

Universidade do Minho

Escola de Engenharia

Joana Isabel Machado Oliveira

Caracterização microestrutural da liga $AlSi9Cu3$ obtida por fundição assistida por ultrassons

Dissertação de Mestrado

Ciclo de Estudos Integrados Conducentes ao Grau de Mestre em Engenharia de Materiais

Trabalho efetuado sob a orientação de:

Doutor José Joaquim Carneiro Barbosa

Doutor Hélder de Jesus Fernandes Puga

AGRADECIMENTOS

Após a realização deste trabalho, não posso deixar de agradecer ao Professor Hélder Puga por toda a orientação, confiança e disponibilidade que sempre me dedicou ao longo deste trabalho, mas também por todas as recomendações e sugestões que contribuíram muito para o meu desenvolvimento intelectual. Ao Professor Joaquim Barbosa agradeço também toda a dedicação e sugestões facultadas ao longo deste trabalho, sem as quais não seria possível a sua conclusão.

Ao Miguel Abreu, do Departamento de Engenharia Mecânica, agradeço toda a disponibilidade e simpatia demonstradas e toda a ajuda prestada, que foi valiosa para a realização prática deste trabalho.

Ao Rui Rocha, do CEMUP, e à Edith Ariza e Cláudia Mota, do SEMAT, agradeço toda a ajuda e paciência demonstradas na obtenção de imagens de EBSD e no esclarecimento de dúvidas relativas às análises de SEM e XRD.

Aos meus amigos e namorado agradeço toda a amizade e incentivo demonstrado e por me fazerem acreditar que o trabalho seria bem-sucedido.

Aos meus colegas de laboratório agradeço todas as sugestões dadas, que levaram a um melhor desenvolvimento do trabalho prático e que em muito contribuíram para superar as dificuldades que foram surgindo.

Por fim, agradeço ainda aos meus pais, à minha irmã e aos meus tios pela paciência e apoio incondicional, que foi muito importante para que este trabalho chegasse a bom porto.

RESUMO

As ligas de alumínio são das mais usadas na indústria da fundição, na medida em que aliam boas propriedades como baixa massa volúmica, elevada resistência à corrosão e elevada resistência específica, o que as torna indicadas para aplicações diversas, em diferentes setores, onde se destaca aeronáutica e indústria automóvel. Contudo, em condições normais de processamento, nem sempre se consegue alcançar as melhores propriedades para os componentes a produzir. Deste modo, a obtenção de fundidos de elevada qualidade é um aspeto que tem cada vez mais importância na indústria da fundição.

Os parâmetros microestruturais que mais influenciam as propriedades das ligas Al-Si são o tipo de estrutura e tamanho apresentado pela fase α -Al, a morfologia do silício eutético e também o tipo e morfologia dos intermetálicos formados. As formas mais comuns de melhorar as propriedades mecânicas dos componentes a produzir são através da adição de elementos que promovem a afinação da estrutura e modificação da morfologia do silício. Contudo, nos últimos anos, a aplicação de vibrações ultrassónicas ao metal líquido surgiu como uma forma eficaz de promover afinação e modificação da estrutura, tendo vindo a ser alvo de estudos o efeito da sua aplicação nos compostos intermetálicos.

O objetivo do presente trabalho prende-se na avaliação do efeito que a aplicação de vibrações ultrassónicas ao metal líquido tem no tipo de intermetálicos formados, bem como na estrutura apresentada pela fase α -Al. A técnica de EBSD surge como um poderoso elemento de avaliação dos parâmetros cristalográficos das diferentes fases formadas, pretendendo-se assim obter estas informações relativas às diferentes fases formadas para condições de processamento distintas. Durante este trabalho foram também realizadas análises térmicas, de forma a se verificar qual o efeito que o processamento por ultrassons tem nos parâmetros de solidificação.

A partir das técnicas de análise utilizadas verificou-se que o processamento por ultrassons promove a formação de estruturas não dendríticas, causando também uma alteração da morfologia dos compostos intermetálicos. O processamento do metal líquido por ultrassons pode então causar nucleação, fragmentação ou combinação dos efeitos de nucleação e fragmentação destes compostos.

ABSTRACT

The Al-Si alloys are the most used in the foundry industry since they combine good properties such as low density, high corrosion resistance and high specific strength, which make them the best choice for several applications, such as aerospace and automotive industries. However, in normal processing conditions, the produced components not always possesses the pretended properties. Thus, obtaining high quality castings is an issue of big importance.

The microstructural parameters that most affect the properties of Al-Si alloys are the type of structure and size of α -Al phase, the morphology of eutectic silicon and the morphology of intermetallic compounds. To improve the mechanical properties of the components are commonly added to the melt elements that promote the refining of structure or change the morphology of eutectic silicon. However, in the last few years the application of ultrasonic vibration to the molten metal has gaining some importance since it's an effective technique in promote the refinement of structure and is also capable of changing the morphology of silicon. Their effect in the intermetallic compounds is already been studied by several researchers.

