



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**INFLUÊNCIA DO TiBAI NA MORFOLOGIA E TAMANHO DE FASES
AlFeSi NA LIGA DE ALUMÍNIO AA8011**

AUTOR: JONAS SILVA FILHO

**ORIENTADOR: PROF. Dr. RICARDO ARTUR SANGUINETTI
FERREIRA**

RECIFE

2009

JONAS SILVA FILHO

**INFLUÊNCIA DO TiBAI NA MORFOLOGIA E TAMANHO DE FASES
AlFeSi NA LIGA DE ALUMÍNIO AA8011**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, para a obtenção do título de mestre.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira

Recife

2009

S586i

Silva Filho, Jonas

Influência do TiBA1 na morfologia e tamanho de fases AlFeSi na liga de alumínio AA8011 / Jonas Silva Filho. - Recife: O Autor, 2009. xv, 66 f.; 51 il., gráfs.; 10 tabs.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2009.

Inclui referências bibliográficas.

1. Engenharia Mecânica. 2. Refino Microestrutural. 3. Adição do TiBA1. 4. Tamanho de fases AlFeSi. I. Título.

UFPE

621 CDD (22.ed.)

BCTG/2010-037

“INFLUÊNCIA DO TIBAI NA MORFOLOGIA E TAMANHO DE FASES ALFESI EM
LIGA DE ALUMÍNIO AA 8011”.

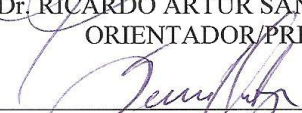
JONAS SILVA FILHO

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: MATERIAIS E FABRICAÇÃO
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA/CTG/EEP/UFPE

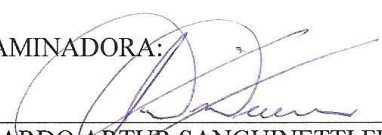


Prof. Dr. RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA
ORIENTADOR/PRESIDENTE



Prof. Dr. SEVERINO LEOPOLDINO URTIGA FILHO
COORDENADOR DO CURSO

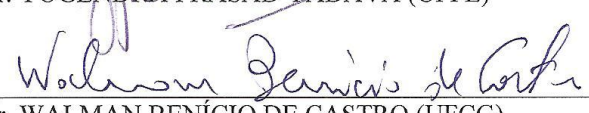
BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA (UFPE)



Prof. Dr. YOGENDRA PRASAD YADAVA (UFPE)



Prof. Dr. WALMAN BENÍCIO DE CASTRO (UFCG)

“[...] os seres humanos sempre apresentarão diferenças individuais e uma assombrosa diversidade de opiniões e pontos de vista. Portanto, se uma comunidade pretender viver e trabalhar de modo razoavelmente ordeiro deve haver, senão uma unanimidade, ao menos um consenso fundamental”.

(Irving M. Bunim)

AGRADECIMENTOS

Ao nosso Deus, pela saúde e graças concebidas ao longo da minha existência.

Aos meus pais Jonas S. Silva e Elizabete Aragão, in memoriam, que nutriram valor pela educação e conhecimento, sempre mostrando os caminhos da retidão e a importância da persistência.

À minha esposa Luisa Eugenia e aos meus filhos Diógenes, Ciro e Diogo, que estiveram sempre dedicando todo apoio e carinho.

À Alcoa Alumínio S.A, pelos incentivos à qualificação dos seus funcionários, de modo que possam desempenhar os seus papéis na busca de resultados e crescimento sustentável.

Aos colegas da Alcoa Alumínio S.A, Getúlio Sena pelos ensaios de microscopia eletrônica de varredura, Tereza Cristina e Camila Rizzi pela coordenação dos ensaios laboratoriais, Natanael Cunha do Carmo pelo apoio durante os experimentos, Hermes Lima pelas contribuições durante os ensaios físicos, Dr. Eider Simielli pelos incentivos para que continuasse os meus estudos, Vicente A. S. Lima, Superintendente da Fundação de Laminados Alcoa, pela disponibilização de tempo produtivo e credibilidade nos resultados que poderiam ser alcançados.

A todos os meus professores e mestres e em especial atenção aos Professores Paulo Marcelo Almeida, Tiago Leite Rolim, Pedro Guzo e ao meu orientador Prof. Dr. Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira pelos continuados incentivos, sempre acreditando e apoiando as minhas decisões na condução deste trabalho.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a elaboração deste trabalho.

RESUMO

O processo de fundição de produtos planos com espessuras de alguns milímetros, diretamente da solidificação, é internacionalmente denominado TRC (Twin-Roll Casting). É um método contínuo de manufatura de chapas solidificadas entre rolos horizontais sob carga de modelação. Apesar da alta taxa de solidificação, típica do TRC, as segregações são muito pronunciadas na superfície e no centro da chapa onde podem ocorrer desde leves até severas segregações, conhecidas por cls (*centerline segregation*). O objetivo deste trabalho é verificar a influência do refinador de grão no comportamento das fases AlFeSi segregadas no plano central da chapa, quanto a morfologia e tamanho. A liga de alumínio AA 8011 produzida por “*Twin-Roll Casting*” foi estudada a partir de diferentes taxas de adição de AlTi5%B1%. Nas tentativas de reduzir a segregação de cls através da força de separação, surgiram importantes restrições associadas às limitações de equipamentos. Paralelamente observou-se que a adição suplementar de Titânio através do refinador de grão AlTi5%B1% influenciava a obtenção de chapas com baixa intensidade de segregação (β -Al₅FeSi) no plano central, com supressão de fases grosseiras α_h (Al₈Fe₂Si). Para verificar esse fenômeno, oito experimentos foram feitos com a liga AA8011 (Si 0,5% e Fe 0,7%), aumentando a taxa de adição do refinador AlTi5%B1% de 0,8 até 4,9 kg/ton, durante a fundição das chapas com espessura de 6 mm e largura de 1750 mm. Manteve-se constantes os parâmetros de fundição, com o objetivo torná-los mutuamente excludentes durante a solidificação. Uma região para coleta das amostras foi previamente demarcada na superfície do cilindro, com o objetivo de unificar a condição de solidificação para todos os testes. As amostras coletadas das lâminas no estado bruto de fusão foram submetidas a testes de dureza, condutividade elétrica, tratamento térmico de recozimento em alta temperatura, exames metalográficos convencionais e microscopia eletrônica de varredura com EDS. Os exames metalográficos revelaram que o teor de TiB 5:1 (Al Ti5% B1%) influencia fortemente na morfologia e no tamanho de fases AlFeSi da liga AA8011, para dada condição de solidificação.

Palavras Chaves: Refino microestrutural. Adição do TiBAl. Tamanho de fases AlFeSi.

ABSTRACT

The influence of different additions of TiB 5:1 grain refiner on the morphology and dimensions of AlFeSi constituents were investigated for an aluminum alloy AA8011 produced by means of a *Twin Roll Casting Process*: a continuous process where molten aluminum is allowed to solidify under pressure by two steel rolls, internally cooled by water. Despite the high solidification rate associated with the TRC process, high levels of segregation can be produced especially at the center plane of the strip (commonly known as *Centerline Segregation or CLS*). Initial experiments have showed that the addition of TiB grain refiner was able to reduce the amount of β -Al₅FeSi phase in the CLS, and avoided the formation of the more damaging α_h -Al₈Fe₂Si phase. To further investigate these observations, a series of eight experiments were carried out on alloy AA8011 (essentially 0.5%Si and 0.7%Fe) with additions of grain refiner TiB 5:1 ranging from 0.8kg/ton up to 4.9kg/ton were used. The cast strip had a thickness of 6mm and 1750mm width. All casting parameters were held constant during the experiments and a specific region of the as-cast strip was used for all analysis. Finally, samples were investigated by means of hardness, electrical conductivity, metallographic and SEM analysis in the as-cast state and after annealing in high temperature. Results have shown that, for a certain solidification rate, the addition of TiB grain refiner on alloy AA8011 has a pronounced effect on the morphology and size of AlFeSi constituents that are formed at the centerline segregation region.

Keywords: Twin Roll Casting. AA8011. AlFeSi constituents. Grain Refiners.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Esquema básico (TRC) em corte axial destacando a entrada do metal líquido, a camisa dos cilindros e os canais de refrigeração.	18
Figura 2.2	Macrografia da secção longitudinal de uma chapa mostrando segregação no plano central. Em a , segregação considerada leve. Em b , segregação considerada severa.	19
Figura 2.3	Em a , microestrutura superficial TRC; em b , microestrutura no plano central, mostrando eutético lamelar mais $\alpha(\text{Al})$ - α_h e intermetálico branco grosseiro na zona de segregação	19
Figura 2.4	Tamanho de célula dendrítica em função da taxa de resfriamento (GRANGER, 1998)	21
Figura. 2.5	Característica da segregação cls na secção transversal.	22
Figura 2.6	Esquema do processo “Twin-Roll Casting” (TRC)	23
Figura 2.7	Em a, traços da segregação; em b, dispersão de partículas α_h na zona de segregação após 08 horas a 600°C (fig.2.6 b).	24
Figura 2.8	Esquema do TRC mostrando a força de separação ou empuxo.	25
Figura 2.9	Micrografias mostrando padrões típicos de segregação na liga AA8111. a) segregação no centro (4 mm), b) segregação dispersa (3 mm), c) segregação superficial (2 mm).	26
Figura 2.10	Efeito da adição do Titânio no tamanho de grão	27
Figura 2.11	Curva de refino para duas ligas.	28
Figura 2.12	Micrografias eletrônicas (MEV) numa sequência crescente de adição do titânio refinador de grão AlTi5%B1%.	29
Figura 2.13	Bandas de cisalhamento no material laminado a frio 90% liga 5182 (ALCOA CENTER, 1996).	30
Figura 2.14	Representação esquemática do mecanismo de Orowan. (PADILHA, 2000).	31

Figura 2.15	Energia armazenada no encruamento e a fração da energia total de deformação em função da deformação para o Cobre puro.	32
Figura 2.16	Cinética de recristalização em função do espaçamento entre partículas numa liga Al + CuAl ₂ .	33
Figura 3.1	Espectrômetro ARL 3460 AES	36
Figura 3.2	Corpos de prova modelo ASTM 307	36
Figura 3.3	Esquema de um Espectrômetro Ótico	36
Figura 3.4	Esquema básico (TRC) destacando o ponto de controle da temperatura do metal.	37
Figura 3.8	Em a., esquema indicando a zona de medição da temperatura a um quadrante do “ponto de solidificação”. Em b. fotografia mostrando o momento de uma medição.	39
Figura 3.9	Em a., um cilindro descamisado (ou alma) mostrando os canais de refrigeração; em b. Cilindro encamisado, fora de operação, com os pontos de referência (●) e linhas tracejadas de demarcação da zona de coleta das amostras.	40
Figura 3.10	Curva de recozimento	42
Figura 3.11	Setas indicando o modo de varredura da secção transversal da amostra	43
Figura 4.1	Dureza Brinell versus sequência de experimentos e Ti%.	44
Figura 4.2	Condutividade IACS versus sequência de experimentos e Ti%.	45
Figura. 4.2.1	Sistema Al-Ti, detalhe do diagrama de equilíbrio mostrando a reação peritética.	45
Figura 4.3.1	Teste 1. Ti 0,018% (sem adição suplementar do refinador de grão).	46
Figura 4.3.2	Teste 2. Ti 0,022% (taxa de adição 0,8 kg/ton.)	46
Figura 4.3.3	Teste 3. Ti 0,025% (taxa de adição 1,4 kg/ton.)	46
Figura 4.3.4	Teste 4. Ti 0,032% (taxa de adição 2,7 kg/ton.)	47
Figura 4.3.5	Teste 5. Ti 0,034% (taxa de adição 3,1 kg/ton.)	47
Figura 4.3.6	Teste 6. Ti 0,038% (taxa de adição 4,0 kg/ton.)	47
Figura 4.3.7	Teste 7. Ti 0,040% (taxa de adição 4,3 kg/ton.)	47

Figura 4.3.8	Teste 8. Ti 0,043% (taxa de adição 4,9 kg/ton.)	48
Figura 4.3.9	Esquema de uma solução de átomos do elemento B em A.	48
Figura 4.3.10	Relação entre as energias livre de formação ΔG_v , de superfície ΔG_s de um núcleo e o raio, r .	49
Figura 4.11	Comportamento das áreas das segregações em função da taxa de adição de titânio refinador	50
Figura 4.12	Área média segregada proporcional a área do campo de medição; e comprimento médio das partículas + eutético em função da taxa de adição de titânio refinador.	51
Figura 4.13	Tamanho médio de fase $\alpha_h(Al_8 Fe_2Si)$ e tamanho de Grão em função da taxa de adição de titânio refinador.	52
Figura 4.14	Teste 1. Com teor de Ti 0, 018% sem adição suplementar do refinador de grão e fator de restrição $Q = 13,8$.	53
Figura 4.15	Teste 2. Com teor de Ti 0, 022%; taxa de adição do refinador de grão 0,8 kg/ton; fator de restrição $Q = 14,7$.	54
Figura 4.16	Teste 3. Ti 0, 025%; taxa de adição 1,4 kg/ton.; fator de restrição $Q = 14,7$.	55
Figura 4.17	Teste 4. Teor de Ti 0, 032%; taxa de adição 2,7 kg/ton.; fator de restrição $Q = 16,78$.	56
Figura 4.18	Teste 5. Teor de Ti 0, 034%; taxa de adição 3,1 kg/ton.; fator de restrição $Q = 17,23$.	57
Figura 4.19	Teste 6. Teor de Ti 0, 038%; taxa de adição 4,0 kg/ton.; fator de restrição $Q = 18,12$	58
Figura 4.20	Teste 7. Teor de Ti 0, 040%; taxa de adição 4,3 kg/ton.; fator de restrição $Q = 18,49$	59
Figura 4.21	Teste 8. Ti 0, 043% (taxa de adição 4,9 kg/ton.)	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Estrutura de fases e relação Fe / Si. (BIROL, 1998)	20
Tabela 2.2	Espaçamento celular na liga AA8111. (DAALAN, 1997).	26
Tabela 2.3	Dados necessários para o cálculo do fator Q e do parâmetro de subfusão P de vários elementos do soluto	28
Tabela 3.1	Limite de composição química NBR 6835/ “Aluminum Association”	35
Tabela 3.2	Composição química dos testes	35
Tabela 3.3	Adição do refinador de grão	38
Tabela 3.4	Variáveis interdependentes do processo TRC	38
Tabela. 3.5	Propriedades típicas do material das camisas	40
Tabela. 3.6	Composição química típica do material das camisas (%)	40
Tabela 3.7	Padrão para o Cobre e Alumínio	41

LISTA DE SÍMBOLOS

ΔG	Variação de Energia Livre
AA	Aluminum Association
AA8011	Liga de Alumínio da série grupo 8XXX
Al	Alumínio
Al-Fe-Si	Sistema da liga de Alumínio
ASTM	American Society for Testing Materials
b	Vetor de Burgers
cls	Segregação na linha de centro
DAS	Espaçamento interdendrítico
DC	Processo semicontínuo de fundição vertical
DRX	Difração de Raio-X
E	Energia de ativação
EDS	Espectro de Energia Dispersiva
G	Módulo de cisalhamento
GRF	Fator de Restrição do crescimento de Grão
IACS	International Annealed Copper Standard
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
mz	mushy zone (zona pastosa)
NBR	Norma Brasileira
P	Parâmetro de subfusão constitucional
R	Constante dos gases
r	Raio do núcleo
r_0	Raio crítico do núcleo
SADS	Espaçamento interdendrítico secundário
T	Temperatura absoluta
TiBAI	Liga de Alumínio Titânio Boro
ton	Toneladas
TRC	Abreviatura de “Twin-Roll Caster”
Twin-Roll Caster	Máquina de fundição contínua entre cilindros
V_m	Velocidade média das discordâncias

X_m	Deslocamento médio das discordâncias
$\alpha(\text{Al})$	Matriz de Alumínio
α, β	Fases do equilíbrio
$\alpha_h(\text{Al}_8 \text{Fe}_2 \text{Si})$	Fase hexagonal metaestável segregada
$\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$	Fase eutética monoclinica segregada
γ	Energia de superfície
ε	Deformação
λ	Espaçamento médio entre as partículas.
ρ	Densidade de discordâncias móveis
σ	Tensão de cisalhamento
σ_0	Tensão de cisalhamento inicial

LISTA DE ABREVIATURAS

CLS	Centerline segregation
DAS	Dendrite Arm Spacing
<i>DAS/cs</i>	Cell spacing
EDS	Espectroscopia de Dispersão de Energia
GRF	Fator de Restrição do crescimento de Grão
IACS	International Annealed Copper Standard
Índice P	Parâmetro de subfusão constitucional
MEV	Micrografia Eletrônica de Varredura
SADS	Secondary Arm Dendrite Spacing
TRC	“Twin-Roll Casting “

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2.0	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	3
2.1	A segregação em lâminas de “Twin-Roll Casting” (TRC)	3
2.1.1	<i>Classificação e morfologia da segregação</i>	3
2.2	O efeito dos parâmetros TRC na microestrutura da chapa	10
2.3	O efeito do TiBAI na microestrutura da chapa TRC	12
2.3.1	<i>O fator de restrição do crescimento de Grão</i>	12
2.3.2	<i>E o parâmetro de subfusão designado dado por</i>	12
2.3.3	O endurecimento por dispersão de partículas incoerentes	15
2.4	A formação das fases grosseiras	18
3.0	MATERIAIS E MÉTODOS	20
3.1	Material	20
3.2	Espectrômetro	20
3.3	Titânio refinador de grão	22
3.4	Temperatura do metal	24
3.5	Bico injetor	24
3.6	Velocidade de fundição	24
3.7	Espessura da lâmina	24
3.8	Temperatura dos Cilindros	24
3.9	Substrato de solidificação	24
3.10	Ensaio de Dureza	26
3.11	Condutividade Elétrica	26
3.12	Recozimento	28
3.13	Exames Metalográficos	28
3.13.1	<i>Macrografias</i>	28
3.13.2	<i>Micrografias</i>	28
4.	RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES	29
4.1	Dureza	29
4.2	Condutividade Elétrica	30

4.3	Exames Macrográficos	31
4.4	Exames Micrográficos	35
4.4.1	<i>Análise de fases</i>	35
4.4.2	<i>Caracterização microestrutural (EDS)</i>	37
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	46
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	47
7	REFERÊNCIAS	48

1 INTRODUÇÃO:

O processo de fundição de produtos planos com espessuras de alguns milímetros, diretamente da solidificação, é internacionalmente denominado “Twin-Roll Casting. O qual consiste de um método contínuo de manufatura de tiras solidificadas entre rolos horizontais sob carga de modelação. Apesar da alta taxa de solidificação, típica do “Twin-Roll Casting” (TRC), o material revela macros e micro-segregações, herdadas da solidificação dendrítica com espaçamento dendrítico DAS (Dendrite Arm Spacing) muito fino, (BIROLI, 1998).

As segregações são muito pronunciadas na superfície e no plano central da chapa e podem ocorrer desde leves até severas segregações, conhecidas por “centerline segregation” (cls).

