

COMPORTAMENTO REOLÓGICO DA LIGA DE ALUMÍNIO 355 PROCESSADA POR ECAP

Zoqui, Eugênio J. zoqui@fem.unicamp.br

Gregolin, Alexandre gregolin.alexandre@gmail.com

Facchini, Christiano A. euchri@yahoo.com.br

Departamento de Engenharia de Fabricação – Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, Caixa Postal 6122, Campinas, CEP 13083-860, SP, Brasil.

Resumo. A Tixoconformação é uma tecnologia em desenvolvimento que processa materiais no estado semissólido. Os materiais apresentam comportamento não newtoniano e tixotrópico. A análise do comportamento viscoso do semissólido é fundamental para o desenvolvimento do processo. O propósito deste estudo é a análise do comportamento reológico da liga de alumínio 355 (Al-5wt%Si-1wt%Cu-0,6wt%Fe-0,4wt%Mg) após processamento via ECAP (Equal Channel Angular Pressing) pelo ensaio de compressão a quente, a comparando com a condição fundida. Ligas com este teor de silício não são adequadas ao refino químico. Desta forma, o trabalho avalia o efeito da deformação severa sobre o refino dos grãos e a posterior evolução morfológica da microestrutura quando a liga é aquecida ao estado pastoso. O material foi reaquecido até as temperaturas de 575°C e 595°C, para produzir as respectivas frações líquidas de 40% e 55%, e tratados isotermicamente por 60s para atingir a máxima globularização, condição ideal encontrada para o ensaio de compressão a quente. A expectativa é gerar comportamento reológico caracterizado pela baixa viscosidade suficiente a proporcionar excelente preenchimento de moldes e cavidades, com redução do número de defeitos na peça, com excelentes propriedades mecânicas. A tensão máxima obtida na condição por ECAP foi em torno de 1 MPa contra 4 MPa da condição fundida, o que corresponde à viscosidade na casa de $1,4 \cdot 10^5$ Pa.s bastante inferior à condição fundida ($11,5 \cdot 10^5$ Pa.s).

Palavras chave: Tixoconformação. Material Semissólido. Reologia. ECAP. Liga de Alumínio 355.

1. INTRODUÇÃO

A tixoconformação é conformação de ligas metálicas no estado semissólido, ou seja, quando existe uma mistura de fases sólida e líquida simultaneamente. Os materiais semissólidos possibilitam fabricar componentes *near-net-shape* (próximo a sua forma final) devido aos aspectos morfológico e reológico peculiares, controlados termodinamicamente. A tixoconformação demonstra vantagens em relação à fundição convencional e/ou conformação plástica, tais como da economia de energia, redução nas etapas de produção, aumento de produtividade e qualidade das peças (redução de defeitos como a porosidade). (Flemings, 1976, Flemings 1991).

Em dezembro de 1980 Laxmanan e Flemings, publicaram o primeiro trabalho completo a respeito da utilização dos ensaios de compressão a quente para a caracterização das pastas semissólidas. Equipamentos de compressão a quente têm sido usados na medição da viscosidade aparente dos semissólidos. Estes materiais apresentam comportamento de escoamento não newtoniano e tixotrópico (Atkinson, 2005). A liga metálica é conformada no estado pastoso, resultando em estrutura final não-dendrítica, que proporciona boas propriedades mecânicas. O objetivo principal deste trabalho é analisar a reologia da liga de alumínio 355 pelo ensaio de compressão a quente, após processá-la por ECAP. Estudos anteriores indicam excelente controle termodinâmico da liga (Brollo 2018, de Paula, 2018), porém dificuldade quanto à morfologia que não responde bem ao refino químico de grão, portanto o ECAP, que visa o refino de grão através de uma grande deformação plástica, pode vir a ser uma excelente alternativa na preparação das ligas tixoconformáveis.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A análise química da matéria-prima foi feita com o espectrômetro de emissão óptica modelo *Bill-Oes* (Anacom Científica), e para o preparo da liga 355 foi realizado o balanço de massa com ligas bases: A356, alumínio comercialmente puro (Al cp) e cobre comercialmente puro (Cu cp). O material foi fundido em forno poço resistivo com cadinho de SiC pré-isolado por QF180 e vazado em lingoteira refrigerada estanque com dimensões da cavidade 30 mm de diâmetro interno e 260 mm de comprimento, à temperatura de 651°C ($T_{liquidus} = 621^\circ\text{C}$). A vazão de água na refrigeração foi 35 l/min. Lingotes de 30 mm de diâmetro por 150 mm de comprimento foram processados via ECAP. A prensa hidráulica usada no ECAP tem capacidade de 50 toneladas e opera com a velocidade máxima de ~ 7 mm/s. A