The aim of this work is the evaluation of the effect that application of ultrasonic vibration to the melt has in the type of intermetallic compounds formed, as well as in the structure of α -Al phase. The EBSD technique is a powerful method to determine the crystallographic parameters of each phase and with it is pretended to analyse the main difference between the phases formed during the cooling. In this work was also performed cooling curve thermal analysis in order to verify the effect that ultrasonic vibration has on the critical solidification temperatures.

In general was observed that the usage of ultrasonic treatment promotes the formation of non-dendritic structures and also changes the morphology of intermetallic compounds. This treatment can cause the nucleation, fragmentation or a combination between nucleation and fragmentation of these compounds.

ÍNDICE DE CONTEÚDOS

DECLARAÇÃO.....	ii
AGRADECIMENTOS	i
RESUMO	iii
ABSTRACT.....	v
ÍNDICE DE CONTEÚDOS	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	ix
ÍNDICE DE TABELAS.....	xiii
CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO.....	1
CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 Ligas Alumínio-Silício.....	5
2.2 Controlo microestrutural de ligas Al-Si	8
2.2.1 Uso de afinação e modificação para controlo microestrutural	10
2.2.2 Aplicação de vibrações ultrassónicas para controlo microestrutural	12
2.3 Compostos intermetálicos complexos.....	14
2.4 Difração de elétrões retrodifundidos	19
2.5 Análise térmica	27
CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	31
3.1 Materiais	31
3.2 Técnicas experimentais.....	34
3.2.1 Preparação metalográfica	34
3.2.2 Caracterização microestrutural	35
3.2.3 Caracterização térmica.....	37
3.2.4 Caracterização mecânica.....	42
CAPÍTULO 4 – APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DE RESULTADOS	43
4.1 Caracterização microestrutural da liga AlSi9Cu3.....	43
4.1.1 Amostras produzidas em cadinho de SiC	43
4.1.2 Amostras produzidas em moldação de aço	51
4.2 Caracterização morfológica dos intermetálicos	55
4.2.1 Amostras produzidas em cadinho de SiC	55

4.2.2	Amostras produzidas em moldação de aço	59
4.3	Fases formadas e suas características	61
4.3.1	Análises de EDS	62
4.3.2	Análises de XRD	65
4.3.3	Análises de EBSD	68
4.4	Caracterização mecânica das diferentes fases da liga AlSi9Cu3.....	71
4.5	Avaliação da velocidade de arrefecimento	73
4.5.1	Análises térmicas	73
4.5.2	Análises de DSC.....	80
4.6	Efeito da aplicação de vibrações ultrassônicas nos intermetálicos.....	82
CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES.....		89
5.1	Considerações finais e perspectivas de trabalhos futuros	91
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....		93
ANEXO I – CURVAS DE ARREFECIMENTO E SUAS DERIVADAS		101

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO 2

- Fig. 2.1 – Modos de solidificação eutética em ligas Al-Si..... 12
- Fig. 2.2 – Morfologias típicas de alguns intermetálicos de ferro presentes numa liga Al-5%Si-1%Cu-0,5%Mg-(Fe): (1) placas da fase β -Al₃FeSi, (2) fase α -Al₃Fe₂Si, na forma de escrita chinesa, (3) fase π , na forma de escrita chinesa..... 18
- Fig. 2.3 – Configuração de um sistema de EBSD e principais parâmetros geométricos. 21
- Fig. 2.4 – Padrões de *Kikuchi*: (a) num monocristal de Si, (b) numa amostra de cobre 22
- Fig. 2.5 – Detecção das bandas de *Kikuchi* a partir da transformada de *Hough*: (a) espaço de *Hough*, (b) reconstrução da banda detetada a partir do espaço de *Hough* 23
- Fig. 2.6 – Microestrutura da liga A319 não modificada: (a) imagem SEM, (b) mapa cristalográfico de EBSD da respetiva região da amostra..... 26

CAPÍTULO 3

- Fig. 3.1 – Forno de resistências utilizado na fusão da liga AlSi9Cu3(Fe). 31
- Fig. 3.2 – Representação esquemática da montagem experimental. 33
- Fig. 3.3 – Curva de arrefecimento, primeira derivada e principais parâmetros de solidificação, para uma liga 319 (AlSi6Cu3)..... 41
- Fig. 3.4 – Curva de arrefecimento, primeira derivada e parâmetros críticos de solidificação relativos à zona de *liquidus*, para uma liga 319.. 41

CAPÍTULO 4

- Fig. 4.1 – Microestruturas das amostras *as cast* produzidas em cadinho de SiC, relativas à Zona de análise 1, para diferentes temperaturas de pré-aquecimento. 44