Neste trabalho serão abordados alguns aspectos fundamentais da aplicação da liga AlTi5%B1% em produtos de fundição contínua, especificamente em liga do grupo Al-Fe-Si com teor de Alumínio 97,5%, quanto à respectiva influência na morfologia e tamanho de fases AlFeSi. Na bibliografia, o refinador de grão tem sido explorado como agente da nucleação para o refino de grão. Enquanto o tamanho de fases sempre esteve associado ao espaçamento interdendrítico, que está correlacionado à composição química, à taxa de resfriamento que é uma resultante dos parâmetros de fundição tais como: velocidade, temperatura do metal, espessura da chapa, bem como à força de separação ou carga de modelação. Essas variáveis têm grande influência no comportamento da segregação e grandes variações na microestrutura bruta de solidificação podem ser obtidas quando esses parâmetros variam. O rápido avanço da frente de solidificação TRC apenas eleva o potencial de nucleação. Porém, necessita de elevadas taxas de adição de refinador de grão, (STUART, 1995). Quando das tentativas de reduzir a segregação do plano central através da força de separação, surgiram importantes restrições associadas às limitações de equipamentos. Diante das restrições tecnológicas e da necessidade de produzir lâminas com baixa intensidade de segregação no plano central, observou-se que a adição suplementar do refinador de grão AlTi5%B1% seria uma alternativa, para a obtenção de baixa intensidade de segregação no plano central e evitar a formação de partículas grosseiras de fases AlFeSi. Existem muitas opiniões, sobre a fundição TRC, de que fundir em espessuras mais finas, resulta em alta taxa de solidificação com refinada estrutura metalúrgica e finas partículas eutéticas. Estudiosos têm mostrado que isto não é necessariamente o caso, (DAALAND, 1997). Stuart observou

que a adição do refinador de grão TiB 5:1 resulta na redução de cls. O efeito da adição de TiB nos leva a conclusão de que através do GRF (Fator de Restrição do crescimento de Grão) é factível controlar a adição do refinador de grão na liga. Dado que o Titânio é o elemento que oferece o maior índice P (Parâmetro de subfusão constitucional), entre os catorze elementos químicos estudados, (GRANGER, 1998), (EASTON, 2001). Através da metalografia tradicional e da caracterização de fases com EDS, observou-se no material bruto de fusão, uma redução de 55% na área média (μm^2) das segregações ($\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$), dominantes no plano central, quando o GRF inicial 13,9 / Ti% 0,018 foi aumentado para 17,3/ Ti% 0,034, o equivalente a 24% em relação ao experimento inicial. As fases grosseiras $\alpha_h(\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si})$ com tamanho de até $30\mu\text{m}$, presentes nessa região, foram drasticamente suprimidas quando o GRF atingiu 16,8 (Ti% 0,032) e mantiveram-se abaixo de $5\mu\text{m}$ para o GRF maior que 17,3 (Ti% 0,034). O material depois de recozido em alta temperatura (560°C durante 03 horas) apresentou forte dispersão das segregações ($\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$) no plano central, enquanto as fases $\alpha_h(\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si})$ grosseiras mantiveram-se aparentemente inalteradas, devido à elevada energia de ativação (E). Ao longo deste estudo será mostrado que a taxa de adição do TiB influencia na morfologia e no tamanho de fases AlFeSi da liga AA8011 e, que o GRF é uma ferramenta eficaz para o controle da taxa de adição do titânio refinador na liga, do ponto de vista técnico e econômico.

É importante esclarecer que a pesquisa bibliográfica direcionou os estudos para o teor de Titânio. Entretanto, os resultados obtidos estão diretamente correlacionados à taxa de adição do refinador (kg/ton.) em função da quantidade de TiB_2 adicionado à liga. Cada intermetálico de TiB_2 contido no refinador de grão TiBAL, é um potencial nucleante liberado no alumínio fundido, (SIGWORTH, 1986).

2.0 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 A segregação em lâminas de “Twin-Roll Casting” (TRC)

2.1.1 Classificação e morfologia da segregação

O processo de fundição ou produção de planos com espessuras da ordem de alguns milímetros, diretamente do processo de solidificação, é internacionalmente denominado “Twin-Roll Casting”. Esse processo consiste de um método contínuo de manufatura de tiras solidificadas entre rolos ou cilindros horizontais sob carga de modelação. O metal líquido é introduzido entre um par de cilindros, conforme mostra a Fig.2.1, e sobre a superfície desses rolos, refrigerados internamente com água, solidifica em movimento.

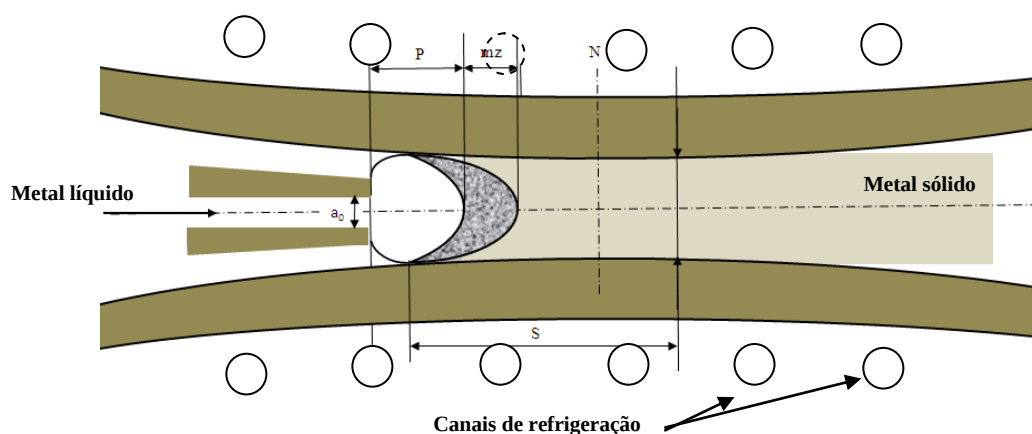


Figura 2.1: Esquema básico (TRC) em corte axial destacando a entrada do metal líquido, a camisa dos cilindros e os canais de refrigeração.

Apesar da alta taxa de solidificação, típica do processo “Twin-Roll Casting” (TRC), o material revela macros e micro-segregações herdadas da solidificação dendrítica em escala muito fina DAS (Dendrite Arm Spacing). As segregações são muito pronunciadas na superfície e no plano central da chapa. No plano central podem ocorrer desde leves até severas segregações, conhecidas por “centerline segregation” (cls) (Fig 2.2), análoga às segregações encontradas em lingotes e placas, (BIROL, 1998).

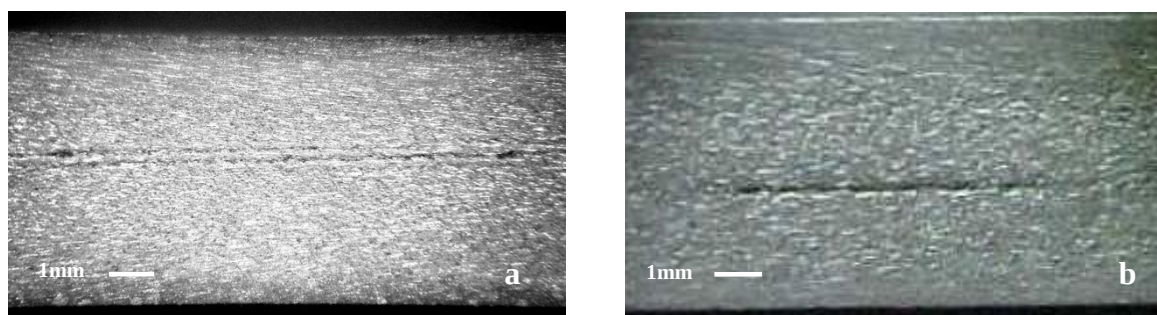


Figura 2.2 Macrografia da secção longitudinal de uma chapa mostrando segregação no plano central. Em **a**, segregação considerada leve. Em **b**, segregação considerada severa.

Para algumas aplicações específicas que utilizam lâminas de Alumínio com espessura micrométrica, tem sido observado que a intensidade da segregação no plano central é uma componente fundamental para a qualidade de alguns produtos.

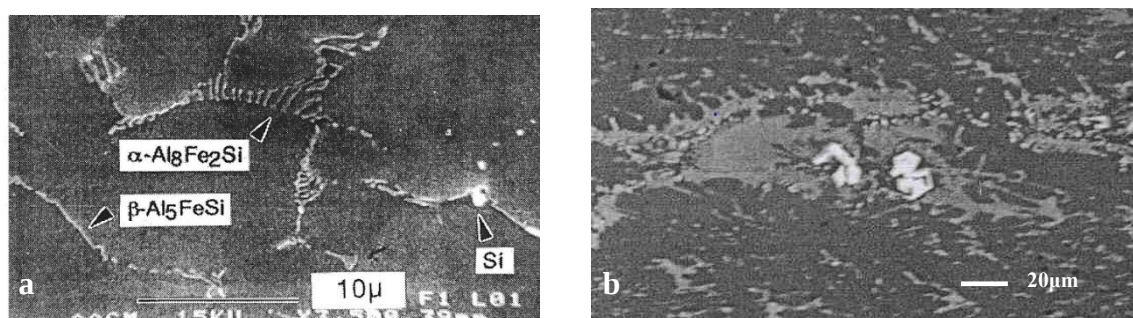


Figura 2.3 Em **a**, microestrutura superficial TRC; em **b**, microestrutura no plano central, mostrando eutético lamelar mais $\alpha(\text{Al})$ - α_h e intermetálico branco grosseiro na zona de segregação.

As microestruturas TRC (fig.2.3 a. e b.) foram caracterizadas por fina rede dendrítica de $\alpha(\text{Al})$ com precipitados primários distribuídos no contorno dendrítico. Os constituintes revelados na superfície da lâmina foram identificados por DRX como β monoclinico ($\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$), o $\alpha_h\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ e Si, dominantes. (BIROL, 1998).

Ocorreram várias reflexões extras, demasiado fracas para serem indexadas com qualquer uma das fases restantes da zona rica em Al do sistema ternário. O trabalho DRX foi comparado com os resultados das análises de EDS. Fases binárias Al-Fe não puderam ser detectadas na superfície ou próximo dela, entretanto elevadas populações de partículas de Si foram observadas. (BIROL, 1998).

A maioria das partículas interdendríticas encontradas são intermetálicos do sistema ternário AlFeSi. No entanto, aqueles cristais com estruturas monoclinicos, cubos de corpo centrado e os hexagonais são muito comuns em ligas comerciais.

Entretanto, desses compostos do sistema ternário, o hexagonal α (α_h -Al₈Fe₂Si) é considerado fase de não-equilíbrio. Essa composição é muito similar a fase cúbica α (α_c -Al₁₂Fe₃Si) que é estabilizada por altas taxas de resfriamento e pela transição de outros elementos além do Ferro. Este, por sua vez, torna a identificação de qualquer fase, baseada unicamente em análise EDS, muito difícil. No entanto, segundo (BIROL, 1998), a relação Fe/Si estimada a partir do intervalo de composição reportado, para que esses intermetálicos ternários não se sobreponham e muito embora estes sejam dispersos, revelou-se muito útil na sua identificação com EDS.

As relações Fe/Si foram sistematicamente identificadas por (BIROL, 1998), através da % atômica, conforme tabela 2.1 abaixo:

Tabela 2.1 Estrutura de fases e relação Fe / Si. (BIROL, 1998)

<i>Fase</i>	<i>Fe / Si</i>
(β -Al ₅ FeSi)	Menor ou igual a 1
(α_c -Al ₁₂ Fe ₃ Si)	Maior ou igual a 2
(α_h -Al ₈ Fe ₂ Si)	$1 < \text{Fe/Si } (\alpha_h) < 2$

Identificações adicionais do intermetálico ternário foram possíveis, com o uso do EDS, baseado nas suas características de relação Fe/Si conforme mostrado na Tab.2.1 Este trabalho foi focado na segregação de constituintes da zona central da chapa.

A fase α -hexagonal devido à baixa fração volumétrica apresentou fraca indexação nas reflexões de DRX do espectro da superfície. Ela aparentemente é formada pela solidificação do eutético dos líquidos remanescentes como inferido a partir de sua morfologia, ao contrário do β monoclinico, que tenha precipitado para fora do líquido como partícula alinhada nos sítios interdendríticos, (BIROL, 1998). Não houve evidência de α cúbicos que tenham sido reportados ser uma das maiores fases da liga AlFeSi no TRC. A cristalização do β monoclinico em vez de α cúbico é atribuída à composição (Si 0,770% e Fe 0,707 %) usada por (BIROL, 1998), que é mais rica em Si.

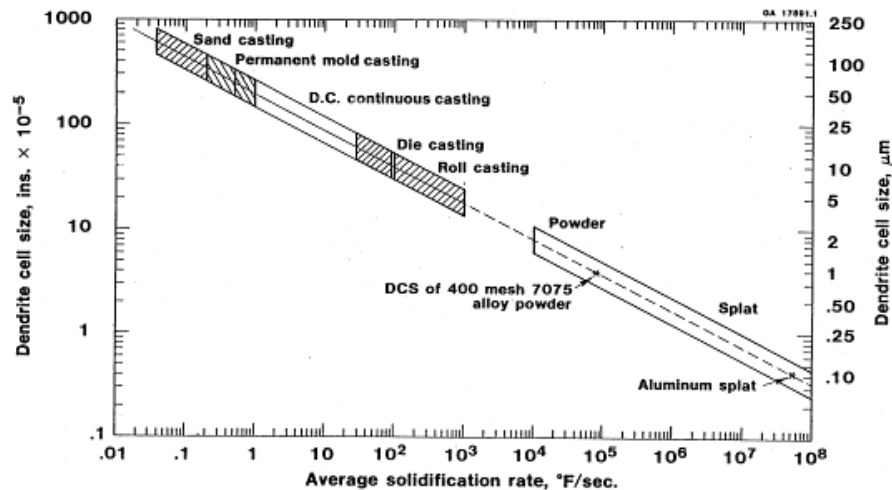


Figura 2.4 - Tamanho de célula dendrítica em função da taxa de resfriamento (GRANGER, 1998).

O Tamanho de célula é uma função da taxa de resfriamento local. Como consequência, o tamanho de célula dendrítica varia rapidamente com o resfriamento na superfície e mais lentamente no centro da peça ou lingote. Dado que a taxa de resfriamento local é um fator crítico para a microestrutura a zona de coleta das amostras foi demarcada, conforme item 3.9 § 2, com o objetivo de preservar a condição de resfriamento. A relação entre o tamanho de célula e a taxa de resfriamento pode ser representada pela expressão:

$$D = k\theta^{-n} \quad \text{Eq.2.1}$$

onde D é o tamanho de célula (μm), k é a constante da liga com valor em torno de 35, θ é a taxa de resfriamento em (K/s) e n o expoente com valor em torno de 0.33. Essa relação foi obtida por (GRANGER, 1998) a partir da qual foi encontrado o diagrama da figura da fig. 2.4.

A estrutura dendrítica, pensada fina devido à elevada taxa de solidificação, típica do processo TRC, não se apresenta perfeitamente uniforme ao longo da espessura da chapa. O espaçamento interdendrítico secundário (SADS) cresce proporcionalmente a partir da superfície, atingindo o máximo no centro da peça ou lingote. Enquanto (SADS) medido na superfície ou bem próximo era $6 \mu\text{m}$, no centro era duas vezes maior. Segundo mencionado, a taxa de resfriamento de 10^2 a $10^3 \text{ }^\circ\text{F/s}$ (BIROL, 1998), relacionada com a escala de estrutura dendrítica a qual é apenas, aproximadamente, um quinto daquela experimentada junto à superfície. É importante observar que próximo ao centro da chapa TRC a velocidade de resfriamento é bem menor e comparável às taxas de resfriamento do processo de fundição em

coquilha de aço sob pressão Fig.2.4. O crescimento gradual da superfície para o centro foi evidenciado também pelo tamanho dos intermetálicos no centro da chapa, medindo aproximadamente o dobro daqueles encontrados na superfície. Dado que a chapa solidifica sob gradiente de resfriamento entre a abertura dos cilindros, a diferença de tamanho e espaçamento de fases entre a superfície e o centro não é incomum.

Uma característica dos traços nos cortes transversais foi um conjunto de segregações que puderam ser facilmente identificadas a olho nu sobre o perfil atacado da amostra. Essas segregações estavam espaçadas mais ou menos igual uma das outras e tinham fortes marcas ao longo da largura no plano central da chapa, Fig 2.5 abaixo.

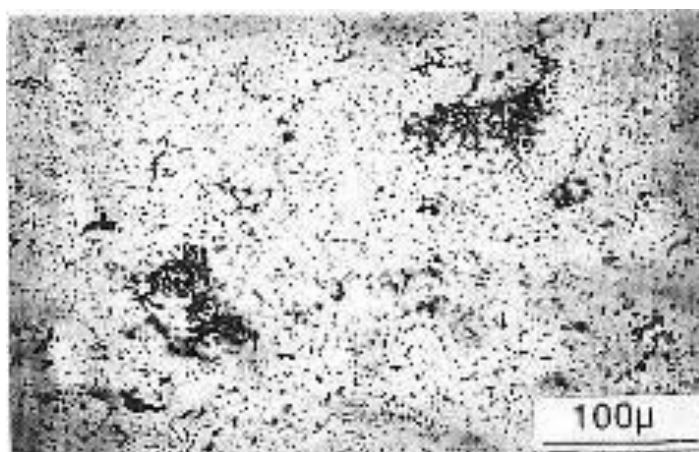


Figura 2.5 Característica da segregação cls na secção transversal.

Essa inferência partiu da análise de uma série de cortes transversais, cada um aproximadamente com 100 mm, que dividiam canais contínuos, mais ou menos paralelos um ao outro, ao longo do comprimento da chapa (BIROL, 1998). Cada segregação, pelo menos, foi em ordem de grandeza, maior do que os braços dos dendritos na sua vizinhança imediata. Alguns foram tão amplos quanto à fração de milímetro com o espaçamento de apenas 100 μm . Essas formações sugerem que o líquido na zona pastosa (mz), (Fig. 2.6), responsável pela segregação na linha de centro da chapa, que é maior em volume do que o fluxo interdendrítico, é forçado à contra fluxo pela componente de laminação do TRC que age aparentemente apertando a zona pastosa (mz) entre as partes solidificadas que mantém a espessura conforme se move através da abertura Rd entre os cilindros. O líquido remanescente em (mz), rico em elementos de liga, é então forçado no sentido oposto da direção de fundição, representado pelas três setas na Fig.2.6. Ele está preso, no entanto, quando as duas superfícies sólidas finalmente estiverem juntas e soldadas em alguns pontos

no centro, será conduzindo para a formação do canal de segregação, (BIROL, 1998).