matriz em aço H13 (temperado e revenido) é bipartida e seus dois canais cilíndricos tem 30 mm. Os dois canais formam ângulo de 120°. A matriz possui ainda um sistema externo de aquecimento, confeccionado por resistências elétricas. Ela foi aquecida até a temperatura de 150°C, para evitar recristalização do material.

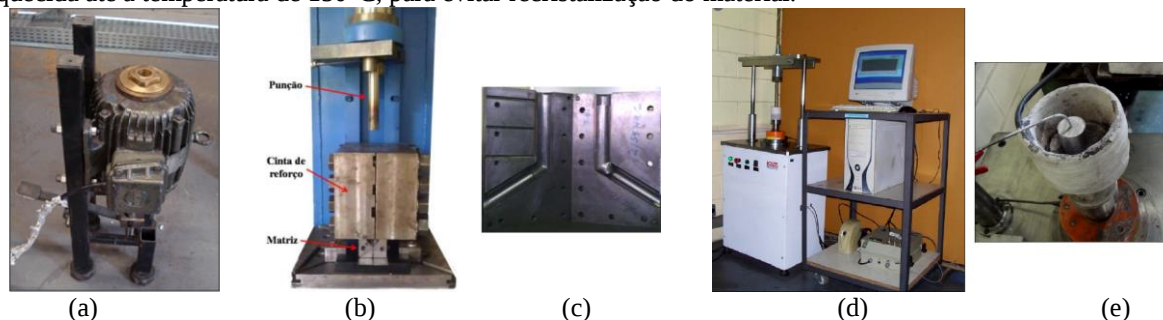


Figura 1: (a) Fotografia da lingoteira estanque; (b) arranjo experimental ECAP (punção e cinta de reforço da matriz); (c) matriz aberta para ECAP; (d) conjunto equipamento compressão a quente; (e) bobina indutiva e termopar tipo K.

A caracterização da temperatura de trabalho da liga 355 foi realizada em trabalho anterior pelos métodos da simulação computacional (*software* Thermo-Calc®) e ensaios de DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial). Os artigos recomendam trabalhar no estado semissólido entre 575 °C e 605 °C. A habilidade processar o material no estado tixotrópico, pode ser analisada através do intervalo de solidificação no uso do conceito de sensibilidade da fração líquida em função da temperatura (dF/dT) no interior da zona pastosa. As temperaturas escolhidas para trabalho foram de 575 °C e 595 °C, cujas sensibilidades são de 0.02 °C⁻¹ (Atkinson, 2005, de Paula, 2018 e Brollo, 2018).

O ensaio de compressão a quente que determina o comportamento viscoso da liga, foi feito em uma prensa da marca KALATEC, com capacidade de aplicação de carga de até 20 KN. As amostras são reaquecidas, mantidas no patamar das temperaturas por 60s e então comprimidas. A célula de carga acoplada ao equipamento mede a força aplicada e um mecanismo LVDT afere a variação de altura do êmbolo. O êmbolo avançou com velocidade nominal de 125 mm/s.

Um forno indutivo com capacidade de atingir temperatura de 1.200°C foi acoplado à máquina de compressão. A bobina indutiva apresenta dimensões de 85 mm de diâmetro e 75 mm de altura. As temperaturas de reaquecimento e o tempo de tratamento isotérmico são controlados por termopar tipo K *Cromel Alumel* acoplado ao sistema de controle do forno de indução. As amostras foram reaquecidas com taxa de aquecimento de 100 °C/min até as temperaturas de 575 °C e 595 °C, a fim de obter frações líquidas em torno de 40% e 55% respectivamente.