Fig. 4.2– Microestruturas das amostras <i>as cast</i> produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C, obtidas em diferentes zonas da amostra.....	46
Fig. 4.3 – Microestruturas obtidas para as amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 600 °C, processadas com US em diferentes intervalos de temperatura.....	47
Fig. 4.4 – Microestruturas obtidas para as amostras processadas com US em diferentes intervalos de temperatura, obtidas com uma maior ampliação.....	48
Fig. 4.5 – Microestrutura da amostra produzida em cadinho de SiC, pré-aquecido a 400 °C, e processada com US no intervalo 700-585 °C.	48
Fig. 4.6 – Microestrutura da amostra produzida em cadinho de SiC, à temperatura ambiente, e processada com US no intervalo 700-585 °C.	49
Fig. 4.7 – Microestruturas obtidas para as amostras produzidas em moldação de aço, com diferentes condições de processamento.....	52
Fig. 4.8 – Imagem SEM dos diferentes tipos de intermetálicos existentes na amostra <i>as cast</i> , produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C	55
Fig. 4.9 – Morfologia detalhada dos intermetálicos presentes na amostra <i>as cast</i> , produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.....	56
Fig. 4.10 – Esquema representativo do processo de solidificação de uma liga Al-Si-Cu-(Fe), com um teor de 0,25wt.% Mn.....	57
Fig. 4.11 – Imagem SEM da morfologia dos intermetálicos presentes na amostra tratada por US, quando produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.....	58
Fig. 4.12 – Morfologia típica dos intermetálicos existentes na amostra tratada por US, quando produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.	58
Fig. 4.13 – Imagem SEM 3D da morfologia dos intermetálicos presentes na amostra <i>as cast</i> , quando produzida em moldação de aço.	59

Fig. 4.14 – Imagem SEM da morfologia tridimensional dos intermetálicos (Z3) existentes nas amostras produzidas em moldação de aço e tratadas com US.	60
Fig. 4.15 – Espectros de EDS relativos aos elementos presentes na composição química dos intermetálicos existentes nas amostras produzidas.	63
Fig. 4.16 – Espectros de XRD obtidos para as amostras processadas em cadinho de SiC, pré-aquecido a 400 °C.	66
Fig. 4.17 – Resultados de EBSD obtidos para análise pontual da amostra <i>as cast.</i>	70
Fig. 4.18 – Resultados de EBSD obtidos para a análise pontual da amostra processada com US. ...	71
Fig. 4.19 – Curvas de arrefecimento obtidas para as amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a diferentes temperaturas.	74
Fig. 4.20 – Curvas de arrefecimento obtidas para as amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a diferentes temperaturas, na zona relativa ao patamar de afinação.	75
Fig. 4.21 – Curvas de DSC obtidas para as amostras <i>as cast</i> e processadas com US, produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.	81
Fig. 4.22 – Imagem detalhada de intermetálicos do tipo α -Al(Fe,Mn)Si presentes na amostra tratada por US e produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.	83
Fig. 4.23 – Compostos intermetálicos presentes nas amostras produzidas em moldação de aço processadas com US.	85
Fig. 4.24 – Representação esquemática do tipo de processamento a utilizar para obtenção de fundidos com melhor qualidade.	86
 <u>ANEXO I</u>	
Fig. A. 1 – Curva de arrefecimento e respectivas derivadas obtidas para a amostra <i>as cast</i> , produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 600 °C.	101

Fig. A. 2 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a tratada por US até 585 °C, produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 600 °C.	102
Fig. A. 3 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a amostra processada com US até 565 °C, produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 600 °C.	102
Fig. A. 4 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a amostra <i>as cast</i> , produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.	102
Fig. A. 5 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a amostra processada com US até 585 °C, produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.	102
Fig. A. 6 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a amostra <i>as cast</i> , produzida em cadinho de SiC à temperatura ambiente.....	102
Fig. A. 7 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a amostra processada com US até 585 °C, produzida em cadinho de SiC à temperatura ambiente.	102

ÍNDICE DE TABELAS

CAPÍTULO 2

Tabela 2.1 – Principais reações que ocorrem durante a solidificação de ligas Al-Si-Cu..... 8

CAPÍTULO 3

Tabela 3.1 – Composição química da liga a usar, em percentagem de peso (%wt.). 31

Tabela 3.2 – Resumo das condições experimentais usadas na produção das amostras. 34

Tabela 3.3 - Parâmetros característicos do processo de solidificação e respectivas abreviações. 40

CAPÍTULO 4

Tabela 4.1 – Tamanho médio de grão obtido para as diferentes amostras produzidas em cadinho de SiC, relativamente às duas zonas de análise 50

Tabela 4.2 – Tamanho médio de grão relativos às amostras produzidas em moldação de aço. 53

Tabela 4.3 – Composição química das diferentes zonas identificadas nas amostras produzidas. 64

Tabela 4.4 – Microdurezas obtidas para as amostras *as cast* e processadas por US. 72

Tabela 4.5 – Parâmetros de solidificação, para as diferentes amostras produzidas, relativos ao patamar de formação da fase α (patamar de afinação)..... 76

Tabela 4.6 – Parâmetros de solidificação, relativos ao patamar de formação do silício eutético (patamar de modificação). 78

Tabela 4.7 – Parâmetros de solidificação, relativos à formação da fase de cobre. 80