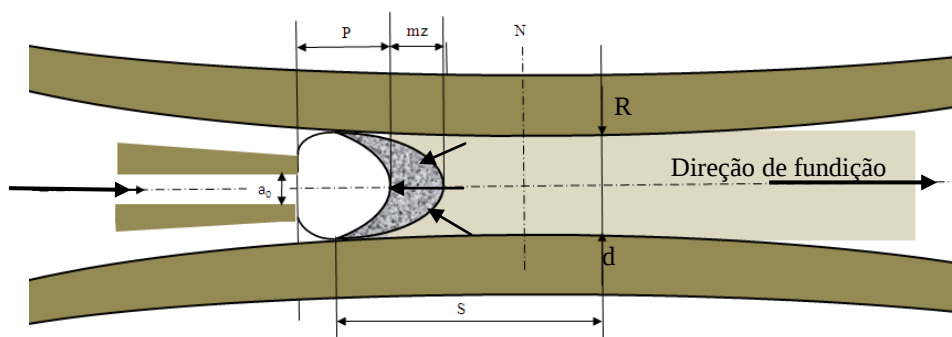


Figura 2.6. Esquema do processo “Twin-Roll Casting” (TRC)

O Processo TRC pode ser dividido em quatro zonas distintas: abertura do bico (a_0); poça líquida (P); zona pastosa (mz); área de trabalho a quente ou área de contato (S)

A menor fase do Eutético, que tem aparentemente crescido com o α (Al), com relação ao comportamento, geralmente revelado com morfologia lamelar no estado bruto de fusão foi identificada com (EDS) como β -Al₅FeSi (Fig. 2.3). O espaço interlamelar α (Al)- α_h era muito fino e geralmente menor que 1 μ m. A população de partículas de β (Al) ao longo do plano central da chapa é maior que a média geral Figs.2.3 e 2.9. O α hexagonal, em vez de uma β monoclinica cristaliza no seio dos canais de segregação, ao contrário da maior parte do volume. Esse fenômeno merece alguns cuidados com as reflexões (DRX) de uma estrutura monoclinica a qual pode ser confundida com a de uma estrutura hexagonal.

Adicional ao α (Al)- α_h , algumas partículas binárias Al-Fe com distintas morfologias também podem ser encontradas entre as células eutéticas (fig.2.3) (BIROL, 1998).

O formato estrutural e morfológico da lâmina bruta de fusão mudou substancialmente com o recozimento em alta temperatura, quebrando a rede interdendrítica β da chapa como fundida em partículas individuais. Análises dessas partículas com (EDS) mostraram que a fase do equilíbrio β interdendrítica, se transformou ou foi dissolvida quase que inteiramente em α hexagonal. Isto foi também confirmado por padrão de DRX obtido da superfície de amostra recozida. As reflexões β predominantes do estado como fundido desapareceram completamente após 8 horas a 600°C (BIROL, 1998). Apesar das partículas α_h formadas manterem suas posições interdendríticas, a razoável dispersão uniforme foi obtida, graças a muito fina escala da estrutura dendrítica do estado como fundido.

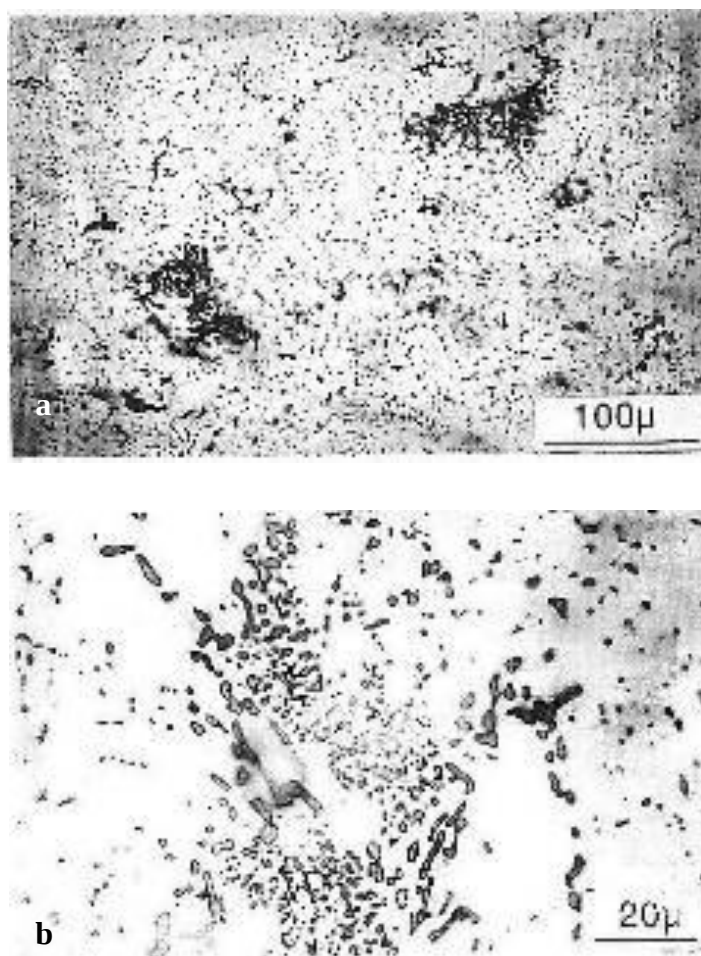


Figura 2.7 Em a, traços da segregação; em b, dispersão de partículas α_h na zona de segregação após 08 horas a 600°C (fig.2.6 b). (BIROL, 1998).

O recozimento em alta temperatura tem produzido mudanças na microestrutura das chapas de TRC, porém, tem falhado na remoção das heterogeneidades ao longo do plano central (Fig. 2.7 a). As lamelas de células $\beta(\text{Al})$ nos canais de segregação têm quebrado bem como a rede interdendrítica, para ceder à dispersão de partículas α_h (Fig.2.7 b).

2.2 O efeito dos parâmetros TRC na microestrutura da chapa

A velocidade e a espessura da chapa bem como a força de separação do TRC têm grande influência no comportamento da segregação. Grandes variações na microestrutura bruta podem ser obtidas quando a espessura é reduzida e a velocidade aumentada. A tendência de segregação aumenta com a velocidade e com a espessura da chapa, bem como quando a força de empuxo é baixa. A força de separação quando alta exerce efeito favorável diminuindo a segregação. (ERTAN, 2000). A força de separação é o empuxo do metal solidificado contra os rolos, cuja intensidade é o produto da área de contato (entre o rolo e o material) pela unidade média de pressão sobre os rolos, durante um passe de laminação. A intensidade máxima é atingida quando as barreiras de atrito ou batentes do forjamento livre se tocam.

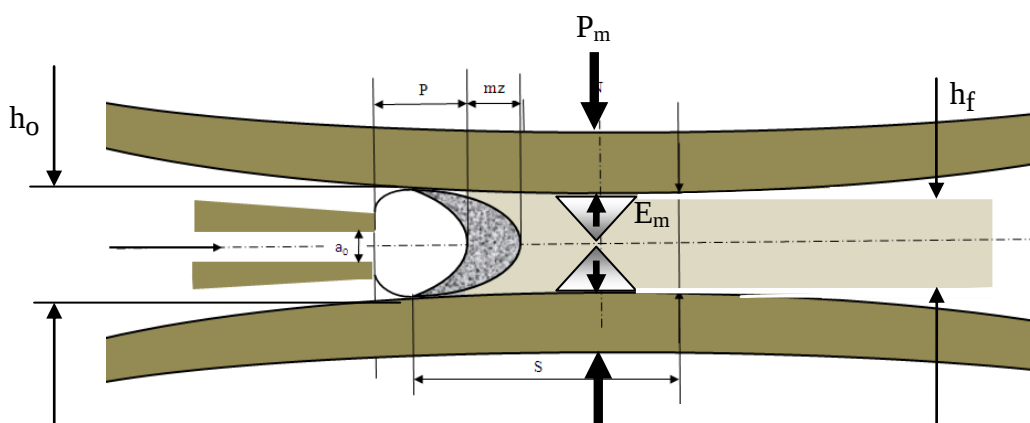


Figura 2.8. Esquema do TRC mostrando a força de separação ou empuxo.

E_m - Empuxo do metal

$(h_0 > h_f)$ – Passe de laminação

P_m – Pressão média sobre os rolos

Existem muitas opiniões, sobre a fundição TRC, como a de que fundir em espessuras mais finas resulta em alta taxa de solidificação com refinada estrutura metalúrgica e finas partículas eutéticas. Investigações têm mostrado que isto não é necessariamente o caso (DAALAN, 1997). Experimentos para determinação do tamanho de célula DAS/cs (*cell spacing*) na liga AA8111, usando as mesmas condições de refino de grão em chapas de 6 mm, mostraram os respectivos DAS medidos na zona de grãos equiaxiais (centro da chapa), para as

espessuras da tabela abaixo:

Tabela 2.2 Espaçamento celular na liga AA8111. (DAALAN, 1997).

Espessura (mm)	DAS/cs (μm)
6	4,2 - 7,4
2	12,6 - 16,8

O DAS/cs decresce do centro para a superfície como consequência da baixa taxa de resfriamento na região central. Grãos equiaxiais sugerem que a solidificação nesse caso ocorreu na zona pastosa e o líquido permaneceu mais tempo no estado de subfusão constitucional. De modo geral, pode ser concluído que as novas tecnologias de fundição *TRC* com baixa espessura e alta velocidade não quer dizer que fornecerão significativas taxas de resfriamento durante a fundição. De modo contraditório, fundições de chapas com baixas espessuras e altas velocidades introduzem diferentes e novas formas de segregação, como resultado do crescimento e da distribuição de partículas, quando comparadas com o material fundido em 6 mm (DAALAN, 1997). Segregações no plano central, são típicas das espessuras convencionais 6 mm e também podem ser encontradas em chapas mais finas quando fundidas com baixa pressão específica Fig.2.9. Os grãos alongados devem-se a elevada taxa de solidificação e ao efeito da laminação. (STUART, 1995)

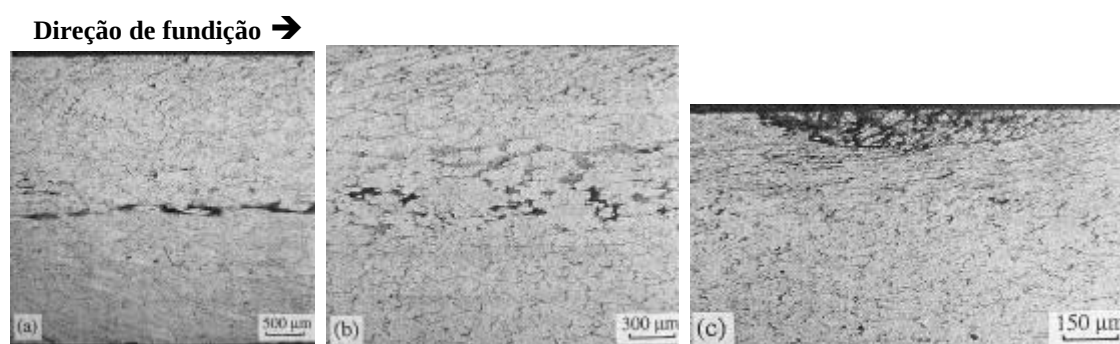


Figura 2.9 Micrografias mostrando padrões típicos de segregação na liga AA8111. a) segregação no centro (4 mm), b) segregação dispersa (3 mm), c) segregação superficial (2 mm). (DAALAN, 1997).

2.3 O efeito do TiBAl na microestrutura da chapa TRC

Foi observado por (STUART, 1995), que a adição refinador de grão AlTi5%B1% resultava na redução da cls. Restrições às elevadas cargas ou força de separação reforçaram a necessidade do entendimento da influência do TiB na obtenção de microestruturas refinadas em lâminas de TRC. Segundo Lennart (2001, 2004) e Easton (2001, 2004), existem dois parâmetros que devem ser usados para quantificar o efeito do soluto sobre o tamanho de grão nos fundidos:

2.3.1 O Fator de Restrição do crescimento de Grão,

$$GRF = Q = \sum_i C_{o,i} m_i (k_i - 1) \quad \text{Eq.2.2}$$

2.3.2 E o Parâmetro de subfusão constitucional dado por,

$$P = \sum_i C_{o,i} m_i (k_i - 1) k_i^{-1}, \quad \text{Eq.2.3}$$

onde $C_{o,i}$ refere-se a concentração de cada elemento individual presente no líquido, m_i representa a inclinação da linha líquidus e k_i representa o coeficiente de partição de cada elemento no sistema binário Al-i.

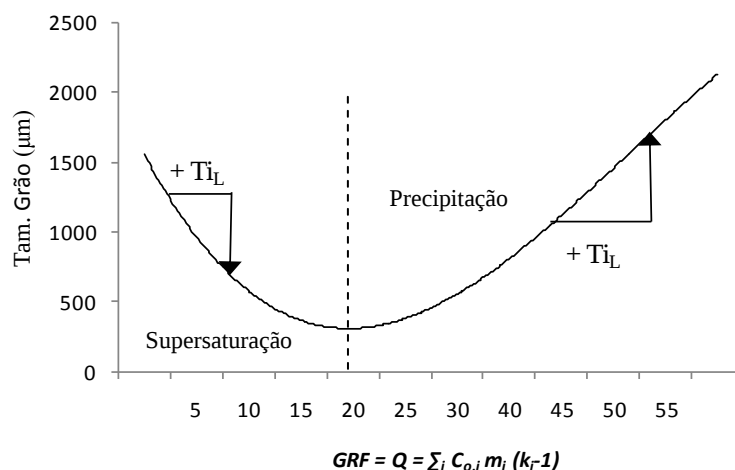


Figura 2.10 Efeito da adição do Titânio no tamanho de grão (LENNART, 2001).

O efeito da adição do Titânio refinador demonstrado na Fig. 2.10, mostra que através do GRF fica fácil o controle da adição do refinador. O AlTi5%B1% contém estequiometricamente 2,2% de Ti associado às partículas insolúveis de TiB_2 . Os 2,8% remanescentes poderão entrar em solução e contribuir com o efeito do soluto. O número

partículas de boretos como bons sítios nucleantes determinam o grau de possibilidades de refino com referência ao fator de restrição Q (LENNART, 2001).

Tabela 2.3 Dados necessários para o cálculo do fator Q e do parâmetro de subfusão P de vários elementos do soluto.

Elemento	k_i	m_i	Max. Conc. (% _{peso})	$m(k_i-1)$	$m(k_i-1) / k$
Ti	7 - 8	33.3	0.15	216	29
Ta	2.5	70	0.10	105	42
V	4.0	10.0	~0.1	30.0	7.5
Hf	2.4	8.0	~0.5	11.2	4.7
Mo	2.5	5.0	~0.1	7.5	3.0
Zr	2.5	4.5	0.11	6.8	2.7
Nb	1.5	13.3	~0.15	6.7	4.4
Si	0.11	-6.6	~12.6	5.9	53.4
Cr	2.00	3.5	~0.4	3.5	1.8
Ni	0.007	-3.3	~6	3.3	468.1
Mg	0.51	-6.2	~3.4	3.0	6.0
Fe	0.02	-3.0	~1.8	2.9	147.0
Cu	0.17	-3.4	33.2	2.8	16.6
Mn	0.94	-1.6	1.9	0.1	0.1

A magnitude relativa de Q e P para vários elementos solutos pode ser comparada usando os dados das colunas $m(k-1)$ e $m_i(k_i-1)/k$. Os dados para Al-Ti foram extraídos do (MCCARTNEY, *apud* EASTON, 2001).

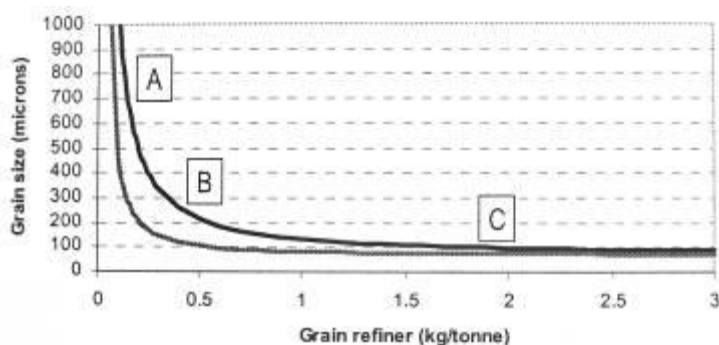


Figura 2.11 Curva de refino para duas ligas. (LENNART; BACKERUD, 2004)

A figura acima mostra a influência da taxa de adição de refinador no tamanho de grão. Em [A] - temos a região de transição onde predomina o efeito da nucleação, [B] – região de

domínio do fator GRF e onde ocorrem as diferenças entre as diversas ligas e suas respectivas composições, [C] – região onde ocorrem pequenas alterações no tamanho de grão, dado que o líquido é saturado com nucleantes (BACKERUD, 2001, 2004), (EASTON, 2001).

O modelo da curva de refino Fig. 2.11 mostra que taxas de adição de refinador acima de 1 kg/ton. não promovem grandes alterações no tamanho de grão.

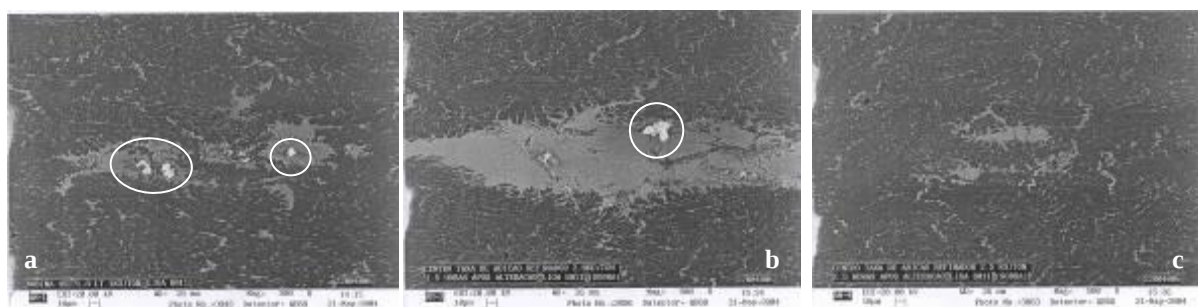


Figura 2.12 Micrografias eletrônicas (MEV) numa sequência crescente de adição do titânio refinador de grão AlTi5%B1%. (SILVA FILHO, J. 2004).

A fig.2.12 mostra uma sequência de microestruturas obtidas com taxas crescentes de adição do refinador de grão, na qual as partículas maiores α_h desaparecem, indicando que o titânio refinador acima de 2,0 kg/ton exerce uma barreira considerável na formação dessas fases grosseiras AlFeSi, que ocorrem na zona pastosa (*mz*) fig2.6.

As anteligas de Alumínio Titânio Boro conhecidas como TiBAI ou TiBor têm sido largamente utilizadas no refino de grão das ligas de Alumínio desde 1930. Das várias técnicas em uso para induzir o refino de grão tais como Pinturas voláteis de moldes; vibrações mecânicas, ultra-sônicas ou agitação eletromagnética, têm mostrado resultados marginais quando comparados aos refinamentos obtidos com essas anteligas. (SIGWORTH, 1986). Na prática, o AlTi5%B1% tem demonstrado elevada eficácia como refinador de grão. No entanto, verificou-se que taxas de adição dentro dos limites de padrões regulares para o refino de grão, em torno de 2,0 kg/ton., por exemplo, não têm atendido aos requisitos para alcançar baixas segregações, tamanho de fases mais homogêneas ou isenção de partículas grosseiras. As microestruturas refinadas são essenciais para as linhas de produtos com baixa espessura, mesmo quando o material é submetido a tratamentos térmicos de recozimento em altas temperaturas. As microestruturas grosseiras são a causa de defeitos em produtos laminados com baixas espessuras.