A caracterização macroestrutural foi executada com o ataque eletrolítico sobre a face das amostras lixadas e polidas, utilizando HBF₄ (Ácido Fluorbórico) em solução de 2%, tensão de 27,5V, corrente de 0,25A, com tempo de permanência de 300s sob agitação moderada e constante. O microscópio óptico de luz polarizada (Leica DM ILM) possibilitou medir o tamanho médio de grão (GS) por gerar imagens coloridas; já a caracterização microestrutural (metalografia convencional), sem o uso da luz polarizada, gera imagens em preto e branco do glóbulo primário (GLS) e possibilita o cálculo de sua circularidade média (Fator de Forma - SF). O tamanho médio de grão e o tamanho médio de glóbulo foram medidos pelo Método dos Interceptos de Heyn, regido pela norma ASTM E112 (ASTM, 1996). O fator de forma foi obtido via *software* ImageJ 1.5e. Este *software* realça os contornos de grãos da imagem, atribuindo valor que varia de 0 a 1 para cada contorno, no qual o valor 1 é aplicado ao contorno com formato circular perfeito.

O fator *Rheocast Quality Index* (RQI), foi desenvolvido por Zoqui (2001). Este fator correlaciona parâmetros morfológicos com os microestruturais, permitindo analisar a eficiência para o método de obtenção da matéria prima usada no processo da Tixoconformação. O cálculo do fator RQI é dado pela Eq. 1:

$$RQI = \frac{\text{Tamanho médio do glóbulo primário} \cdot \text{Fator de Forma}}{\text{Tamanho médio do grão}} = \frac{GLS \cdot SF}{GS} \quad (1)$$

O ensaio de compressão a quente entre placas paralelas é o método mais adotado e aceito como referência para a caracterização reológica (Laxmanan, 1980, Lashkari, 2007). Os dados de deslocamento e força do êmbolo são convertidos em deformação *versus* tensão. Na Equação 1, com a utilização de uma amostra cilíndrica de altura inicial (H_0 - mm) e diâmetro inicial (D_0 - mm), obtêm-se a deformação de engenharia (e - %) para um determinado tempo em compressão e altura instantânea (H - mm). A tensão (σ - MPa) em um determinado tempo (t - s) durante o ensaio será obtida conforme a Equação 3. As amostras durante o teste apresentam volume (V - mm³) constante, bem como, a área superficial entre as placas paralelas, é maior do que área da amostra após a etapa de deformação.

$$e = 1 \left(\frac{H}{H_0} \right) \quad (2)$$

$$\sigma = \frac{F H_0}{V} (1 - e) = \frac{F H}{V} \quad (3)$$

A viscosidade (μ - Pa.s) e a taxa de cisalhamento média ($\dot{\gamma}$ - s⁻¹) em função do tempo (t), propostas por Laxmanan e Flemings (1980), são obtidas conforme as Equações 4 e 5 respectivamente, considerando uma força aplicada (F - N) para a altura de deslocamento da mostra (h - mm).

$$\mu(t) = \frac{-2\pi h^5 F(t)}{3V^2 \left(\frac{dh}{dt} \right)} \quad (4)$$

$$\dot{\gamma} = \left(\frac{\sqrt{V}}{\pi}\right) \left(\frac{dh}{dt}\right) \left(\frac{1}{2H^{2.5}}\right) \quad (5)$$

Kang e colaboradores (1999) realizaram ensaios de compressão a quente usando liga A356 semissólida. Os ensaios possibilitaram traçar a curva tensão-deformação resultante, comparando-a com a curva tensão-deformação aplicada com o material no estado sólido (Fig. 2a). O comportamento esperado da liga no estado semissólido durante o ensaio de compressão a quente implica em aumento da tensão para que as partículas sólidas sejam desaglomeradas da estrutura (Fig 2a. A-B) seguido de grande deformação sob baixa tensão (Fig 2a. C-D) e expulsão do líquido com consequente contato das restantes partículas sólidas (Fig. 2a. D-E). Ensaio ilustrado pela Fig. 2b nas etapas F-G-H.