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

O facto de o alumínio ser o segundo metal mais abundante no planeta permitiu que se tornasse economicamente competitivo em aplicações de engenharia desde o final do século XIX [1]. No início do século XX, a aplicação do alumínio de fundição estava limitada a objetos decorativos e utensílios de cozinha. Contudo, após a 2ª Guerra Mundial, houve uma forte expansão a nível industrial da produção de componentes em alumínio fundido. A possibilidade de incorporação de diversos elementos no metal líquido permitiu a criação de ligas com propriedades distintas e o processo de fundição de alumínio foi implementado de forma a combinar-se para estender o intervalo de aplicações comerciais e tecnológicas. A crise energética que se viveu na década de 70 levou à aplicação de componentes em alumínio fundido nos veículos automóveis, principalmente devido à ótima razão resistência/peso que apresentam [2].

A grande vantagem que o alumínio possui e que permitiu a sua vasta aplicação na área da fundição é a sua baixa massa volúmica, cerca de $2,7 \text{ g/cm}^3$, o que é aproximadamente um terço da apresentada pelo aço ($7,83 \text{ g/cm}^3$). Além disso, apresenta excelente resistência à corrosão em diversos ambientes, ótima condutividade térmica e elétrica e boas propriedades mecânicas [1]. O facto de o alumínio permitir a adição de diversos elementos à sua composição torna-o muito versátil, o que conduziu desenvolvimento de mais de 300 composições distintas. Os elementos mais frequentemente adicionados como elementos de liga são o cobre, o magnésio, o zinco, o manganês, o ferro, o níquel, o estanho e o titânio. Uma vez que a solubilidade destes no estado sólido no alumínio é variável, alguns são adicionados com o objetivo de tornarem a liga mais dura através de precipitação por solução sólida, enquanto outros são adicionados para promoverem a formação de compostos intermetálicos desejados [1, 2]. As boas propriedades que o alumínio apresenta, combinadas com a possibilidade de adição de certos elementos, tornam-no a ele e às suas ligas uma opção economicamente rentável para uma vasta gama de aplicações [1].

As ligas de alumínio dividem-se em duas classes distintas: as ligas de fundição e as ligas de trabalho mecânico. Há diversos sistemas de nomenclatura para as ligas de fundição, contudo o mais comumente usado é o da *Aluminium Association* (AA) [1]. Estas ligas são então caracterizadas por apresentarem baixa massa volúmica, a qual pode variar de acordo com o elemento de liga maioritário que possuem, ponto de fusão relativamente baixo, baixa solubilidade a gases, exceto ao hidrogénio,

boa capacidade de serem maquinadas e bom acabamento superficial. Tal como o alumínio puro, estas ligas também apresentam elevada resistência à corrosão e elevada condutividade térmica e elétrica. As propriedades mecânicas destas ligas podem ser aumentadas através da realização de tratamentos térmicos, em ligas que permitam a sua realização [2]. As ligas de fundição para uso generalizado são selecionadas de acordo com as propriedades pretendidas para a aplicação, como facilidade de maquinagem, resistência à corrosão, dureza ou propriedades mecânicas. Ligas que vão ser utilizadas em aplicações específicas, como na indústria aeronáutica ou aeroespacial, são selecionadas de acordo com as propriedades únicas que apresentam, tais como, elevada resistência à temperatura ou baixo coeficiente de expansão térmica [2].

O facto de um material apresentar boas propriedades mecânicas é muitas vezes um requisito essencial para que possa ser utilizado em determinada aplicação. Deste modo, a análise das suas propriedades físicas, químicas e mecânicas é de grande importância. A partir da análise microestrutural é possível obter-se informações sobre as propriedades acima mencionadas, bem como, sobre as características da superfície do material e as transformações de fase que nele ocorreram [3]. Atualmente existem diversas técnicas de análise microestrutural que fornecem diferentes informações, sendo as mais comuns as que permitem a análise da morfologia e topografia da amostra e da composição química. Contudo, nem sempre a partir da composição química da amostra se obtém informações suficientes sobre as fases presentes numa dada amostra, sendo também necessário determinar a estrutura cristalográfica da fase em questão para que estas possam ser corretamente identificadas, o que torna essencial recorrer-se a análises de difração de raios-X (XRD) ou de difração de elétrons retrodifundidos (EBSD). No entanto, estas técnicas têm algumas desvantagens associadas, como a dificuldade de análise em sistemas texturados, o elevado custo apresentado por estas técnicas e a necessidade de uma excelente preparação superficial das amostras, no caso das análises de EBSD, o que faz com que não sejam muito frequentemente utilizadas [4].