No processo TRC onde a taxa de resfriamento é bastante elevada, diferentes tipos de fases segregadas e grosseiras aparecem no plano central da chapa. As segregações grosseiras

durante o processo de deformação mecânica a frio promovem fortes barreiras ao deslocamento das discordâncias elevando a tensão cisalhante na direção do deslizamento. Consequentemente aumentando o número de bandas de cisalhamento que provocam a ruptura prematura do material conforme mostram as Figs. 2.13 a e b.

2.3.3 O endurecimento por dispersão de partículas incoerentes

Os planos cristalinos dos precipitados grosseiros, incoerentes, não estão alinhados com os planos cristalinos da matriz. Por este motivo as discordâncias em movimento terão que curvar-se entre os precipitados grosseiros que impedem o deslocamento destas, provocando o endurecimento do material. (PADILHA, 2000).

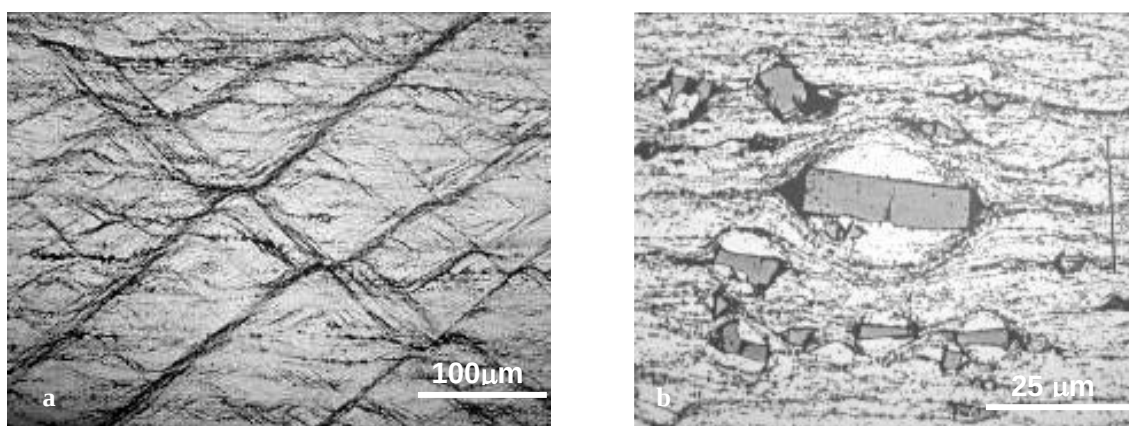


Fig.2.13 Bandas de cisalhamento no material laminado a frio 90% liga 5182 (ALCOA CENTER, 1996).

O endurecimento por dispersão de partículas incoerentes é consequência do cisalhamento num mecanismo proposto por Orowan, descrito pela equação 2.4. A velocidade de deslocamento das discordâncias é uma função da tensão cisalhante, que cresce inversamente proporcional ao espaçamento médio entre as partículas, conforme descrito na equação 2.5, e na direção do deslizamento e da energia de ativação.

Durante o processo de laminação de ligas de Alumínio, as zonas ricas em partículas de fases grosseiras, devido ao excessivo empilhamento de discordâncias, sofrem um aumento na tensão de cisalhamento σ que reduz o deslocamento das discordâncias em torno das mesmas, ao contrário do que ocorre nas demais regiões, a diferença de velocidade de deslocamento das discordâncias entre as estruturas com diferentes características, provoca a ruptura do material.

$$V_m = K_1 \sigma^n \exp\left(\frac{-E}{RT}\right) \quad \text{Eq.2.4}$$

V_m - velocidade média das discordâncias durante a deformação plástica;

K_1 e n - constantes que dependem do material (n - é positivo e maior que 1);

σ - tensão cisalhante no plano e na direção de deslizamento;

E - energia de ativação ou barreira de ativação do processo;

T - temperatura de deformação;

R - constante dos gases;

$$\sigma = \sigma_0 + K_4 G \frac{b}{\lambda} \quad \text{Eq.2.5}$$

onde K_4 é uma constante

b é o vetor de Burgers

λ é o espaçamento médio entre as partículas.

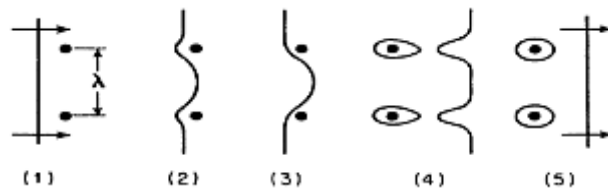


Figura 2.14 Representação esquemática do mecanismo de Orowan. (PADILHA, 2000).

A foto da Fig. 2.13 b. exemplifica didaticamente o esquema do mecanismo de Orowan, mostrando os desvios das discordâncias em torno das partículas onde deixaram círculos de deformação provocados pelo empilhamento de discordâncias.

A equação de Orowan relaciona a deformação (ϵ), a densidade de discordâncias móveis (ρ), o vetor de Burgers (b) e o deslocamento médio (X_m) das mesmas.

$$\epsilon = \rho b X_m \quad \text{Eq.2.6}$$

A equação de Taylor relaciona a tensão necessária (σ) para deformar o cristal com a densidade de discordâncias.

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha G b \sqrt{\rho} \quad \text{Eq.2.7}$$

σ_0 - tensão de cisalhamento para mover uma discordância na ausência de outras;

G - módulo de cisalhamento;

α - uma constante.

Os sistemas policristalinos são anisotrópicos em algumas das suas propriedades. Controlar a textura nesses policristais é importante para poder utilizar as propriedades oferecidas em dadas direções. Nas ligas de Alumínio, os graus de anisotropia são elevados para o limite de escoamento e alongamento nas direções longitudinal e transversal à direção de laminação. Nos casos de microestruturas de TRC ricas em fases grosseiras, o alinhamento dessas heterogeneidades pode agravar a anisotropia do material.

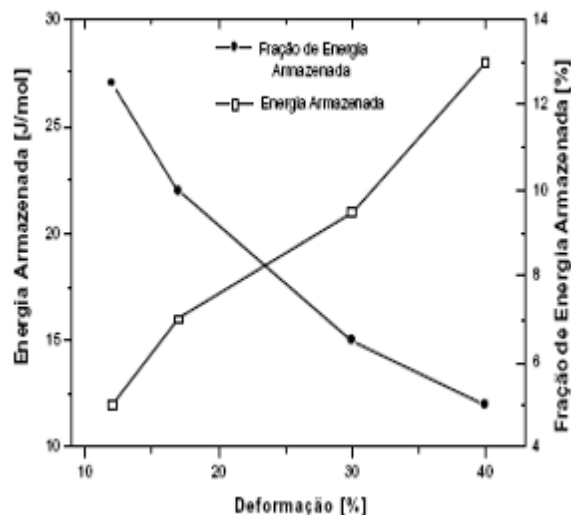


Figura 2.15 Energia armazenada no encruamento e a fração da energia total de deformação em função da deformação para o Cobre puro. (REED-HILL, 1982, *apud* LIMA, 2002).

Segundo o diagrama da figura 2.15, da energia de deformação introduzida em um metal puro após uma deformação de 38% na temperatura ambiente, o valor máximo da energia armazenada é apenas 28 J/mol. A quantidade de energia armazenada pode crescer bastante pelo aumento da severidade da deformação, pela diminuição da temperatura de deformação e pela intensidade da segregação, que está associada à composição química da liga bem como às condições de solidificação. Sabe-se que o encruamento aumenta muito o número de discordâncias em um metal. Segundo (REED-HILL, 1982), um metal recozido tem uma densidade de discordâncias da ordem de 10^6 a 10^8 cm^{-1} e quando fortemente deformado a frio

essa densidade sobe podendo atingir 10^{14} cm^{-1} . Como cada discordância é um defeito cristalino associado a uma deformação do reticulado, o número de discordâncias torna maior a energia de deformação do metal.

Nas transformações de fase, deformações são produzidas das reações que ocorrem entre o líquido e o sólido ou sólido e sólido, que são chamadas de reações de sistemas condensados. (No caso mais geral, como a precipitação de uma nova fase em uma solução sólida monofásica). Em uma liga contendo precipitados, o comportamento quanto à deformação depende de dois parâmetros fundamentais: diâmetro médio das partículas e do espaçamento λ entre elas, que é um fator importante do mecanismo de endurecimento proposto por Orowan na Eq.2.5. As partículas grosseiras afetam a deformação da microestrutura e a textura, através do aumento da densidade de discordâncias e da produção de grandes heterogeneidades de deformação durante a conformação ver Fig.2.13b.

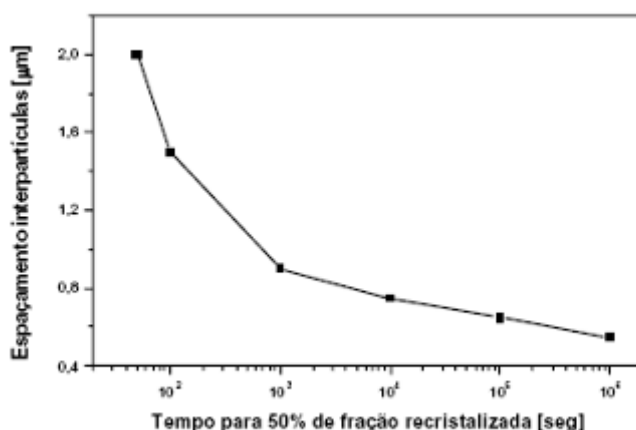


Figura 2.16 Cinética de recristalização em função do espaçamento entre partículas numa liga Al + CuAl₂. (DOHERTY; MARTIN, 1963).

No recozimento, as partículas grosseiras retardam a recristalização devido ao ancoramento dos contornos de subgrão dificultando a nucleação.

2.4 A formação das fases grosseiras

A determinação da evolução da fração de fases grosseiras em função da carga de refino durante o processo será definida como a razão entre o produto e o volume total de fases presentes, incluindo-se a matriz no instante considerado. Se considerarmos que as áreas de

diferentes fases presentes são proporcionais aos seus respectivos volumes, então várias técnicas experimentais, diretas e indiretas poderão ser utilizadas para medir a fração transformada a partir da microestrutura (FERREIRA, 2001).

Como exemplo de técnica direta, temos análise de imagem da sequência de amostras que contém uma informação da fração $Y(T)$ instantânea (técnica largamente utilizada neste trabalho), relativa à condição de solidificação em que foram obtidas durante o experimento.

Como técnicas indiretas, temos a difração por Raios-X considerada a mais exata, a análise térmica diferencial de varredura, a resistividade ou a condutividade. Especificamente para este trabalho a análise de imagem da sequência foi priorizada, porque, para medições da evolução através das variações de propriedades mecânicas, seria exigido um estudo prévio para determinar a espessura da amostra a partir da qual o sistema produziria respostas com resolução suficiente para a instrumentação disponível.

3.0. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Material

Liga de Alumínio AA8011, densidade $2,71 \text{ g/cm}^3$ foi produzida em “Twin-Roll-Caster (TRC).” Todas as amostras foram extraídas de lâminas no estado como fundido, originadas de oito experimentos, nos quais foi alterada apenas a taxa de adição do refinador de grão. As lâminas foram fundidas com largura 1750 mm x 6,0 mm de espessura.

Os teores dos elementos da liga foram ajustados dentro dos limites da NBR 6835 / “Aluminum Association – Rev. Apr/2006” e mantidos constantes para todos os experimentos, conforme mostram as Tabs. 3.1 e 3.2.

Tabela 3.1 Limite de composição química NBR 6835/ “Aluminum Association”

Liga	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
AA8011	0.50 - 0.9	0.6 - 1.0	0.1	0.2	0.05	0.05	0.1	0.08

Tabela 3.2 Composição química dos testes

Liga	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
AA8011	0.5	0.7	0.001	0.007	0.001	0.001	0.003	(Ver Tab. 3.3)

3.2 Espectrômetro

As análises químicas do material foram feitas em Espectrômetro de emissão ótica Mod. ARL 3460 AES, sobre corpos de prova ASTM 307, conforme mostram as Fig. 3.1 e 3.2.



Figura 3.1 Espectrômetro ARL 3460 AES Figura 3.2. Corpos de prova modelo ASTM 307

O espectrômetro é um instrumento ótico utilizado para medir as propriedades da luz em uma determinada faixa do espectro eletromagnético. Conforme mostra o esquema da Fig. 3.3, sua estrutura básica se resume na existência de uma grade de difração e um foto-tubo captador. A luz incidente sobre a fenda primária do espectrômetro, ao chocar-se contra a grade de difração ranhurada, se divide em feixes de onda monocromáticos. Esses feixes difratados são direcionados pelos espelhos para serem captados por sensores fotovoltáicos de cujos pulsos elétricos é obtida uma leitura da intensidade luminosa correspondente a cada comprimento de onda existente no feixe incidente gerado pelo arco voltaico. Com isso pode-se caracterizar uma série de ligas metálicas quanto ao teor dos elementos da sua composição química, considerando-se a proporcionalidade entre a intensidade luminosa de cada comprimento de onda com a quantidade do material ou elemento presente na liga.

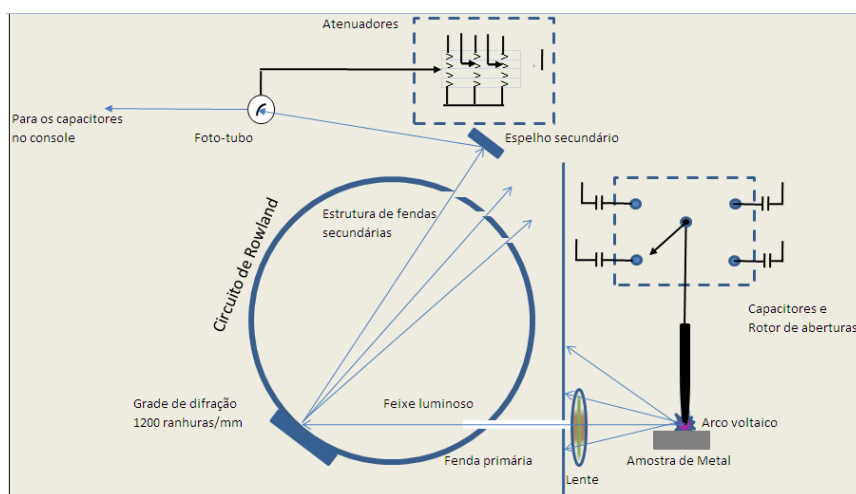


Figura 3.3 Esquema de um Espectrômetro Ótico.

3.3 Titânio refinador de grão

O refinador de grão utilizado foi uma liga comercial de Alumínio Titânio Boro com Ti 5% e B 1%, no formato de vergalhão com 9,1 mm de diâmetro, aplicado durante o processo de fundição. A variável considerada dos experimentos foi o refinador de grão. As taxas de adição aplicadas variaram de 0,8 a 4,9 kg/ton. da liga produzida, cujos teores de Titânio ficaram entre 0,018 e 0,043%, produzindo fatores de restrição do crescimento de grão **Q** e parâmetro de subfusão constitucional **P** (item 2.3. Eq. 2 e 3) linearmente crescentes, conforme mostra a Tab.3.3, abaixo.

O refinador foi adicionado à distância de aproximadamente 3 metros da zona de solidificação entre os cilindros, a partir da linha EE' na Fig.3.4, para que fosse alcançado o tempo de contato ou mistura entre o refinador e a liga. A coleta das amostras ocorreu 20 minutos após o ajuste da taxa de adição do refinador de grão, para cada experimento.

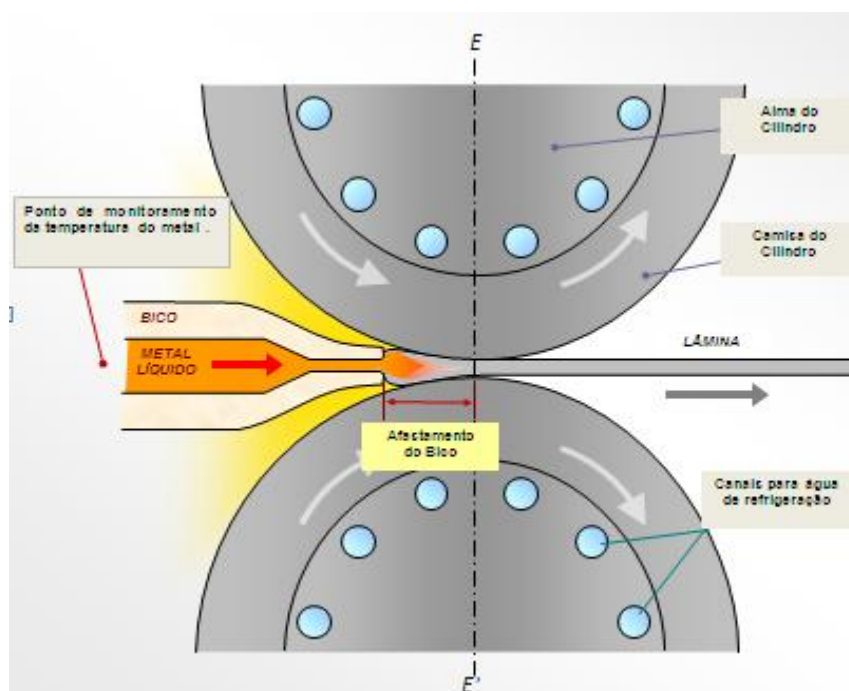


Figura 3.4 Esquema básico (TRC) destacando o ponto de controle da temperatura do metal.

Tabela 3.3 Adição do refinador de grão.

Experimento	TiB 5:1 (kg/ton.)	Ti %	$\sum_i m_i c_{o,i} (k_i - 1)$ = Q (*)	P
1	-	0,018	13,81	0,91
2	0,8	0,022	14,70	0,96
3	1,4	0,025	15,33	1,01
4	2,7	0,032	16,78	1,10
5	3,1	0,034	17,23	1,13
6	4,0	0,038	18,12	1,19
7	4,3	0,040	18,49	1,21
8	4,9	0,043	19,09	1,25

(*) os valores para m_i e k_i poderão ser encontrados na Tab. 2.3

Para o teste #1 não foi adicionado refinador de grão durante a fundição. Entretanto, é importante registrar que no metal de origem, para todos os experimentos, continha um teor residual de Ti igual a 0,018% em peso. Dado que os experimentos foram feitos em área produtiva, as condições laboratoriais ficaram restritas aos recursos disponíveis. Por este motivo não foi possível produzir um experimento na condição técnica ideal, que seria um teor residual máximo de Titânio da ordem de 0,006% (teor histórico do Ti, como impureza do Alumínio primário, proveniente de cubas eletrolíticas).

No processo TRC as variáveis listadas na Tab.3.4 abaixo, interferem de modo interdependente nas características microestruturais da lâmina. Portanto, exceto a taxa de adição do refinador de grão as demais variáveis foram mantidas inalteradas com o objetivo de torná-las mutuamente excludentes durante a solidificação da liga.