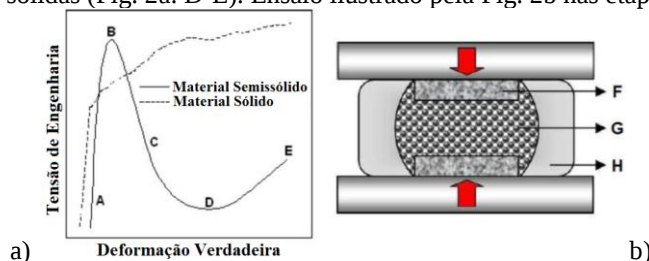


Figura 2 – (a) Curva típica tensão-deformação para materiais semissólidos e sólidos; (b) Esquema do ensaio de compressão a quente onde F é a região que concentra a parte sólida, G a região onde coexiste sólido-líquido e H a região onde ocorrerá a segregação de líquido (Adaptado de KANG *et al.*, 1999).

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O reaquecimento leva o lingote ao estado semissólido para obter a fração sólida desejada, garantindo a globularização das partículas, tornando-as esféricas. A Fusão Parcial Controlada (FPC) basicamente envolve o aquecimento do material a temperaturas superiores à temperatura *solidus* ($T_{solidus} = 505\text{ }^{\circ}\text{C}$), promovendo a fusão de fases com baixo ponto de fusão, assim como ocorre com as fases eutéticas das ligas hipoeutéticas e hipereutéticas.

O método ECAP que força a passagem do lingote através de uma matriz com canais angulares, deforma os grãos plasticamente, tornando-os alongados. O trabalho mecânico distorce os planos de deslizamento, fazendo com que uma parte da energia envolvida seja dissipada na forma de calor enquanto que a outra parcela menor fica armazenada no material, provocando equilíbrio metaestável. Durante o reaquecimento das amostras (diâmetro e altura de 30 mm) e tratamento isotérmico de 60s, ocorrem os mecanismos de recristalização, coalescimento e Ostwald Ripening. O reaquecimento funde a fase eutética presente nos contornos dos grãos ricos em alumínio, que tendem a globularizar naturalmente quando dispersos em meio líquido, devido ao fenômeno de redução da energia total do sistema. A forma geométrica globular é a que apresenta menor relação superfície/volume.

Neste estudo foram usadas três condições diferentes de lingotes, sendo uma condição de lingote apenas fundido e outras duas com lingotes sofrendo deformação por um passe no ECAP, para refino de grão. O trabalho de deformação plástica a frio no estado sólido armazena até 10% da energia (Czerwinski, 2018). A tensão acumulada é aliviada durante o reaquecimento, que atua como força motriz para a nucleação e crescimento dos grãos através da recristalização. Os contornos de grão são fundidos em temperaturas mais baixas (eutético) e o material atinge o estado semissólido. As partículas de mesmo tamanho podem se fundir para formar outras com maiores dimensões pelo fenômeno do coalescimento, já as partículas maiores em soluções saturadas, crescem incorporando partículas menores por difusão através do mecanismo de Ostwald Ripening (Zoqui, 1995).

A Figura 3 apresenta as imagens metalográficas coloridas retiradas de amostras ao longo do processo da tixotomografia. Na condição fundida (a) pode-se ver claramente a formação dendrítica irregular e grosseira. A macroestrutura por ECAP (b) apresenta estrutura dendrítica deformada e alongada. As imagens (c), (d) e (e) mostram as estruturas globulares formadas durante o reaquecimento dos ensaios de compressão a quente. Observa-se que os grãos da condição fundida ($f_l=55\%$; 595°C ; imagens (c)) são os maiores, seguidos pela condição ECAP ($f_l=55\%$; 595°C ; imagens (e)) e pela condição ECAP ($f_l=40\%$; 575°C ; imagens (d)), respectivamente. Os grãos da liga que sofreram ECAP ((d) e (e)) apresentam maior circularidade, comparados à condição fundida (c).

