Woodhead Publishing, 2011, 843 p.

MCDONALD, S. D.; NOGITA, K.; DAHLE, A. K. Eutectic nucleation in Al–Si alloys. **Acta Materialia**, v.52, p. 4273-4280, 2004.

MOHAMMED, M. N.; OMAR, M. Z.; SALLEH, M. S.; ALHAWARI, K. S.; KAPRANOS, P. Semisolid Metal Processing Techniques for Nondendritic Feedstock Production. **The Scientific World Journal**, p. 1-16, 2013.

MURTY, B.S.; KORI, S.A.; VENKATESWARLU, K.; BHAT, R.R.; M. CHAKRABORTY, M. Manufacture of Al–Ti–B master alloys by the reaction of complex halide salts with molten aluminium. **Journal of Materials Processing Technology**, p. 152-158, 1999.

NAFISI, S.; GHOMASHCHI, R.; Effects of modification during conventional and semi-solid metal processing of A356 Al-Si alloy. **Materials Science and Engineering A**, v.415, p. 273-285, 2006.

NOGITA, K.; MCDONALD, S. D.; DAHLE, A. K. Eutectic Modification of Al-Si Alloys with Rare Earth Metals. **Materials Transactions**, v.45, p.323-326, 2004.

NOGITA, K.; MCDONALD, S. D.; TSUJIMOTO, K.; YASUDA, K.; DAHLE, A. K. Aluminium Phosphide as a Eutectic Grain Nucleus in Hypoeutectic Al-Si Alloys. **Journal of Electron Microscopy**, v.53, p.361-369, 2004.

PRONI, C. T. W. **Efeito da taxa de aquecimento no desmantelamento e na globularização da microestrutura para propiciar a tixoconformação**. 2014. 176p. Tese (doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

QIU, D.; TAYLOR, J. A.; ZHANG, M. X.; KELLY, P. M. A mechanism for the poisoning effect of silicon on the grain refinement of Al–Si alloys. **Acta Materialia**, v.55, p. 1447-1456, 2006.

RATKE, L.; VOORHEES, P. W. **Growth and Coarsening**: Ostwald Ripening in Materials Processing. 1. Ed. Berlim, Springer-Verlag, 2002. 295 p.

ROBERT, M.H. Partial Melting as an Efficient Method to produce Rheocast Alloy Slurries. Transactions of the Japan Foundrymen's Society, v. 123, p. 45-51, 1993.

RUIZ, C. S.; **Avaliação da Tixoconformabilidade de Ligas Al–Si–Cu Produzidas via Refino de Grão**. 2014. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

SANTOS, R. G. **Transformações de Fases em Materiais Metálicos**. 1.ed. Campinas, Editora Unicamp, 2006. 429 p.

SENAI. Departamento Regional de Minas Gerais. **Metalurgia das ligas de alumínio**. 2. ed. Belo Horizonte: SENAI/MG, 1987. 2 v. (Publicação técnica; Fundação; 9)

SOLEK, K.; SZCZEPANIK, S.; Rheological Analysis Of Semi-Solid A380.0 Aluminium Alloy. **Archiver of Metallurgy and Materials**, v.60, p.2613-2617, 2015.

SPENCER, D.B.; MEHRABIAN, R.; FLEMINGS, M.C. Rheological Behavior of Sn–15t%Pb in the Crystallization Range. **Metallurgical Transactions**, v.3, p.1925-1932, 1972.

TILLOVÁ, E.; CHALUPOVÁ, M.; HURTALOVÁ, L. Evolution of Phases in a Recycled Al-Si Cast Alloy During Solution Treatment. **Scanning Electron Microscopy**, 2012, p 411-438.

TIMPEL, M.; WANDERKA, N.; SCHLESIGER, R.; YAMAMOTO, T.; LAZAREV, N.; ISHEIM, D.; SCHMITZ, G.; MATSUMURA S.; BANHART, J. The Role of Strontium in Modifying Aluminium-Silicon Alloys. **Acta Materialia**, v.60,p.3920-3928, 2012.

TORRES, L. V. **Tixoconformação de Novas Ligas Al-Si-Cu**. 2013. 201p. Tese (doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

VOGEL, A. DOHERTY, R. D.; CAMTOR, B. Stir casting microstructure and slow crack growth. **Solidification of Metals -The Metals Society**, p. 518-525, 1979.

WANG, J.; PHILLION, A. B.; LU, G. Development of a visco-plastic constitutive modeling for thixoforming of AA6061 in semi-solid state. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 609 p.290-295, 2014.

WANG, M.; XU, W.; HAN, Q.; The Influence of Sr Addition on the Microstructure of A380 Alloy. **International Journal of Metalcasting**, v.11, p.321-327, 2017.

ZOQUI, E. J.; PAES, M.; ROBERT, M. H. Effect of macrostructure and microstructure on viscosity of the A356 alloy in the semi-solid state. **Journal of Materials ProcessingTechnology**, v. 153-154, p. 300-306, 2004.

ZOQUI, E.J.; **Obtenção e Caracterização de Ligas Al-Si Refundidas**. Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001, 192p. Tese (Livre Docência).