Tabela 3.4 Variáveis interdependentes do processo TRC

Variáveis do processo	Unidades	Observação
1. Composição química	%	Constante, ver Tab.3.2
2. Taxa de adição de refinador de grão	Kg/ton.	Variável, ver Tab.3.3
3. Temperatura do metal	(°C)	675
4. Afastamento do bico injetor	(mm)	52
5. Velocidade de fundição	(m/min.)	1.04
6. Espessura da lâmina	(mm)	6
7. Temperatura do Cilindro	(°C)	110
8. Força de fechamento	(tnf)	340

3.4 Temperatura do metal

A temperatura foi monitorada à distância de 500 mm da linha EE' da Fig.3.4, com termopar tipo K, cerâmico revestido e termômetro Omega HH66R.

3.5 Bico injetor

O afastamento foi previamente calibrado e ajustado para 52 mm, antes do início da coleta das amostras.

3.6 Velocidade de fundição

A velocidade de fundição (m/min.) foi monitorada com tacômetro digital MINIPA MDT-2238A e verificada, antes da coleta da amostra de cada teste.

3.7 Espessura da lâmina

A espessura da lâmina foi monitorada com micrômetro (0 -15) mm e exatidão 0.01 mm.

3.8 Temperatura dos Cilindros

A temperatura dos cilindros foi tomada na zona de medição à distância de 300 mm da lateral conforme indicado na Fig.3.8 a e b.

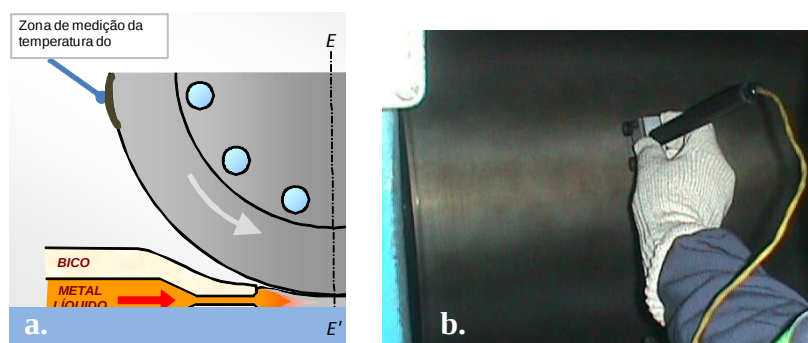


Figura 3.8 Em a., esquema indicando a zona de medição da temperatura a um quadrante do “ponto de solidificação”. Em b. fotografia mostrando o momento de uma medição.

3.9 Substrato de solidificação

A microestrutura dos fundidos pode variar em função da composição química, da temperatura do metal e da taxa de solidificação, o que torna as características do material do

molde ou substrato da solidificação um fator determinante para tal microestrutura. No processo (TRC) a liga de Alumínio solidifica entre cilindros de aço encamisados conforme esquema mostrado na Fig.3.4. As características do material dos cilindros ($\varnothing$ externo 649 mm) usados durante os experimentos são encontradas nas tabelas 3.5 e 3.6 abaixo.

Tabela. 3.5 Propriedades típicas do material das camisas

Dureza	Condutividade Térmica	Coefficiente de Expansão
311/400 HB	32,01 - 37,66 (W/m. K)	(20 – 200) °C
	32,01 - 21,76 (Btu / h.ft. °F)	12,3 - 12,5 (10^{-6}) m/(m . °K)

Tabela. 3.6 Composição química típica do material das camisas (%)

C	Mn	Ni	Cr	Mo	V
0.15 - 0.32	0.50 – 0.70	Max. 0.30	1.00 – 3.00	Max. 1.00	Max. 0.20

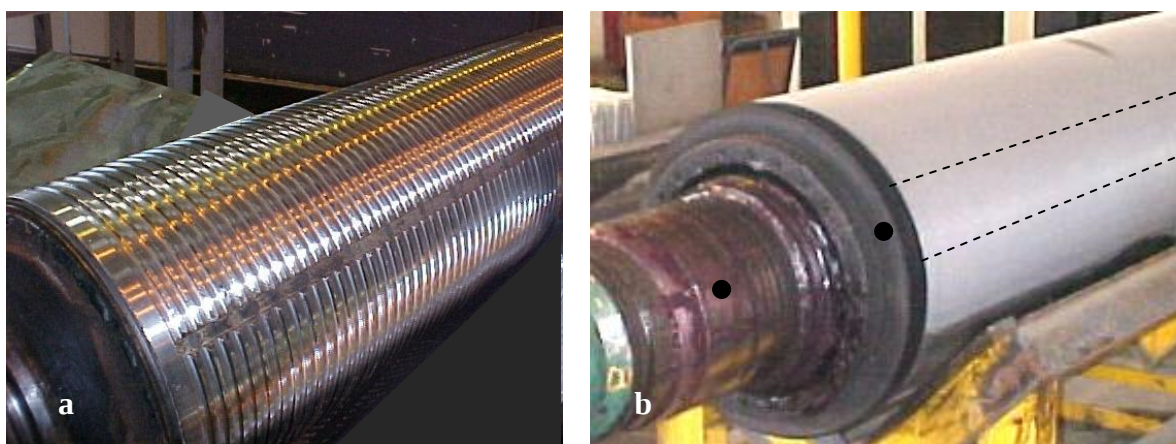


Figura 3.9 Em a., um cilindro descamisado (ou alma) mostrando os canais de refrigeração; em b. Cilindro encamisado, fora de operação, com os pontos de referência (●) e linhas tracejadas de demarcação da zona de coleta das amostras.

Devido às variações normais de temperatura do cilindro ao longo do perímetro, durante o processo de solidificação e laminação (TRC), um dos cilindros foi demarcado com o objetivo de mapear a zona de coleta das amostras. Desse modo, todas as amostras foram coletadas na mesma zona dos cilindros preservando-se uma condição de solidificação equivalente para todas as amostras.

3.10 Ensaios de Dureza

As amostras no estado como fundido foram submetidas a ensaios de dureza Brinell (ASTM E10) com esfera de aço, diâmetro 5,0 mm, carga aplicada 62,5 kp, durante 60s, em durômetro Reicherter BL1-1.

3.11 Condutividade Elétrica

A medição da condutividade elétrica é uma técnica rápida e eficaz para determinação dessa característica dos metais, diretamente associada à composição química bem como às condições microestruturais. O refinador de grão TiBAl é um agente modificador da microestrutura e exerce grande influência no volume de subfusão constitucional na frente de solidificação (GRANGER, 1998). Os ensaios foram feitos com auxílio de um Condutivímetro Digital Modelo DC-10, conforme ASTM 1004-91.

Tabela 3.7 Padrão para o Cobre e Alumínio

Elemento / concentração	IACS x $10^6 (\Omega.m)^{-1}$
Cu - 100%	58.0
Al - 65%	37.7

A tabela 3.7 fornece o padrão de referência para o Cobre e o Alumínio, cuja unidade de medição é o IACS – “International Annealed Copper Standard.

3.12 Recozimento

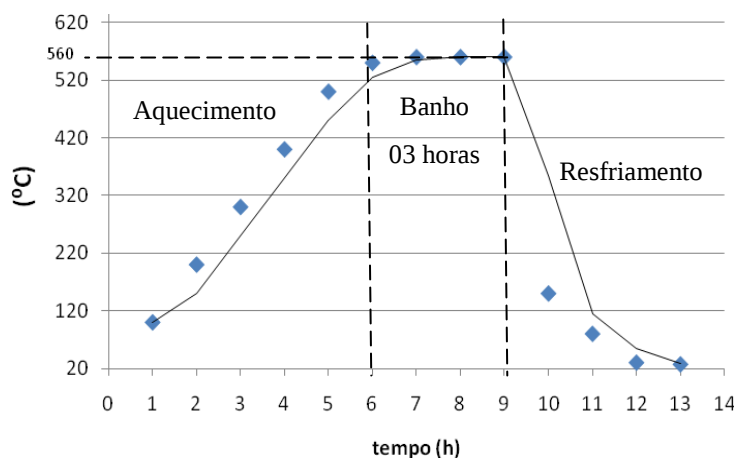


Figura 3.10 Curva de recozimento

As amostras dos testes foram aquecidas com aproximadamente 100°C/hora em forno de laboratório, e recozidas à temperatura de 560°C durante 3 horas e resfriadas ao ar livre até a temperatura ambiente (27°C) como mostra a Fig.3.10.

3.13 Exames Metalográficos

Para caracterização microestrutural, as amostras foram previamente preparadas por metalografia tradicional: corte, embutimento, lixamento, polimento com pasta diamante e polimento suplementar com sílica coloidal.

3.13.1 Macrografias

Amostras com dimensão de aproximadamente (150 x 35) mm foram cortadas das chapas de cada experimento, usinadas na superfície cortada e atacadas por imersão numa solução de 1p H₂O + 1p HNO₃ + 1p HCl, durante (15 a 30) segundos.

Os exames foram feitos a olho nu e com lupa estereoscópica: até 4X

3.13.2 Micrografias

As análises quantitativas de fases ficaram restritas às médias das máximas segregações detectadas das varreduras, ao longo da espessura das amostras, na secção transversal do sentido de laminação. Foi medidas a Área (μm²) das segregações ou formatos precipitados, a

Área % que equivale a quantidade de fase proporcional a área da moldura de medição e o comprimento de fase (μm).

Após polimento suplementar com sílica coloidal, os corpos de prova foram atacados com solução de HF 0,5% durante 20 segundos.

Para a quantificação de fases foi utilizado microscópio ótico com analisador de imagem LEICA Q-600.

As análises micrográficas para caracterização de fases foram obtidas com microscópio eletrônico de varredura MEV - Leica Q440Si, mediante varreduras contínuas na secção transversal das amostras, entre as bordas de cada face e ao longo da linha de maior segregação, conforme ilustrado na Fig. 3.11.

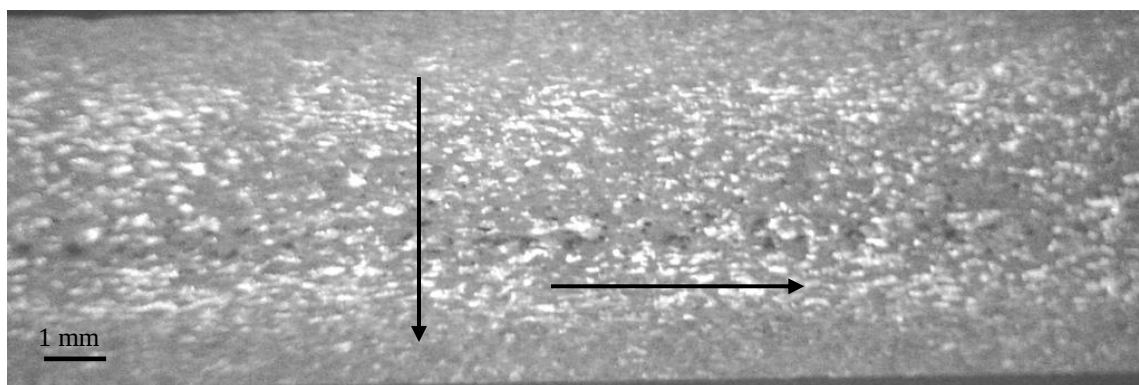


Figura 3.11 Setas indicando o modo de varredura da secção transversal da amostra.

4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES

4.1 Dureza

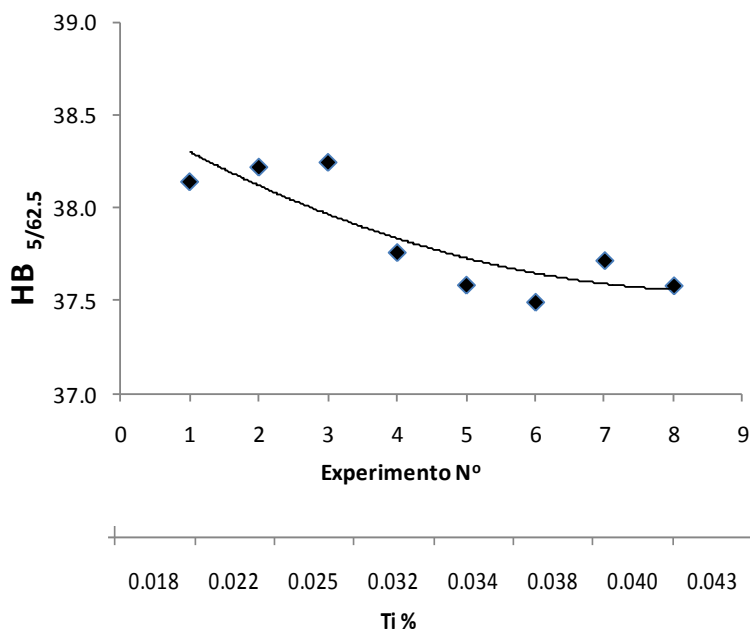


Figura 4.1 – Dureza Brinell versus sequência de experimentos e Ti%.

Os resultados obtidos do material no estado como fundido mostraram uma tendência relativa de diminuição na dureza entre 1,0 e 1,5%, a partir do quinto experimento quando o teor de Titânio atinge 0,034%, conforme mostra a Fig. 4.1, entretanto essa análise não é conclusiva. Esse fenômeno deve-se possivelmente a não formação de fases grosseiras, $\alpha_h(\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si})$ e $\alpha_c(\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si})$, em consequência da adição suplementar do refinador de grão 3,1 kg/ton. (GRF = 17,2). A carga de refinador promove o aumento da energia de superfície ΔG_s em função da quantidade do intermetálico TiB_2 disperso no líquido que impede o crescimento prematuro do núcleo. Teoricamente, o aumento do espaçamento médio, λ , entre as partículas, diminui a tensão de cisalhamento, σ , de acordo com a Eq.2.5, proposta por Orowan, o que por sua vez reduz a dureza do material.

4.2 Condutividade Elétrica

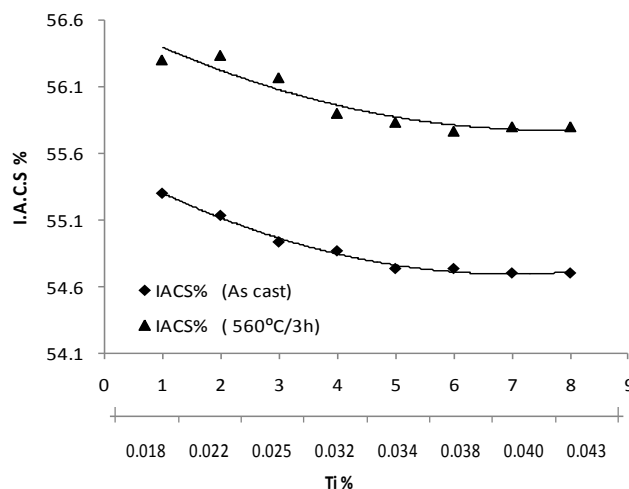


Figura 4.2. Condutividade IACS versus sequência de experimentos e Ti%.

Para o material no estado como fundido (“*as Cast*”) a condutividade elétrica apresentou queda no IACS entre 0,3 e 0,8% até o quarto experimento, para os teores de Ti 0, 018 a 0, 032 %. A partir do quinto experimento com teores de Ti 0, 034 % a 0, 043 %, o IACS manteve-se constante e 1% abaixo do primeiro experimento com Ti 0, 018%. Depois de recozido a 560°C durante 03 horas, à modificação de estrutura dendrítica para recristalizada reduziu drasticamente as imperfeições. Esse fenômeno permitiu que o IACS médio do material aumentasse em 2%, porém, mantendo o mesmo comportamento da curva na condição “*as cast*” da Fig. 4.2.1.

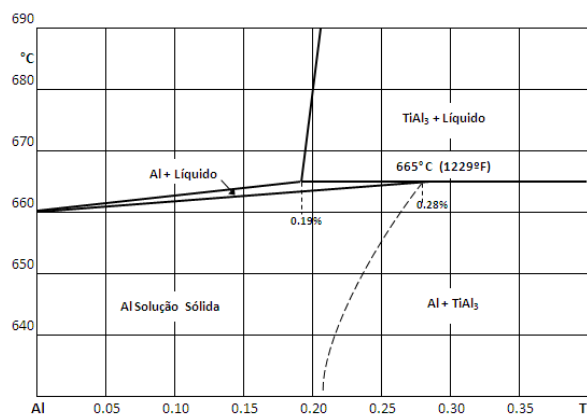


Figura. 4.2.1 Sistema Al-Ti, detalhe do diagrama de equilíbrio mostrando a reação peritética. (MONDOLFO, 1943).

O decaimento do IACS é observado em ambas às condições (*as cast* e recozido), uma indicação de que o Titânio contribui com a redução da condutividade elétrica, possivelmente devido às distorções provocadas pelo Titânio em solução sólida, Fig.4.2.2, na matriz de

Alumínio.

4.3 Exames Macrográficos

As macrografias pertencem ao material no estado bruto de fusão (“*as Cast*”) observado na secção transversal e longitudinal da chapa.

Na S_t da Fig.4.3.1, observa-se forte segregação representada pelos pontos pretos horizontalmente alinhados próximo ao centro das amostras; na S_l , além da segregação, grãos grosseiros e colunares, deformados pelo processo de laminação ocorrido imediatamente após a solidificação. A deformação sofrida pela estrutura de grão e o ataque químico utilizado permitiram apenas uma visualização parcial de algumas faces dos grãos refletidas em branco.

Na S_l da Fig. 4.3.2, a segregação aparece na forma de canais parcialmente alinhados e a estrutura de grãos no centro da amostra aparece levemente deformada pelo processo de laminação. Essas segregações formam canais mais ou menos paralelos um ao outro ao longo do comprimento da chapa, sugerindo que o fluxo do líquido rico em elementos de liga, responsável pela segregação no plano central da chapa, é forçado no sentido oposto à direção da fundição, (BIROL, et al, 1998).

Na Fig.4.3.3, a segregação na S_l ainda aparece muito forte próxima ao centro da amostra; a estrutura de grãos no centro da amostra aparece mais refinada e muito pouco diferenciada em relação à amostra da Fig.4.3.2.

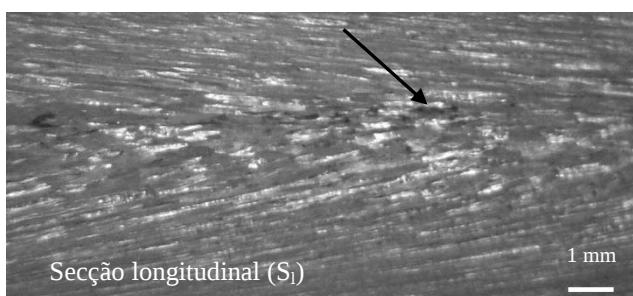
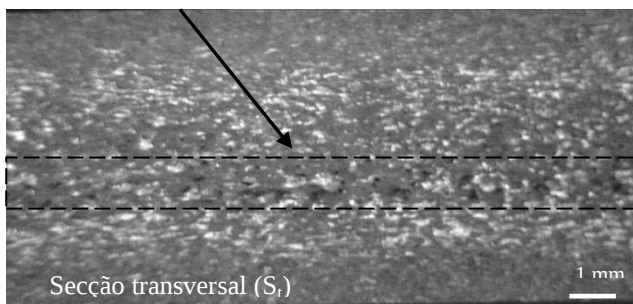


Figura 4.3.1 Teste 1. Ti 0,018% (sem adição suplementar do refinador de grão).