O material tixotrópico inicialmente em repouso sofre o aumento da tensão de cisalhamento (τ) até atingir o pico, quando as partículas sólidas são desaglomeradas, que provoca o efetivo escoamento da liga, assim, a tensão começa a diminuir gradualmente até alcançar seu valor de equilíbrio a dada taxa de cisalhamento ao longo do tempo. A tensão de cisalhamento aumenta com a taxa de cisalhamento para menores frações líquidas. Quanto maior a taxa de cisalhamento após o pico, menor a viscosidade de equilíbrio. A tensão de cisalhamento aumenta com a taxa de cisalhamento. Baixas frações líquidas resultam em aumento da viscosidade aparente da liga, assim como grãos mais grosseiros. A taxa de cisalhamento pode ser determinada de modo que a velocidade de escoamento varia em função da mudança de altura do corpo de prova (distância da superfície que provoca o cisalhamento). A velocidade de deslocamento reduzida do êmbolo tem o significado de um escoamento mais viscoso, portanto a taxa de cisalhamento fica reduzida. A figura 4 apresenta os gráficos *Tensão x Deformação* (a) e *Viscosidade Aparente x Taxa de Cisalhamento* (b), gerados com os dados do ensaio de compressão a quente. A tabela 1 sumariza a caracterização das amostras do processo.

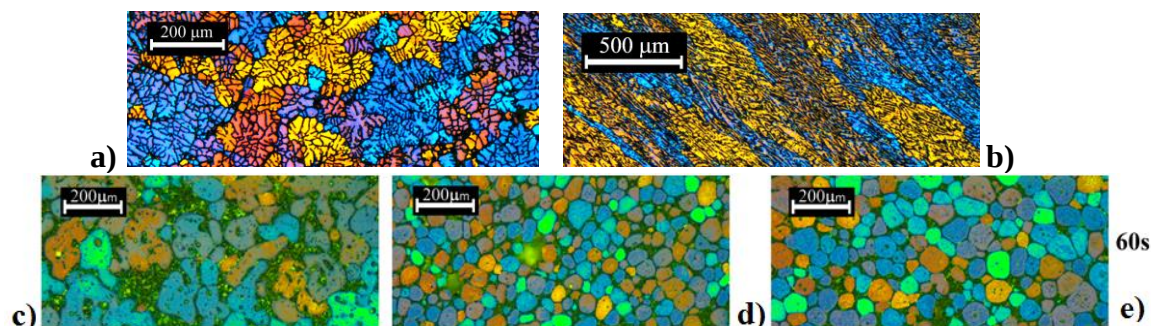


Figura 3. Macrografia polarizada das amostras na condição como fundido (a), após 1 passe pelo ECAP (b). Macros após ensaio de compressão a quente com o lingote (c) fundido, (d) ECAP ($fl=40\%$; 575°C) e (e) ECAP ($fl=55\%$; 595°C).