A difração de elétrons retrodifundidos (EBSD) é uma técnica de caracterização estrutural de materiais, que está acoplada a um microscópio eletrónico de varrimento, e baseia-se na aquisição de padrões de difração originados na amostra em estudo, devido à incidência de um feixe de elétrons desse microscópio [5, 6]. Este tipo de análises fornece informações sobre a estrutura cristalográfica e sobre a orientação local das regiões cristalinas, permitindo ainda correlacionar a análise da estrutura

cristalográfica com a informação morfológica e composição química da amostra [4, 6]. Esta técnica permite ainda determinar a orientação dos diferentes grãos de forma individual, a microtextura local, características sobre as fronteiras de grão, bem como a determinação do tamanho de grão [7], podendo ser aplicada a uma grande variedade de materiais, onde se incluem metais e ligas metálicas, minerais, materiais cerâmicos e também semicondutores [8]. Venables & Harland, na década de 70, foram os primeiros a utilizarem esta técnica, num microscópio eletrónico de varrimento. Desde então, foram desenvolvidos sistemas automáticos de análise de EBSD para uma rápida caracterização microestrutural, onde se incluem os mapas cristalográficos das superfícies analisadas [9].

Apesar da microscopia ótica ser a técnica mais utilizada na avaliação microestrutural de componentes produzidos sob diferentes condições de processamento ou solidificação, as análises térmicas têm surgido cada vez mais como um método para determinação do nível de afinação e modificação da estrutura. Deste modo, este tipo de análises podem ser utilizadas como forma de avaliar a qualidade do fundido, dado que a partir do estudo da curva de arrefecimento ou das suas derivadas é possível estabelecer uma relação entre parâmetros como o tamanho de grão e a estrutura e morfologia do eutético. As análises térmicas podem ainda fornecer informações sobre a composição da liga, o calor latente de solidificação, a evolução da fração de sólido, bem como sobre o tipo de fases formadas durante o processo de solidificação, para além das respetivas temperaturas de formação [10].

Com o presente trabalho pretende-se estudar o efeito da aplicação de vibrações ultrassónicas durante o processo de solidificação a uma liga $AlSi9Cu3(Fe)$, através de caracterizações microestruturais das amostras produzidas. Assim, recorrendo à combinação das técnicas de microscopia ótica, microscopia eletrónica de varrimento (SEM) e EBSD pretende-se avaliar detalhadamente qual o efeito que a aplicação do tratamento por ultrassons (US) tem na microestrutura obtida, nomeadamente no tipo de estrutura apresentada pela amostra, na morfologia do silício eutético e intermetálicos complexos, que se formam durante a fase de solidificação. Com a realização de análises térmicas espera-se comparar o efeito que diferentes condições de processamento e solidificação possam ter nas curvas de arrefecimento, bem como proceder-se a uma comparação dessas curvas com a microestrutura obtida. Este trabalho visa ainda o desenvolvimento de conhecimentos sobre novas técnicas de processamento de ligas de alumínio, onde se inclui a

aplicação do tratamento por ultrassons ao metal líquido para modificação da microestrutura, bem como a compreensão do funcionamento básico da técnica de EBSD.

Esta dissertação está dividida em cinco capítulos, os quais se descrevem a seguir. No **Capítulo 2** são apresentados os fundamentos teóricos considerados essenciais à realização do presente trabalho. No **Capítulo 3** está descrita a metodologia utilizada na sua realização, bem como todos os parâmetros e condições experimentais usadas. No **Capítulo 4** estão apresentados os resultados obtidos, aos quais se segue a sua discussão detalhada. Por fim, o **Capítulo 5** contém as principais conclusões retiradas da realização do trabalho experimental, apresentando-se ainda sugestões de trabalhos futuros.

CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

As ligas Alumínio-Silício (Al-Si) constituem cerca de 80% das ligas de alumínio para fundição, devido principalmente às boas características que possuem. Apesar da elevada fluidez apresentada por estas ser devida à presença de silício na composição química, a existência deste elemento conduz à formação de partículas de elevada dureza, o que causa redução das propriedades mecânicas do material e ainda o torna difícil de maquinar [11]. Além disso, a adição de certos elementos à composição química das ligas pode levar à formação de compostos intermetálicos complexos que podem também ser prejudiciais para as propriedades mecânicas [1]. Contudo, ao longo dos tempos foram-se desenvolvendo diversas técnicas de processamento que permitem a obtenção de melhores propriedades mecânicas para os componentes a produzir. Tendo em conta que as propriedades mecânicas de um componente estão diretamente relacionadas com a microestrutura que este apresenta, verificou-se que a partir de um controlo microestrutural era possível ter-se informações sobre essas propriedades da amostra em análise. Deste modo, foram desenvolvidas diversas técnicas de avaliação da microestrutura que possibilitam a obtenção de informações como identificação das fases presentes, a sua composição química e até a determinação da orientação cristalográfica local de uma mesma amostra.

Neste capítulo são referidas algumas informações básicas sobre ligas Al-Si e os elementos que a elas podem ser adicionados, de forma a se obterem componentes com melhores propriedades, através da formação de diferentes fases durante o processo de solidificação. São também descritos quais os parâmetros microestruturais que devem ser controlados para obtenção de melhores propriedades mecânicas dos componentes e quais as técnicas de controlo. É ainda apresentada uma descrição da principal técnica de avaliação microestrutural a ser realizada neste trabalho. Por fim, é feita uma referência à técnica de análise térmica, em que através da obtenção de curvas de arrefecimento do fundido é possível determinar os parâmetros críticos relativos ao seu processo de solidificação.