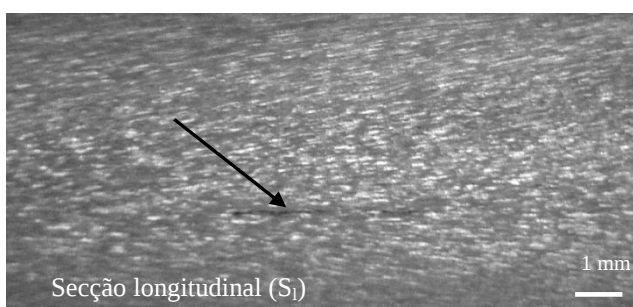


Figura 4.3.2 Teste 2. Ti 0,022% (taxa de adição 0,8 kg/ton.)

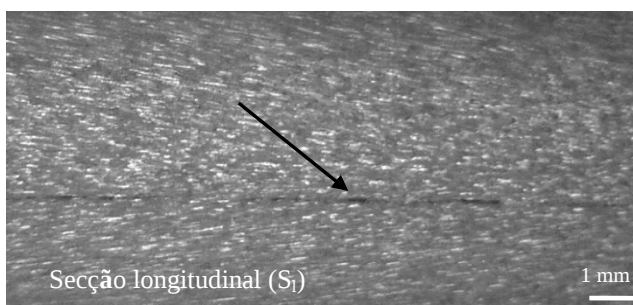
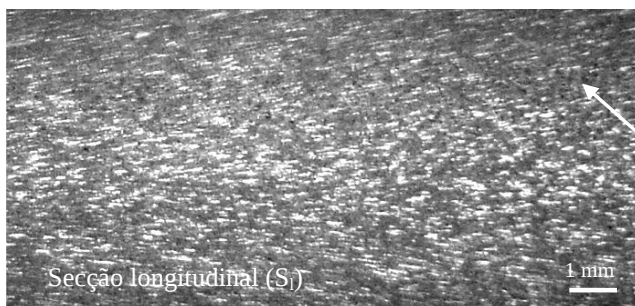


Figura 4.3.3 Teste 3. Ti 0,025% (taxa de adição 1,4 kg/ton.)

Na Fig. 4.3.4, a segregação na linha de centro ou plano central da chapa, já não é mais vista com a taxa de adição 2,7 kg/ton. A segregação encontra-se dispersa, próximo as camadas subsuperficiais, com algumas formações perceptíveis a nível macrográfico. Essas formações conforme mostrado na S_1 a, devem-se provavelmente às condições termodinâmicas, nas quais, o líquido rico em elementos de liga, perdendo temperatura em consequência do processo de solidificação, inicia o crescimento dos embriões de grãos eutético na zona de transição, entre a casca sólida que está em contato com os cilindros do TRC e o líquido remanescente, na região central da chapa. Nessa zona a energia ΔG_v é muito baixa para impedir o crescimento dos núcleos.

O material na S_1 da Fig. 4.3.5, continua isento de segregação na linha de centro; a estrutura de grãos no centro aparece equiaxial comparável as amostra do teste 4, bem como a segregação subsuperficial.

Nos testes 6 a 8 , Fig. 4.3.6, 4.3.7 e 4.3.8, a segregação subsuperficial aparece ligeiramente mais intensa. No teste 8, Fig. 4.3.8, a segregação reaparece com leve intensidade na linha de centro, possivelmente associada à supersaturação do soluto devido à alta taxa de adição de refinador de grão e pela presença do TiB_2 em excesso.



a

Figura 4.3.4 Teste 4. Ti 0,032% (taxa de adição 2,7 kg/ton.)

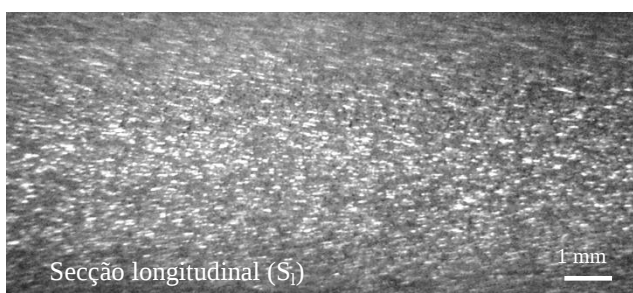


Figura 4.3.5 Teste 5. Ti 0,034% (taxa de adição 3,1 kg/ton.)

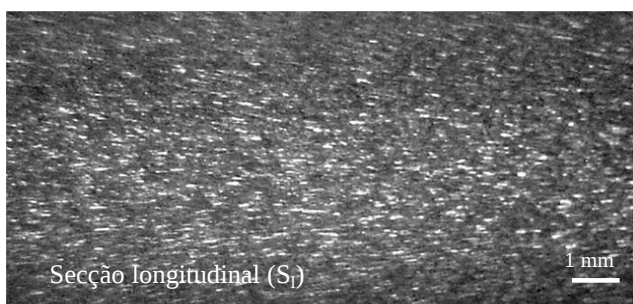


Figura 4.3.6 Teste 6. Ti 0,038% (taxa de adição 4,0 kg/ton.)

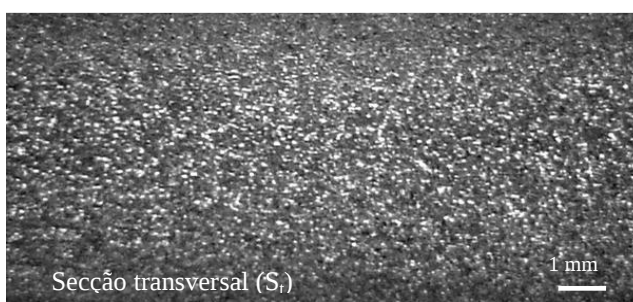


Figura 4.3.7 Teste 7. Ti 0,040% (taxa de adição 4,3 kg/ton.)

Segundo (STUCZYNSKI, 2003), o refinador age em duas direções. A primeira, pelo aumento do número de grãos a partir do líquido que faz com que a concentração dos elementos do soluto Fe e Si aumente. Nessas condições pode-se observar um aumento do número de precipitados de fases intermetálicas com tendência acentuada para a formação de grãos eutético.

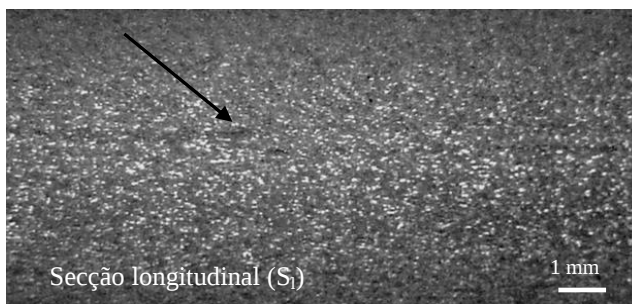


Figura 4.3.8 Teste 8. Ti 0,043% (taxa de adição 4,9 kg/ton.)

A segunda, pelo fator que afeta o tipo e a morfologia dos precipitados de fases, que são livres núcleos ativos de cristalização, que provavelmente pela presença do TiB_2 em excesso, assumem um papel passivo na nucleação da solução sólida, causando a nucleação de fases $AlFeSi$ ou a formação de grãos eutético.

Segundo (HUME-ROTARY, 1966), a nucleação heterogênea ocorre predominantemente nos contornos de grão, discordâncias ou nas inclusões. Dado que, por definição, necessita de uma interface ou superfície para ocorrer, (FERREIRA, 2002). Uma liga de composição X da Fig.4.3.9 à temperatura T_1 é uma solução sólida homogênea de B em A; à temperatura T_2 foi ultrapassado o limite de solubilidade e o resultado é uma mistura de solução sólida de composição α e de precipitado de composição C. A liga X quando aquecida de T_1 a T_e , as características macroscópicas são homogêneas, mas, existem flutuações estatísticas de composição à nível atômico, algumas constituindo núcleos que podem crescer até chegar a formação da fase que está precipitando.

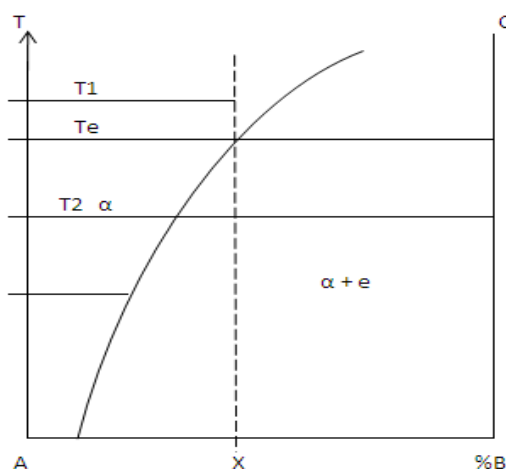


Figura 4.3.9 Esquema de uma solução de átomos do elemento B em A.

A formação de núcleos envolve flutuações de composição e mudança de estrutura. No

intervalo $T_1 - T_e$, os núcleos subcríticos estão continuamente formando-se e dissolvendo-se, porque, para crescer teria que haver um aumento da energia livre ΔG .

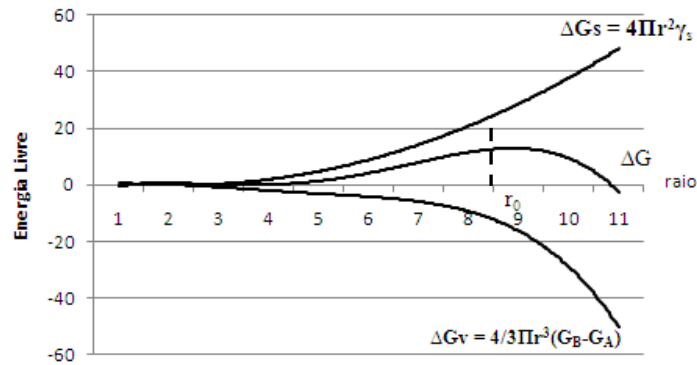


Figura 4.3.10 Relação entre as energias livre de formação ΔG_v , de superfície ΔG_s de um núcleo e o raio, r .

À medida que a temperatura cai e a solução sólida de composição X torna-se supersaturada, ΔG_v cresce, tornando-se cada vez mais negativa e tanto r_0 como a energia de ativação diminuem.

No processo de nucleação só ocorre à formação de um núcleo estável quando o raio do mesmo é maior do que o raio crítico r_0 .

Com o crescimento da subfusão constitucional P em consequência da adição do Titânio refinador de grão, conforme mostrado na tabela 3.3, a supersaturação torna ΔG_v , Fig.4.3.10, cada vez mais negativa. Por outro lado, a energia de superfície ΔG_s cresce com a quantidade de intermetálico TiB_2 adicionado, promovendo o crescimento do raio crítico r_0 , diminuindo a probabilidade de crescimento do núcleo e a sua condição estável que somente ocorre quando o seu raio $r > r_0$.

No final da solidificação com o aumento de ΔG_v e a diminuição de r_0 , ocorre a inversão, surgindo, portanto, a condição $r > r_0$ que permite a formação do núcleo estável. Desse modo justifica-se o surgimento de grãos eutético lamelares ou simplesmente segregações mais grosseiras a partir da taxa de adição de refinador 4.3 kg/ton. da liga AA8011. As elevadas taxas de adição tornam o líquido remanescente muito rico em elementos do soluto.

4.4 Exames Micrográficos

4.4.1 Análise de fases

Devido ao baixo fator de restrição de crescimento de grão Q e do parâmetro de subfusão P, a área segregada nas amostras com Titânio residual 0,018% atingiu valores médios da ordem de $700 \mu\text{m}^2$ conforme mostra a Fig.4.11. É importante registrar que o Titânio residual do forno de fusão, mesmo sendo contabilizado no cálculo do fator Q não oferece a mesmo potencial de refino devido ao fenômeno da perda de eficácia em função do tempo de espera. Estudos mostraram perdas significativas no tamanho de grão, da ordem de 33%, para tempos de residência acima de 45 minutos, (Granger, 1985). Para as taxas de adição crescentes até 1,4 kg/ton (Ti 0,025%) obteve-se uma redução de 59% na área média de segregação. Entretanto, no intervalo Ti% 0,025 a 0,034% onde o fator de restrição Q transita entre 15,3 e 17,2 a área média das partículas segregadas manteve-se entre 270 e 350 μm^2 .

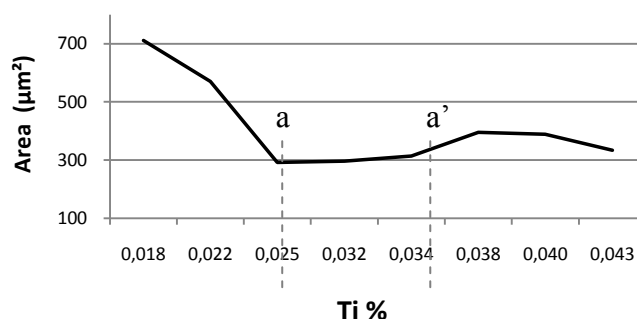


Figura 4.11 Comportamento das áreas das segregações em função da taxa de adição de titânio refinador.

Para os teores de Titânio acima de 0,034% ocorreu um crescimento médio da ordem de 60% em relação ao intervalo (a-a') de área mínima segregada. Esse fenômeno poderá está associado à supersaturação do soluto tornando ΔG_v , a partir de 0,034% de Titânio, relativamente mais negativo e consequentemente aumentando a probabilidade de crescimento de núcleos.

Fazendo um paralelo da curva experimental fig.4.11 com o gráfico da fig.2.10, modelo de (LENNART, 2001), para o tamanho de grão versus fator de restrição, $Q = GRF$, verifica-se forte correlação, podendo-se deduzir que a área das segregações está intimamente associada à

atividade de nucleação no estado de subfusão constitucional.

O crescimento gradativo da área segregada para teores de titânio acima de 0,025% poderá ser também uma consequência da formação de aglomerados de TiB_2 , devidos à super população desses intermetálicos que pode comprometer a eficácia do refinador, uma vez que a nucleação heterogênea necessita de interface para estabelecer o crescimento. Esses aglomerados de intermetálico produzirão núcleos com raio $r > r_0$ crítico, permitindo o respectivo crescimento prematuro. A título de informação complementar, o refinador $\text{AlTi5\%B1\%}$ usado nos experimentos contém da ordem de 10^8 partículas intermetálicas por centímetro cúbico (SIGWORTH, 1986). A partir da taxa de adição 2,7 kg/ton (Ti 0,025%) até 4,9 kg/ton (Ti 0,043%), o número estimado de intermetálicos cresce respectivamente de 45 até 150×10^9 partículas por centímetro cúbico.

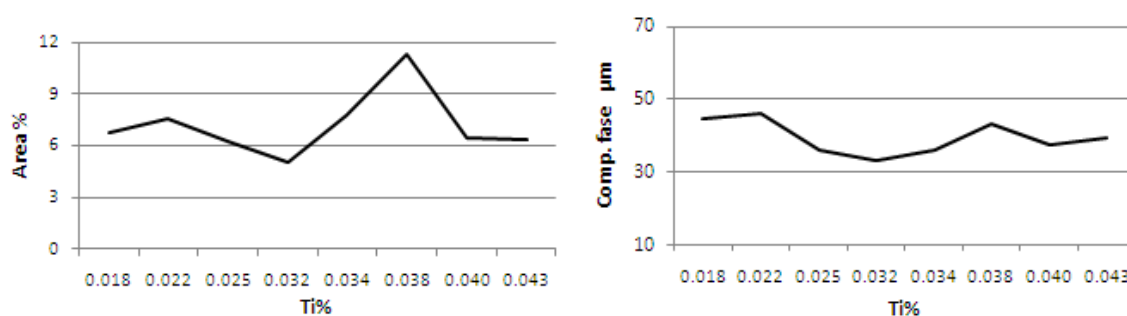


Figura 4.12 Área média segregada proporcional a área do campo de medição; e comprimento médio das partículas + eutético em função da taxa de adição de titânio refinador.

A analogia feita para a fig.4.11, quanto ao fator de restrição Q , pode ser aplicada para as variáveis da figura 4.12 que tratam respectivamente do percentual de área segregada e do comprimento das fases segregadas. As curvas mostram que existe uma similaridade de tendência ao ponto crítico da curva da Fig. 2.10.

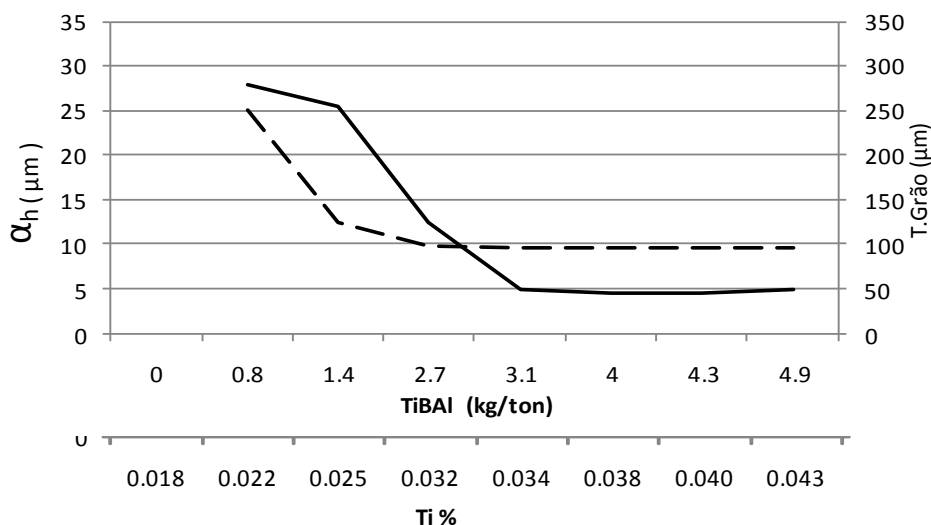


Figura 4.13 Tamanho médio de fase α_h ($\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$) e tamanho de Grão em função da taxa de adição de titânio refinador, (BACKERUD, 2004).

A curva de tendência da figura 4.13 confirma a hipótese do item 2.3 § 4, de que taxas de adição dentro dos limites de padrões regulares para o refino de grão, em torno de 2,0 kg/ton não atendem aos requisitos para alcançar baixas intensidades de segregação, heterogeneidades no tamanho de fases e isenção de partículas intermetálicas grosseiras. O tamanho de grão é reduzido já a partir da adição de 0,8 kg/ton., segundo (BACKERUD, 2004). A partir de 2,7 kg/ton. de adição de TiBAI, o crescimento de grão se estabiliza em torno de 100 μm . Resultado semelhante foi obtido quando se mediu o tamanho médio de partículas da fase α_h . Assim como para o tamanho de grão, o intermetálico α_h diminui a partir da taxa de adição de 1,4kg/ton.. Mas, a respectiva estabilização dimensional somente ocorre a partir de 3,1kg/ton. de adição, de modo defasado em relação à estabilização do tamanho de grão, conforme mostra a Fig.4.13, para as condições experimentais de solidificação. O fenômeno pode ser justificado através da teoria da nucleação: Partindo do princípio de que o α_h tem alta energia de ativação, para manter o núcleo na condição instável, é necessário elevar o nível de energia ΔG_s , Fig. 4.3.10, promovendo o crescimento do raio crítico r_0 , através do aumento da taxa de adição de refinador e desse modo retardar a condição de crescimento do núcleo do intermetálico.