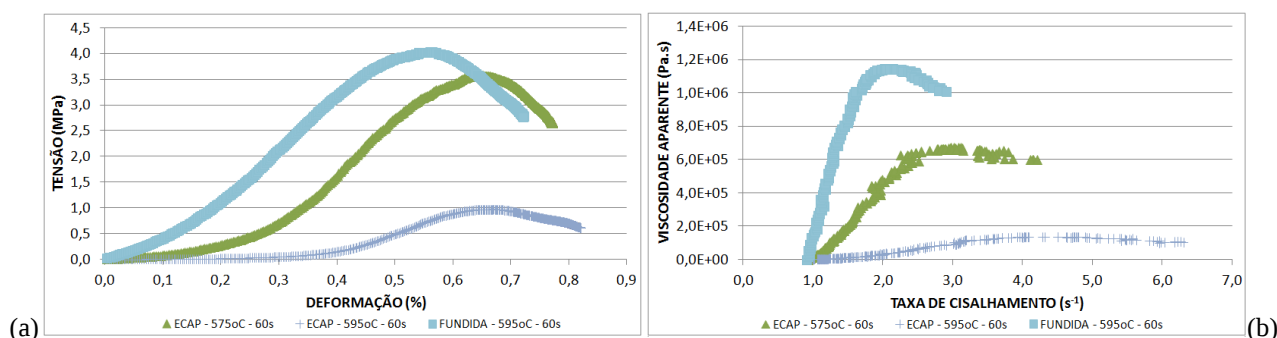


Figura 4 – (a) Curvas de Tensão *versus* Deformação; (b) Curvas de Viscosidade Aparente *versus* Taxa de Cisalhamento da liga 355 para os lingotes apenas fundido e por ECAP nas temperaturas de aquecimento de 575°C e 595°C .

Tabela 1. Tamanho médio de grão (GS), glóbulo (GLS), circularidade (SF), Rheocast Quality Index (RQI), fase eutética, viscosidade aparente e tensão máxima.

Condição	GS (μm)	GLS (μm)	SF	RQI	Fase Eutética %	Viscosidade Máxima (Pa.s)	Tensão Máxima (Mpa)
Fundida	162 $\pm$ 36	53 $\pm$ 12	0,34 $\pm$ 0,21	0,11	53 $\pm$ 1,6		
ECAP	164 $\pm$ 46	44 $\pm$ 18	0,22 $\pm$ 0,13	0,06	50 $\pm$ 2,3		
Lingote Fundido, Reaquecido à 595°C e $fl=55\%$	136 $\pm$ 22	121 $\pm$ 30	0,47 $\pm$ 0,16	0,42	36 $\pm$ 4,2	1,15E+06	4,04
Lingote Fundido, ECAP, Reaquecido à 575°C e $fl=40\%$	71 $\pm$ 9	49 $\pm$ 5	0,63 $\pm$ 0,18	0,44	30 $\pm$ 2,2	6,76E+05	3,58
Lingote Fundido, ECAP, Reaquecido à 595°C e $fl=55\%$	73 $\pm$ 10	50 $\pm$ 4	0,66 $\pm$ 0,18	0,45	33 $\pm$ 1,9	1,39E+05	0,98

As frações eutéticas diminuem com o reaquecimento das ligas, pois a concentração do silício aumenta por conta do processamento. O eutético da liga fundida apresenta maior espaçamento da fase, enquanto que nas ligas conformadas a quente, sua porcentagem de alumínio ($\pm 88\%$) na fase eutética ($\pm 12\%$) fica distribuída de modo mais concentrado em meio ao silício.

O processo de solidificação da liga 355 sem interferência no refino de grão produziu grãos com tamanho médio grosseiro, na ordem de $160\ \mu\text{m}$. Nota-se que os grãos do lingote fundido apresentam tamanho médio aproximado ao do lingote deformado por ECAP. Os reaquecimentos dos lingotes deformados promoveram a recrystalização de novos grãos de menor tamanho ($\pm 72\ \mu\text{m}$), a fusão da fase eutética e a natural globularização da fase rica em alumínio dispersa em meio líquido. O tamanho médio de grão da liga deformada por ECAP apresentou redução aproximada de 50% em relação à condição apenas fundida, após o ensaio de compressão a quente.

A estrutura do lingote fundido processado a alta temperatura ($fl=55\%$; 595°C), apresenta maior resistência ao escoamento (viscosidade) que os lingotes deformados pelo ECAP. No entanto, a amostra deformada por ECAP na condição ($fl=55\%$; 595°C), apresenta a maior facilidade de escoamento, alcançando tensão de cisalhamento e viscosidade aparente de $1\ \text{MPa}$ e $1,4 \cdot 10^5\ \text{Pa.s}$, respectivamente.

As ligas que apresentam menor tamanho médio de grão, mais circulares e suspensas em maiores frações líquidas, exibem menor viscosidade aparente. Desta forma, pode-se concluir que o processamento prévio via ECAP na produção de ligas de alumínio com alto teor de silício para posterior processamento no estado semissólido é boa alternativa de processo a despeito da inclusão de uma etapa de processo.

4. AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer às agências brasileiras de fomento à pesquisa (FAPESP), ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - PQ 304921 / 2017-3) e ao FAPESP (Programa de Pós-Graduação em Pesquisa do Estado de São Paulo - Projeto 2015 / 22143-3). CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil) - Código Financeiro 001) por fornecer suporte financeiro para este estudo.

5. REFERÊNCIAS

- Atkinson, H.V., 2005, "Modeling the Semi-solid Processing of Metallic Alloys", Progress in Materials Science, Vol. 50, pp. 341-412.
- Brollo, G.L., de Paula, L.C., Proni, C.T.W., Zoqui, E.J., 2018, Analysis of the thermodynamic behavior of A355 and B319 alloys using the differentiation method, Thermochimica Acta, 659, pp. 121-135.
- Camacho, A. Maciel, Atkinson, H.V., Kapranos, P., Argent, B.B., 2003, "Thermodynamic predictions of wrought alloy compositions amenable to semi-solid processing", Acta Materialia, Vol. 51, Issue 8, pp. 2319-2330.
- Czerwinski, Frank, 2018, "Thermomechanical Processing of Metal Feedstock for Semisolid Forming: A Review", Metallurgical and Materials Transactions B, pp. 10-17.
- Flemings, M.C., 1991, "Behavior of Metal Alloys in the Semi-solid State", Metallurgical Transactions A, Vol. 22A, pp. 957-981.
- Flemings, M.C., Riek, R.G., Young, K.P., 1976, "Rheocasting", Materials Science and Engineering, V. 25, pp. 103-117.
- Zoqui, E.J. Obtenção e Caracterização de Ligas Al-Si Reofundidas. 2001, 192p. Tese (Livre Docência) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- Zoqui, E.J., 1995, "Obtenção e Caracterização Mecânico – Metalúrgica da Liga Al-4,5wt%Cu no Estado Reofundido", Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- Laxmanan, V.; Flemings, M.C. Deformation of Semi-solid Sn-15%Pb Alloy. Metallurgical Transactions A, v.11A, p.1927-1937, 1980.

6. RESPONSABILIDADE AUTURAL

"Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho".

USE OF ECAP IN THE VISCOSE CONDITIONING OF THE ALUMINUM ALLOY 355 FOR THIXOFORMING

Zoqui, Eugênio J. zoqui@fem.unicamp.br

Gregolin, Alexandre gregolin.alexandre@gmail.com

Facchini, Christiano A. euchri@yahoo.com.br

Departamento de Engenharia de Fabricação – Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, Caixa Postal 6122, Campinas, CEP 13083-860, SP, Brasil.

Abstract. Thixoconformation is a technology in development that processes materials without semisolid state. The materials have non-Newtonian and thixotropic behavior. The viscous behavior analysis is semiological for the development of the process. The objective of this study is to analyze 355 (Al-5% Si-1% Cu-0.6% Fe-0.4% Mg) after processing via ECAP by the assay. of hot compression, compared to the melt. Alloys with this silicon content are not identical to chemical refining. In this way, the work was evaluated on the effect of grain refraction and a later morphological evolution of the microstructure. The material was reheated to temperatures of 575°C and 595°C, to produce the 40% and 55% liquid fractions, and isothermally the 60s to achieve maximal globalization, ideally collected for the hot compression assay. The behavior of the temperature sensor has been characterized by the low viscosity of the filling of molds and cavities, with the reduction of the number of defects in the part, with the advantage of mechanical properties. The base was calculated for the first time based on the value of 1 MPa against the melt rate, relative to the house viscosity of $1.4 \cdot 10^5$ Pa.s lower than the melt organization ($11.5 \cdot 10^5$ Pa.s).

Keywords: Thixoforming. Semi-solid material. Rheology. ECAP. 355 Aluminum Alloy.

RESPONSIBILITY NOTICE

"The authors are the only responsible for the content of this paper."