2.1 Ligas Alumínio-Silício

As ligas Al-Si são as mais importantes na indústria da fundição, sendo crucial a sua aplicação na indústria automóvel, aeroespacial e em diversos componentes de engenharia. O interesse

crescente nestas ligas deve-se à excelente combinação de fluidez, elevada resistência específica, baixo coeficiente de expansão térmica e elevada resistência à corrosão que apresentam, o que permite uma redução do peso dos componentes produzidos, e conseqüentemente, uma redução dos níveis de combustíveis gastos nos veículos [12].

Estas ligas possuem silício (Si) como principal elemento de liga, podendo o seu teor variar entre 5 e 23%. A adição deste elemento tem como objetivo o aumento da fluidez do metal, o que diminui a sua temperatura de fusão e reduz a contração que este sofre durante a solidificação. O facto de o silício ser um elemento que possui baixa densidade ($2,34 \text{ g/cm}^3$) constitui também uma vantagem a nível da redução do peso do componente. Apesar disso, o aumento do teor em Si causa um aumento da viscosidade do fundido, o que limita a quantidade deste elemento presente na composição da liga. A utilização de teores de Si entre 4 e 12% (ligas hipoeutéticas) reduz as perdas de material como sucata, permite a produção de componentes com geometrias mais complexas, com maiores variações de espessura e melhor qualidade interna e de superfície [11]. O sistema Al-Si constitui um eutético binário, em que a solubilidade do silício no alumínio é baixa, o que faz com que precipite no alumínio na forma de silício puro [13].

A nível microestrutural, em ligas Al-Si hipoeutéticas, o constituinte maioritário é a fase α -Al, havendo uma quantidade minoritária de partículas de silício aleatoriamente distribuídas na matriz, que se apresentam sob a forma de placas alongadas ou finas lamelas. Estas partículas de Si que aparecem sob a forma de agulhas atuam como locais potenciais de início e propagação de fraturas, o que reduz de forma acentuada a resistência à tração, alongamento e as propriedades tribológicas do componente [13].

Apesar da morfologia lamelar do silício eutético ser prejudicial para as propriedades mecânicas dos componentes, a principal limitação das ligas Al-Si é o seu comportamento à fadiga. Este comportamento deve-se essencialmente a defeitos que ocorrem durante a solidificação, como a formação de poros e de camadas de óxidos à superfície dos componentes, que constituem também locais preferenciais para o início de fraturas, reduzindo consideravelmente o tempo de vida dos componentes, independentemente das cargas a que estes estejam sujeitos [12].

Deste modo, é possível afirmar que as propriedades mecânicas das ligas Al-Si são fortemente dependentes de parâmetros como a composição da liga, morfologia do silício eutético (tamanho, forma

e distribuição), tamanho de grão e morfologia da fase α -Al e espaçamento interdendrítico [14]. Assim, para a obtenção de componentes com as propriedades pretendidas é comum proceder-se a alterações nas condições de processamento e/ou solidificação, onde se destaca a adição de agentes químicos ou a utilização de modificadores mecânicos, que permitem a alteração da microestrutura, ou ainda o uso de maiores velocidades de arrefecimento.

De forma a se produzirem componentes com propriedades mecânicas desejáveis, é frequente a adição de certos elementos à composição química da liga, o que causa a alteração das suas propriedades iniciais. Os elementos mais comumente presentes em ligas Al-Si são o ferro (Fe), cobre (Cu), magnésio (Mg) e manganês (Mn) [15]. Estes elementos podem ficar em solução sólida com a matriz α -Al ou formar compostos intermetálicos [16].

A adição de cobre ou magnésio a ligas Al-Si tem como objetivo o aumento da resistência mecânica da matriz, resultando num aumento das propriedades mecânicas [16]. Deste modo, as ligas Al-Si-Cu são muito usadas na produção de diversos componentes por fundição. Geralmente são adicionados teores em cobre entre 3-5%, devido ao limite de solubilidade deste na matriz α -Al, que é ligeiramente superior a 4%. Esta adição de cobre promove um aumento da resistência mecânica das ligas na condição *as cast*. A presença de 3-4% de cobre em ligas Al-Si permite que estas possam ser tratadas termicamente, contudo é frequente a realização de tratamentos térmicos apenas em ligas que também contenham magnésio na sua composição, dado que este elemento melhora a eficiência do tratamento [1, 15].

Durante o processo de solidificação, a família de ligas Al-Si-Cu possui três reações principais que começam com a formação de dendrites da fase α -Al, à qual se segue a formação das duas fases eutéticas principais. A presença de elementos como ferro, magnésio e manganês na composição química das ligas leva à formação de intermetálicos complexos [17]. Na Tabela 2.1 estão apresentadas as principais reações que originam as diferentes fases formadas durante o processo de solidificação em ligas hipoeutéticas Al-Si-Cu [17-19].