4.4.2 Caracterização microestrutural (EDS)

Análise na secção transversal. A sequência de figuras 4.15 a 4.22 representa o material como fundido (“as Cast”) (a) e recozido a 560°C/3h (b).

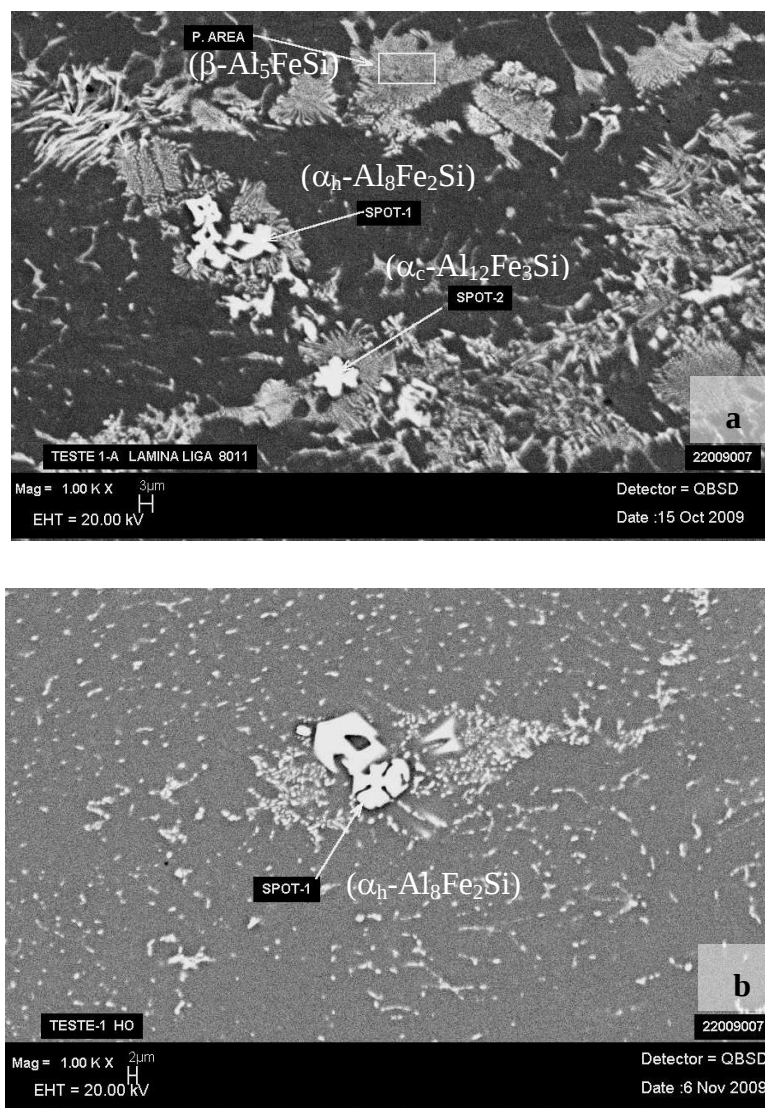


Figura 4.14 Teste 1. Com teor de Ti 0,018% sem adição suplementar do refinador de grão e fator de restrição $Q = 13,8$.

Na microestrutura do material da figura 4.14 **a**, como fundido, observam-se a presença de fases eutéticas ($\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$) e entre as suas lamelas, fases $\alpha_h(\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si})$ ou $\alpha_c(\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si})$; em **b**, após o recozimento a 560°C durante (3 horas) as fases eutéticas foram reduzidas, porém, o tratamento térmico foi incapaz de reduzir a heterogeneidade e o tamanho das partículas α_h , na zona central da lâmina. Isso mostra que, mesmo sendo uma fase metaestável o α_h tem alta energia de ativação para decomposição ou dissolução.

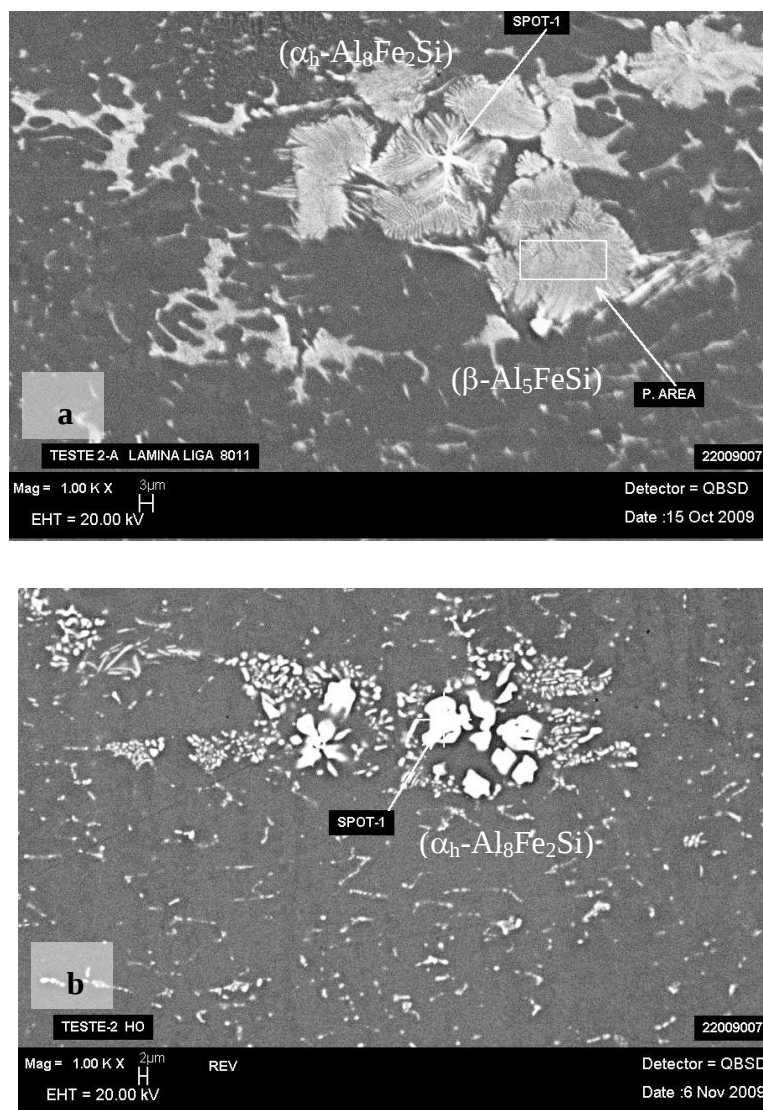


Figura 4.15 Teste 2. Com teor de Ti 0, 022%; taxa de adição do refinador de grão 0,8 kg/ton; fator de restrição $Q = 14,7$.

A taxa de adição do refinador (0,8 kg/ton.) aplicada nas amostras da figura 4.15 **a** e **b**, mostra que o tamanho dos intermetálicos α_h e α_c tendem a diminuir, conforme mostrado na curva de análises de fases da Fig.4.11, assim como a fração β eutético, em consequência do crescimento do ΔG_s que favorecendo a supersaturação do soluto tende a retardar o crescimento dos núcleos. Em grandes aumentos pode ser observado que cada segregação consiste de células grosseiras e finas do eutético. Nas análises das amostras dos experimentos deste trabalho não foram detectadas partículas dispersas de Si, conforme encontrou (BIROL, 1998), (Fig.2.3).

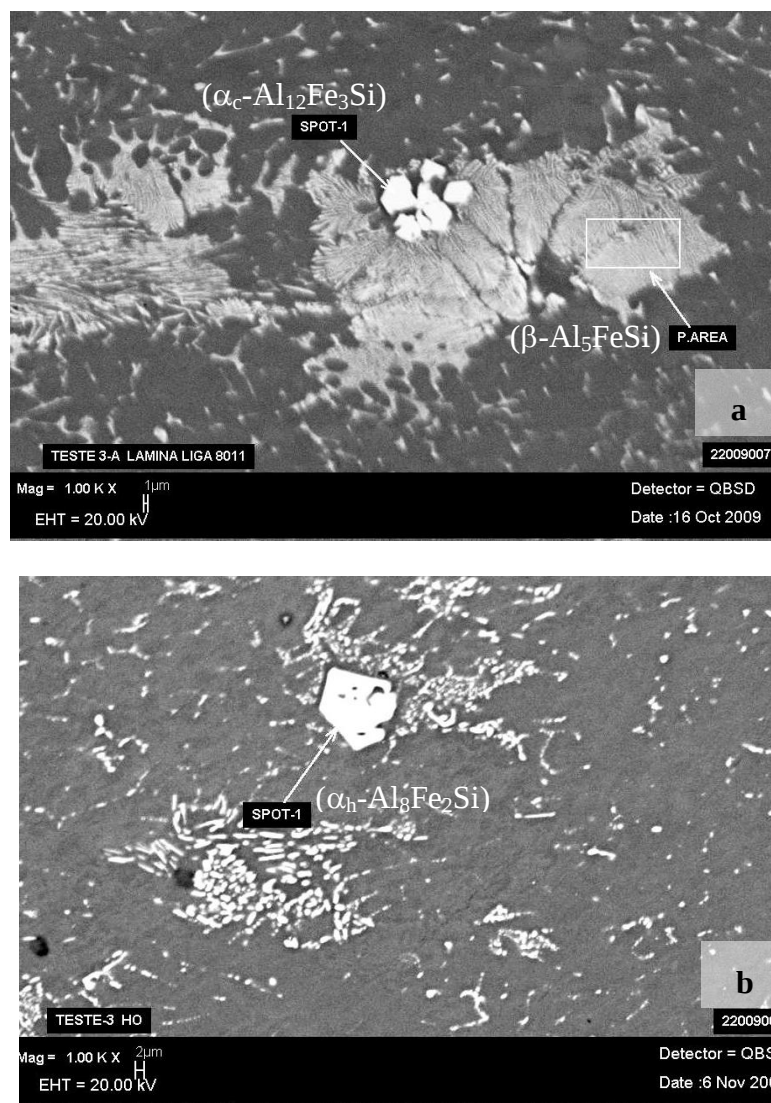


Figura 4.16 Teste 3. Ti 0, 025%; taxa de adição 1,4 kg/ton.; fator de restrição $Q = 14,7$.

A Fig.4.16 **a** e **b**, mostra que a taxa de adição do refinador 1,4 kg/ton. ainda não é capaz de suprimir a formação dos intermetálicos α_h e α_c grosseiros. Possivelmente, essa ineficácia poderá ser uma consequência da influência da energia de superfície ΔG_s , insuficiente para produzir o crescimento do raio crítico r_0 que favoreceria a supersaturação do soluto e manteria a instabilidade das flutuações estatísticas de composição química, retardando o crescimento dos núcleos. A partir da taxa de adição 2,7 kg/ton., Fig.4.18, observa-se que os intermetálicos α_h e α_c grosseiros foram definitivamente suprimidos e o tamanho dos grãos eutéticos foi reduzido da ordem de 60%. É importante observar que, para o fator de restrição Q deste experimento, o líquido encontrava-se no intervalo de maior estado de supersaturação na curva **GRF**, mostrada na Fig. 2.10. Nesse intervalo o crescimento do raio crítico r_0 mantém os

núcleos na condição de instabilidade, continuamente formando-se e dissolvendo-se, impedidos de crescimento.

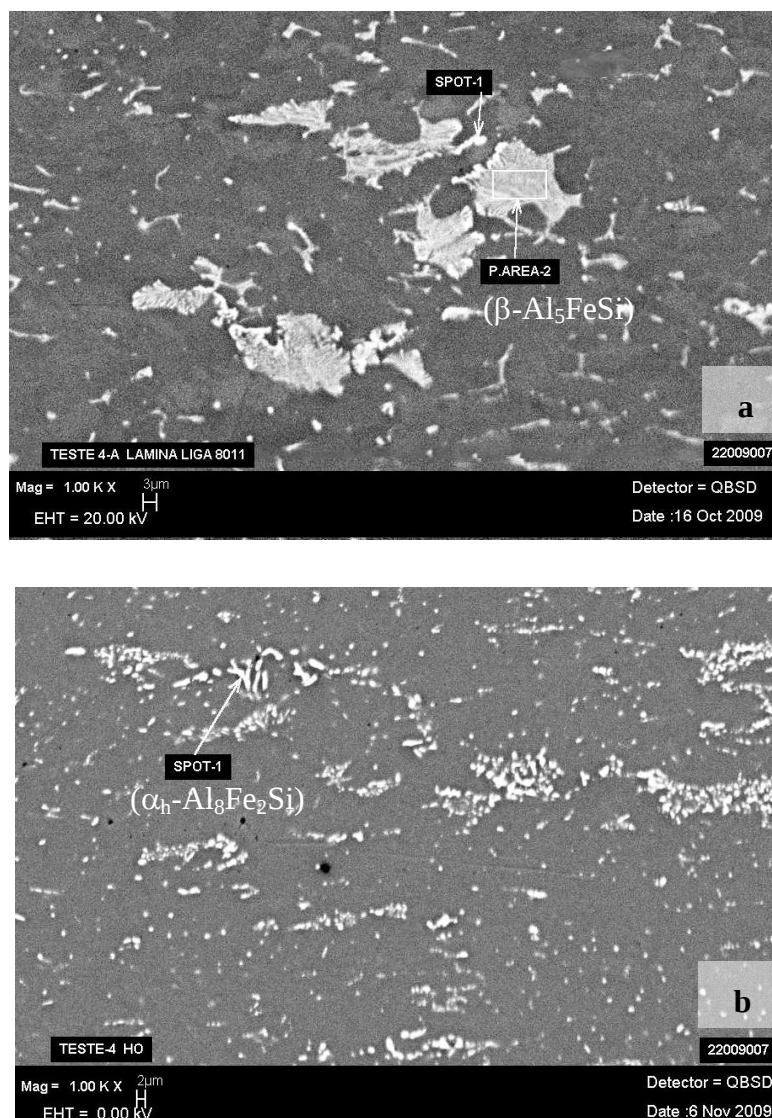


Figura 4.17 Teste 4. Teor de Ti 0,032%; taxa de adição 2,7 kg/ton.; fator de restrição $Q = 16,78$.

Conforme mostra a figura 4.11, a partir da taxa de adição suplementar de refinador 3,1 kg/ton., Fig. 4.17, observa-se uma leve inversão, da ordem de 6% na área de segregação β . O fenômeno mostra-se coerente com a curva Fig. 2.10, na qual, o efeito do Titânio é invertido a partir do fator de restrição $Q = 20$. Esse fator é uma função de vários elementos da composição da liga. Porém, o Titânio é destacado, porque, apresenta maior intensidade no fator $m(k_i-1)$ da Eq.2.2.

A partir de 4,0 kg/ton., Fig.4.20, a curva do fator de restrição Q assume um

comportamento crescente e em correlação com a curva da figura 2.10. Os núcleos de segregação voltaram a crescer bem como a quantidade de grãos eutético, indicando que o refinador perdeu eficácia de refino. Entretanto, essa perda de eficácia atribuída ao refinador de grão não se refletiu no crescimento da fase $\alpha_h(\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si})$. Essa inversão é mostrada na curva da Fig. 2.10. Segundo (STUCZYNSKI, 2003), uma das ações do refinador é aumentar o número de grãos a partir do líquido, cujo volume é aumentado pelo fator de restrição. A partir daí, aumenta a concentração de elementos do soluto, com tendência acentuada para a formação de grãos eutético β .

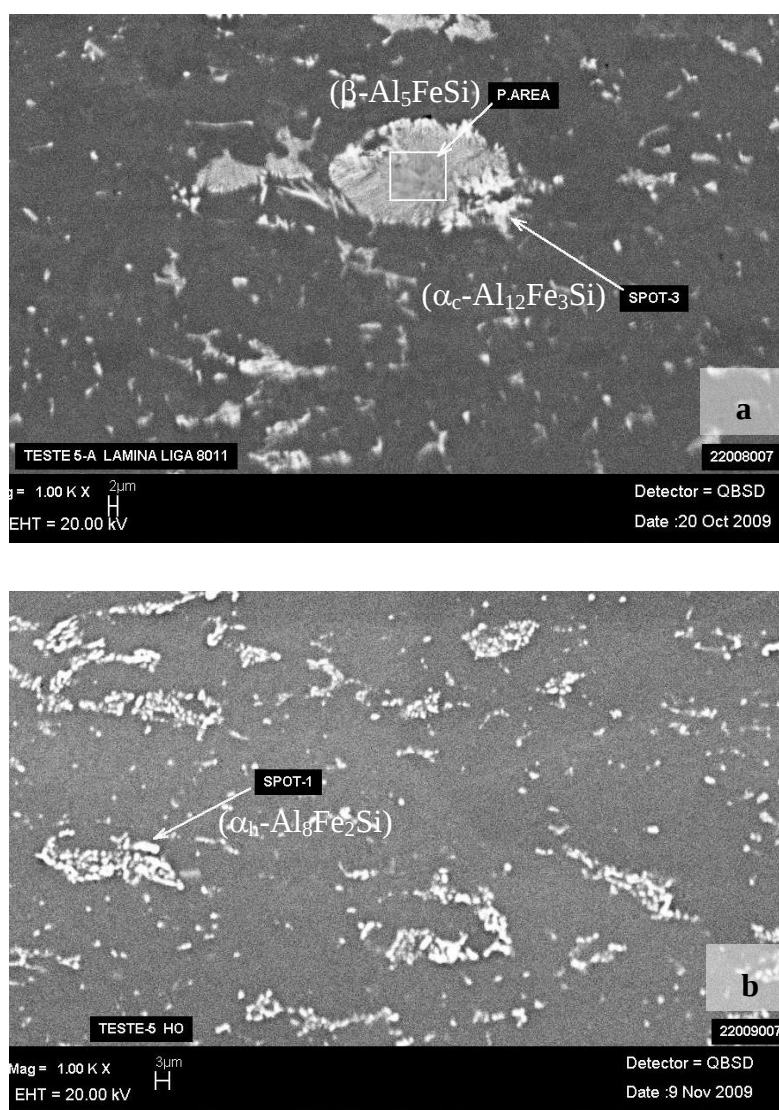


Figura 4.18 Teste 5. Teor de Ti 0,034%; taxa de adição 3,1 kg/ton.; fator de restrição $Q = 17,23$.

O crescimento do raio crítico r_0 proporcionado pelo aumento da energia de superfície

ΔG_s , em função do número das partículas de TiB_2 adicionadas, retarda a nucleação da fase α_h por falta de energia suficiente para a formação da nova fase, que não é espontânea. A dispersão dos elementos do soluto através da rede do contorno de grão impede o crescimento das flutuações estatísticas de composição α_h . De modo que no final da solidificação com ΔG_v tornando-se progressivamente mais negativo com a queda da temperatura e surgindo a condição $r > r_0$ para a formação do núcleo estável, a fase α_h manteve-se abaixo de 5 μm , mesmo nas zonas mais heterogêneas da chapa. Esse comportamento foi mantido até a taxa de 4,9 kg/ton., conforme mostram as Figs. 4.20 e 4.21.