Tabela 2.1 – Principais reações que ocorrem durante a solidificação de ligas Al-Si-Cu [17-19].

Reação	Temperatura [°C]
Fase primária $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$	650
Estrutura dendrítica da fase α -Al	610 - 600
Liq. \longrightarrow Al + $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ + Al_5FeSi	590
Liq. \longrightarrow Al + Si + Al_5FeSi	575
Liq. \longrightarrow Al + Si + Al_5FeSi + Al_2Cu	525
Liq. \longrightarrow Al + Si + Al_2Cu + $Al_5Mg_8Cu_2Si_6$	507

2.2 Controlo microestrutural de ligas Al-Si

A existência de uma relação direta entre a microestrutura apresentada por um componente e as suas propriedades mecânicas foi já estudada exaustivamente por diversos autores [20, 21], tendo-se tornado a análise microestrutural quase obrigatória para componentes obtidos por fundição. Este tipo de análise permite a observação das diferentes fases que uma amostra contém e respetiva morfologia e tamanho, bem como do tipo de estrutura que a fase α -Al possui, o que permite ficar-se com alguma noção sobre as propriedades mecânicas que o componente irá apresentar. Assim, os fatores microestruturais com mais influência nas propriedades mecânicas são o tamanho de grão e a sua morfologia, espaçamento interdendrítico, morfologia do silício eutético e tamanho e distribuição de partículas de segunda fase [1, 11]. No entanto, com o ajustamento das condições de processamento e/ou solidificação ou com a adição de certos elementos ao banho é possível modificar estes parâmetros, de forma a se obter as propriedades mecânicas desejadas.

Um fator muito importante no controlo da microestrutura é a velocidade de arrefecimento usada, sendo esta uma das principais responsáveis por parâmetros como o tamanho de grão, espaçamento interdendrítico e também tipo de estrutura obtida, mais especificamente, o seu grau de afinação [1, 20]. Desta forma, o uso de elevadas velocidades de arrefecimento faz com que os microconstituintes tenham menos tempo para crescer, reduzindo-se assim o seu tamanho e o espaçamento interdendrítico [1].

Em ligas Al-Si comerciais, a solidificação tem início com a formação de dendrites da fase α -Al no metal líquido. O espaçamento interdendrítico refere-se geralmente ao espaçamento entre os braços secundários das dendrites (SDAS), sendo a velocidade de arrefecimento o fator mais importante na determinação das suas dimensões.

As partículas de segunda fase ou inclusões gasosas podem também influenciar o espaçamento interdendrítico na medida em que, durante a solidificação, estas podem segregar nos espaços entre os braços das dendrites e aumentar a distância entre eles. Desta forma, quanto maior for a distância entre os braços, mais grosseira vai ser a distribuição dos microconstituintes, obtendo-se componentes com piores propriedades. Para a obtenção de melhores propriedades mecânicas, nomeadamente resistência mecânica e rigidez dos componentes, é aconselhável ter-se pequenos espaçamentos interdendríticos [1, 22]. Por outro lado, para se obter uma melhor combinação entre resistência mecânica e ductilidade, é desejável ter-se uma estrutura fina e equiaxial.

A morfologia e tamanho dos grãos da fase α -Al, que se formam durante a solidificação, é determinada pela composição da liga, velocidade de arrefecimento e adição de agentes afinadores. Apesar de a afinação de grão poder ocorrer devido a um aumento da velocidade de arrefecimento, a adição de elementos afinadores tem também grande influência no tamanho de grão obtido [1]. O tamanho de grão que um componente apresenta está diretamente relacionado com o número de núcleos presentes no metal líquido e que vão atuar durante a solidificação. Como cada grão é formado a partir de um núcleo, quantos mais núcleos se formarem, mais grãos irão haver, sendo as suas dimensões menores. Assim, um elevado número de núcleos no metal líquido permite evitar a formação de estruturas dendríticas, que não têm espaço para crescerem, formando-se então grãos globulares da fase α -Al, o que conduz à obtenção de melhores propriedades mecânicas [23].

Em condições normais de solidificação, o silício eutético aparece sob a forma de largas placas ou agulhas na matriz de alumínio, prejudiciais para as propriedades mecânicas. Esta forma grosseira do silício é denominada de morfologia acicular. Para a obtenção de uma estrutura do silício fina podem ser usadas elevadas velocidades de arrefecimento ou recorrer-se à adição de elementos modificadores, designando-se esta morfologia como fibrosa [11]. Assim, quanto mais refinada for a morfologia do silício eutético melhores serão as propriedades do componente.

A presença de partículas de segunda fase é um parâmetro que requer também atenção, visto que estas influenciam as propriedades apresentadas pelos componentes. O efeito que têm nas propriedades mecânicas, bem como a forma como pode ser feito o seu controlo/modificação são descritos mais à frente neste capítulo.