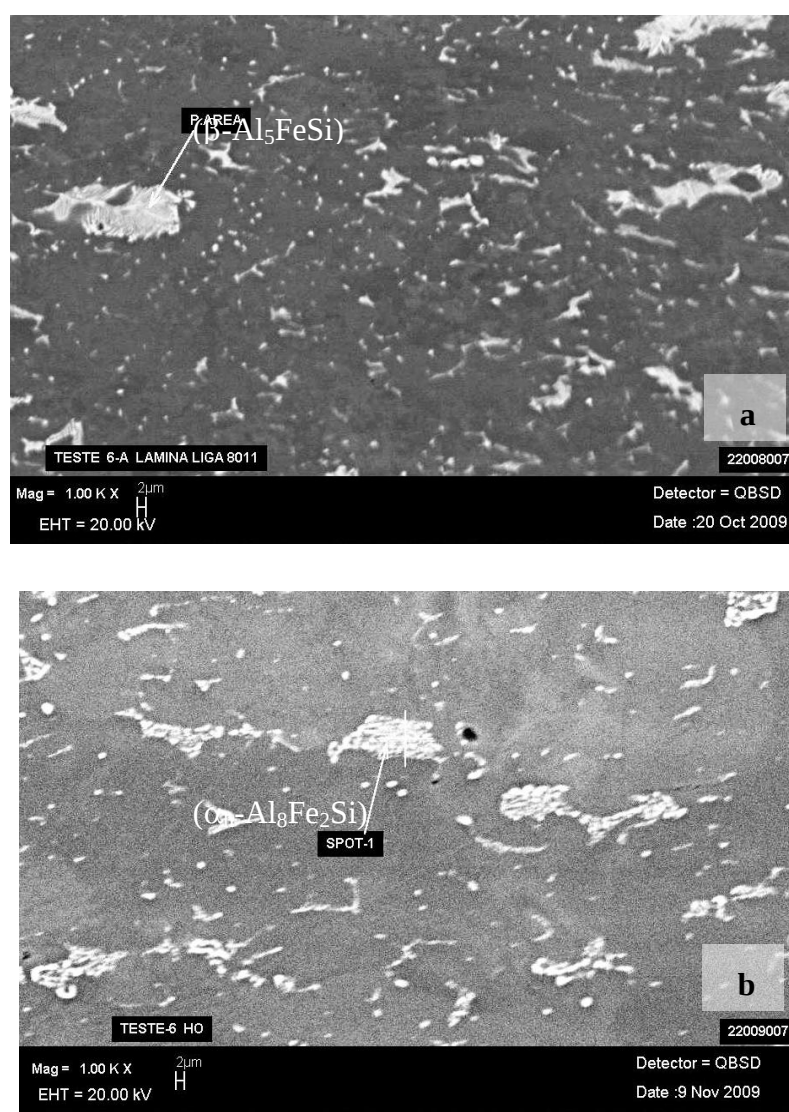


Figura 4.19 Teste 6. Teor de Ti 0,038%; taxa de adição 4,0 kg/ton.; fator de restrição $Q = 18,12$.

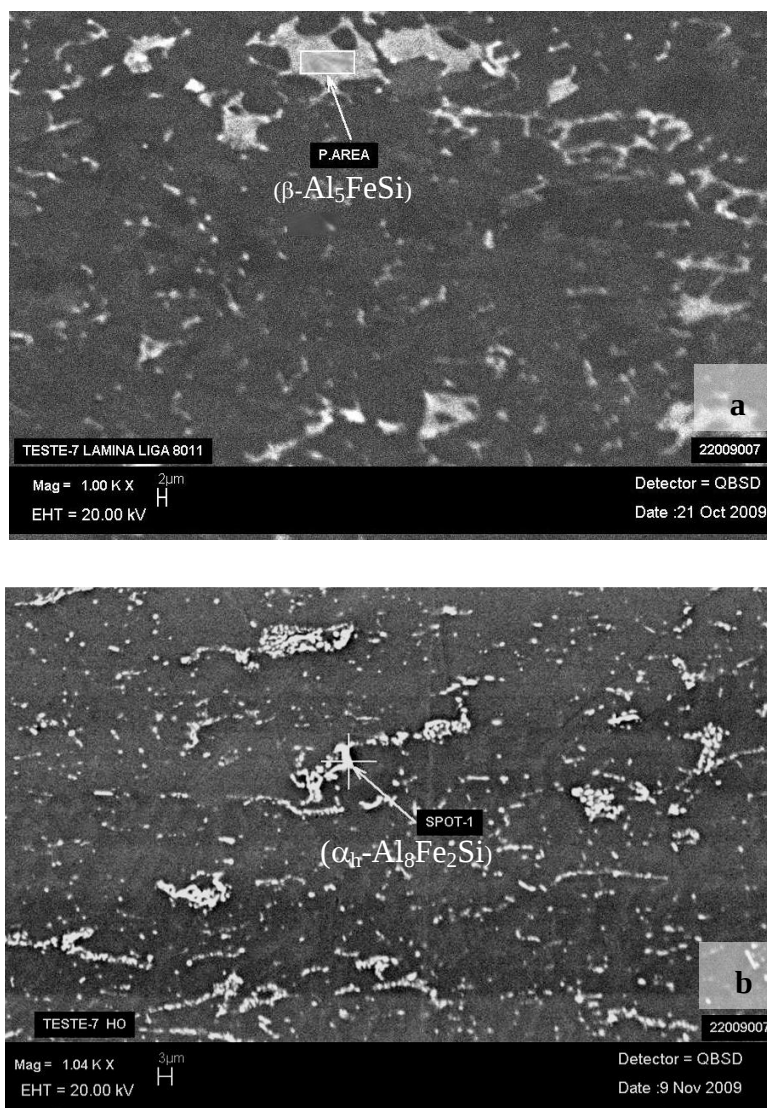


Figura 4.20 Teste 7. Teor de Ti 0,040%; taxa de adição 4,3 kg/ton.; fator de restrição $Q = 18,49$.

O aspecto microestrutural permanece estável e comparável a Fig. 4.19 do teste 6.

Da lâmina bruta de fusão, o formato da microestrutura e a morfologia foram mudados pelo recozimento conforme mostram as Figs. 4.16 a 4.21, as densas formações lamelares de fase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ metaestável da segregação interdendrítica, foram transformadas em zonas dispersas de α_h e mantiveram a heterogeneidade na linha ou plano central da lâmina. As partículas grosseiras de fases primárias α_h mantiveram intactos a morfologia e o tamanho até o teste 3, com taxa de adição 1,4kg/ton./(Ti 0,025%). A partir do teste 4, com taxas de adição do refinador 2,7kg/ton. (Ti 0,032%), as fases grosseiras desapareceram completamente da microestrutura, permanecendo apenas as heterogeneidades ou agrupamentos de partículas individuais de α hexagonal.

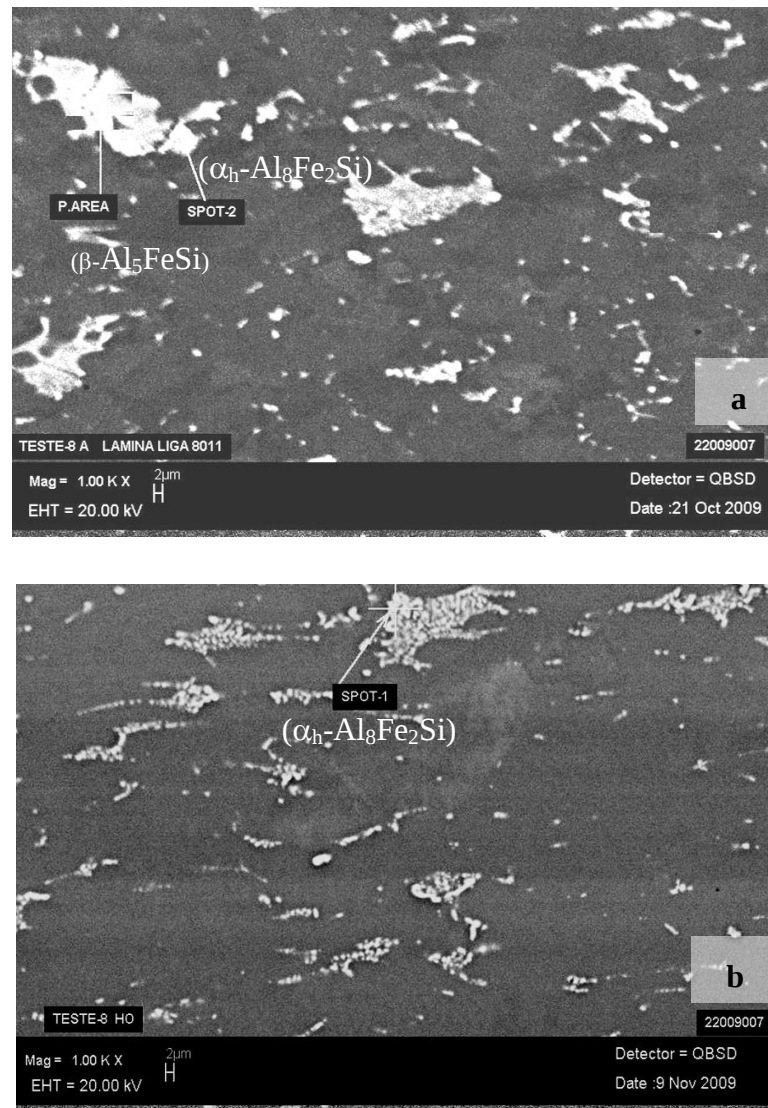


Figura 4.21 Teste 8. Ti 0, 043% (taxa de adição 4,9 kg/ton.)

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

- Mantendo-se constantes os parâmetros de fundição, a partir da taxa de adição do refinador 2,7 kg/ton, teor de Titânio 0,032% e fator de restrição do crescimento de grão Q maior que 16,7, a intensidade da segregação β -Al₅FeSi pode ser reduzida em até 57% e suprimir a formação de fases metaestáveis grosseiras α_h (Al₈Fe₂Si) maiores do que 5 μ m.
- Por oferecer o maior parâmetro de subfusão constitucional, o taxa adição do Titânio refinador exerce forte influência na morfologia e na intensidade da segregação no plano central da chapa. Após um recozimento a 560°C durante 03 horas, a microestrutura do material apresenta forte dispersão das fases (β -Al₅FeSi) que podem evoluir para α_h (Al₈Fe₂Si) devido ao coalescimento do β monoclinico.
- As fases α_h grosseiras formadas no intervalo com taxas abaixo de 2,7 kg/ton. de adição do refinador, mantêm-se inalteradas após o recozimento, dado que a energia de ativação é insuficiente para transformá-las nas temperaturas dos processos industriais.
- De acordo com os resultados obtidos, concluímos que o refinador AlTi5%B1% influencia na morfologia e no tamanho de fases AlFeSi da liga AA8011.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

6.1 Verificações do fenômeno do crescimento da área segregada para teores de titânio acima de 0,025% em consequência a aglomeração de TiB_2 devido a super população.

6.2 Verificar a influência taxa de adição do $TiBAl$ na morfologia e no tamanho de fases em outras ligas produzidas em TRC.

6.3 Molhamentos do refinador com a matriz de Alumínio em função do aumento da taxa de adição.

7 REFERÊNCIAS

ABDEL-HAMID, Ahmed A. **Effect of Other Elements on the Refinement of Al by Ti or Ti and B**. Department of Mining and Metallurgy. Faculty of Engineering. Assiut University, assiut. Egypt: Zeitschrift fur Metallkunde Eingegangem am 20, September 1988. Part I, p. 566-569; Part II, p. 643-647.

BACKERRUD, Lennart; VAINIK, Rein. **Method for Optimized Aluminum Grain Refinement**. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), Light Metals, 2001. p. 951-954.

BACKERUD, Lennart; HOLM BOETTCHER, John Courtenay; VAINIK, Rein. **Opticast – a method for optimized aluminum grain refinement**. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), Light Metals, 2004. p. 833-835.

BIROL Y.; GEBZE, Kocaeli, **Centerline segregation in a twin-roll cast AA8011 alloy**. ALUMINIUM, Strip Casting. 74: Jahrgang, 1998. p. 318-321.

CALLISTER, D.; WILLIAM, JR. **Materials Science and Engineering, An Introduction**. Ed. John Wiley: Sons, Inc.: 6th Ed., USA, 2003.

CHU, M.G. **Grain Refining Commercial Aluminum Wrought Alloys**. Alcoa Center: PA, USA. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Light Metals, 2002. p. 899-907.

CULLITY, B.D. **Elements of X-Ray Diffraction**, Addison-wesley Publishing Company. Inc, 2nd : Ed. Indiana-USA, 1978.

DAALAND, O.; ESPEDAL, A.B.; NEDREBERG, M.L.; ALVESTAD, I. **Thin Gauge Twin-Roll Casting, Process Capabilities and Product Quality**. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Light Metals, 1997, p. 745-752.

DIETER, G.E. Relações entre Tensão e Deformação para o Comportamento Elástico. In: DIETER, G.E. **Metalurgia Mecânica**. Rio de Janeiro: Ed. Guanabara, 1981. 52 p.

EASTON, M.A.; ST JOHN, D.H. **The Effect of Alloy Content on the Grain Refinement of Aluminium Alloys**. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Light Metals 2001.p. 927- 933.

EASTON, M.A.; ST JOHN, D.H.; ELIZABETH, S. **Reducing the Cost of Grain Refiner Additions to DC Casting**. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Light Metals 2004. p. 827-831.

ERTAN, Seda; DUNDAR, Murat; BIROL, Yucel. **The Effect of Casting Parameters on Twin Roll Cast Strip Microstructure**. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Light Metals 2000. p. 667-672.

FERREIRA, Ricardo; SANGUINETTI, Artur. **Conformação Plástica: fundamentos metalúrgicos e mecânicos** Recife: Ed. Universitária UFPE, 2006. 245 p.

_____. **Transformação de Fase: aspectos científicos e morfológicos**. Recife: Ed. Universitária UFPE, 2002. 296 p.

FLEMINGS MERTON, C. **Solidification Processing**. USA: McGraw-Hill Series in Materials Science and Engineering, 1974.

GRANGER, D.A. **Microstructure Control in Ingots of Aluminum Alloys with An Emphases on grain refinement**. USA: PA. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). Light Metals, 1998. p. 941-952.

_____. **Practical Aspect of Grain Refining Aluminum Alloys Melts**. International Seminar Thronheim. Norway,. Aug., 1985.

HUME-ROTHERY, W. **Estrutura das Ligas de Ferro**. São Paulo: Ed. Edgard Blucher Ltda: Ed. Língua inglesa, 1968. Pergamon Press Ltd.: Headington Hill Hall: Oxiford, 1966.

JOHNSSON, M.; BACKERRUD, L. **The Influence of Composition on Equiaxed Crystal Growth Mechanism and Grain Size in Aluminum Alloys**. Zeitschrift: Metallkunde, a.87, n.3, 1996. p. 216-220.

ANNE, L.D. **AlFeSi-particles in Commercial Pure Aluminium**. SINTEF Dept. of metallurgy. N 7034 Trondheim-NHT. Norway: Zeitschrift fur Metallkunde Eingegangem am 20. Sep., 198. p. 170-174.

LANKER, Marc Van Dr.Sc., Ir.C., Ir.E. **Metallurgy of Aluminium Alloys**. London: Ed. Chapman and Hall LTD, 1967.

LIMA, E.P.Rocha. **Estudo da Cinética de Recristalização da Liga de Alumínio AA8011 na Condição H18**. 80 f. Dissertação (Mestrado) Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2002

LIMA, H. Gomes. **Estudo do comportamento Mecânico da Liga de Alumínio AA8011 em Diferentes Sequências Termomecânicas**. 59 f. Dissertação (Mestrado) Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2005.

MCCARTNEY D. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 30A. 1999. p.1613-1623.

MONDOLFO, Lucio F. **Metallography of Aluminum Alloys**. New York: Ed. John Wiley & Sons, Inc., 1943.

MONTGOMERY Douglas C. **Design and Analysis of Experiments**. New York: Ed. John Wiley & Sons, Inc., 6th Ed., 2005.

NOVOSELOVA¹, T.; MALINOV, S.; SHA, W.; ZHECHEVA, A. High-temperature Synchrotron X-ray diffraction study of phases in a gamma TiAl alloy, **School of Civil Engineering, The Queen's University of Belfast**. UK.: *Belfast, BT7 1NN*, 2003.

PADILHA, A.F.; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de Análise Microestrutural**. São Paulo: Ed. Hemus, 1985.

PADILHA, Angelo Fernando. Mecânicas. **Materiais de engenharia**: Microestrutura e Propriedades. Curitiba – PR: Ed. Hemus S.A, 2000. p. 254-255.

REED-HILL, R.E. 2. ed. **Princípios de Metalurgia Física**. Rio de Janeiro- RJ: Guanabara Dois: 1982. p. 120-272.

SCHNEIDER, W.A.; QUESTED, T.E.; GREER, A.L.; COOPER, P.S. **A Comparison of the Family of AlTiB Refiners and Their Ability to Achieve a Fully Equiaxed Grain Structure in DC Casting**. *Light Metals* 2003. p. 953- 959.

SIGWORTH, G.K. **Fundamentals of Grain Refining in Aluminum Alloy Castings**. Pennsylvania: Cabot Corporation - Aluminum Master Alloys Division: P.O. Box 1462: Reading, 1960. p. 76-79. 1986.

STUART, R.; FISHER, Peter. **Recent Development Grain Refiner Thechnology**. Rotherdam England, The TMS: London Scandinavian Metallurgical Co Ltd, 1995. p. 249-259.

STUCZYNSKI,T.; LECH-GREGA, M. **Effect of Grain Refining on the type and Morphology of Intermetallic Phases in Unalloyed Aluminium**. Poland: Institute of Non-Ferrous Metals in Gliwice, Light Metals Division in Skawina, 32-050 Skawina, Pilsudskiego 19, TMS, 2003. p. 961-968

TANAKA, T.; ASAMI, S.; NISHITSUJI, K. Agglomeration and settlement of TiB₂ particles in molten Aluminium. **ALUMINIUM** 58. Tokyo Japan: Jahrg-10, 1982. p. 600-604.

WESTENGEN, H. Formation of Intermetallic Compounds During DC Casting of a Commercial Purity Al--Fe--Si Alloy. **Zeitschrift fur Metallkunde**, v. 73, n. 6, Jun. 1982, p. 360-368.

YANG, X.; HUNT, J.D.; EDMONDS, D.V. A Quantitative Study of Grain Structures in Twin-Roll Cast Aluminium Alloys. I. AA 1070. **Aluminium** (Germany), v. 69, n. 1, p. 65-71. Jan. 1993.

_____. **Grain Refinement of Twin-Roll Cast Aluminium Alloys**. Dept. of Materials, University of Oxford, Oxford, England, OX1, 3HP, Papers presented at the 3rd International Conference held at Norwegian Institute of Technology. Norway: Thronheim, 1993. p. 146.