2.2.1 Uso de afinação e modificação para controlo microestrutural

Para a obtenção de melhores propriedades mecânicas, deve-se promover a formação de grãos globulares, que para além de uma estrutura não dendrítica, apresentem tamanho médio de grão reduzido [24]. O procedimento mais comum para se evitar a formação de estruturas dendríticas é através da adição de elementos capazes de afinar a estrutura, como titânio (Ti) ou boro (B), que facilitam a nucleação de novos cristais de alumínio. Estes elementos são geralmente adicionados na forma de ligas-mãe, sendo as mais comuns as ligas Al-Ti ou Al-Ti-B [1]. Para além da obtenção de propriedades mecânicas mais uniformes, uma estrutura afinada promove ainda redução do *hot tearing*, permite diminuir a porosidade devido à contração do metal e ainda causa uma distribuição mais homogénea de partículas de segunda fase e microporosidades [24].

A adição de ligas-mãe Al-Ti-B ao metal líquido promove a formação de partículas do tipo TiB_2 ou $TiAl_3$, as quais atuam como núcleos, induzindo fenómenos de nucleação heterogénea. Contudo, o mecanismo de afinação de grão ainda não é totalmente compreendido, na medida em que para adições de Ti inferiores a 0,15%wt. as partículas de $TiAl_3$ são instáveis no metal fundido [25]. Assim, existem duas teorias diferentes que explicam o mecanismo de afinação de grão. Uma teoria propõe que as partículas de $TiAl_3$ são totalmente dissolvidas no metal líquido e o Ti permanece como soluto no banho, enquanto que as partículas de TiB_2 atuam como núcleos, potenciando a nucleação heterogénea durante a solidificação. Pelo contrário, uma outra teoria defende que as partículas de $TiAl_3$ permanecem no banho numa extensão limitada, possivelmente formando uma fina camada na superfície das partículas de TiB_2 , atuando estes dois tipos de partículas como núcleos [25].

Para além da morfologia da fase α -Al, também a morfologia do silício eutético influencia as propriedades do componente, como já foi referido na secção anterior. Uma das formas de modificação da morfologia do silício é através do uso de elevadas velocidades de arrefecimento. No entanto, para se obter uma estrutura com propriedades uniformes, todo o componente tem que solidificar a elevadas velocidades [11], o que é difícil de realizar na prática em ambiente industrial. Deste modo, é comum

proceder-se à adição de elementos modificadores para alteração da morfologia do Si eutético, sendo o estrôncio (Sr) e o sódio (Na) os mais comumente usados [11, 14]. A modificação do silício conduz a melhores propriedades mecânicas, principalmente a um aumento da ductilidade, devido ao refinamento das suas partículas frágeis, alterando as placas (morfologia acicular) para uma morfologia fibrosa [26]. Porém, o uso de modificadores tem associado algumas desvantagens, tais como, aumento do teor em porosidade, *hot tearing* e mau acabamento superficial, nem sempre sendo aconselhável o uso deste tipo de modificação [26].

Atualmente existem várias teorias que explicam o mecanismo de nucleação do silício eutético. Shankar *et al.* [27] sugeriram que em ligas hipoeutéticas Al-Si, a formação das dendrites da fase α -Al ocorre à temperatura de *liquidus*, às quais se segue a formação da fase β -AlFeSi no intervalo de temperaturas entre a temperatura de *liquidus* e a temperatura de nucleação do silício eutético. Assim, o silício eutético vai nuclear nas partículas da fase β -AlFeSi. Uma vez nucleado, o Si cresce na forma de placas no metal líquido ainda existente, que se vai tornando cada vez mais rico em alumínio e mais empobrecido em silício. Deste modo, o alumínio eutético nucleia e cresce nas pontas das partículas de silício eutético. O crescimento das dendrites de alumínio primário está limitado ao momento em que as dendrites colidem com os grãos de alumínio eutético.

McDonald *et al.* [28] propuseram que há diferentes mecanismos de nucleação do silício eutético, dependendo das condições de solidificação. Para uma liga Al-10%wt.Si, em situações de não modificação, se o eutético Al-Si nucleia nas dendrites da fase α -Al, ou adjacente a ela, é de prever que o eutético e as dendrites de alumínio primário tenham a mesma orientação cristalográfica. Em casos em que ocorre nucleação heterogénea e há impurezas presentes no líquido interdendrítico, é bastante improvável que o eutético Al-Si e as dendrites tenham a mesma orientação cristalográfica. Neste sentido, os autores classificaram a nucleação do silício eutético em três modos diferentes [11, 28, 29]. O Modo 1 refere-se a situações em que o eutético Al-Si nucleia adjacente às dendrites da fase α -Al, o Modo 2 ocorre quando o eutético Al-Si nucleia de forma independente em relação às dendrites de alumínio primário e o Modo 3 refere-se a quando ocorre nucleação e crescimento do eutético Al-Si na direção oposta ao gradiente térmico. Nos casos em que há adição de elementos modificadores da estrutura do silício, o modo de nucleação do eutético é alterado para o Modo 2 ou 3, ou uma mistura dos dois. Na Fig. 2.1 estão apresentados os diferentes modos de nucleação do eutético Al-Si.

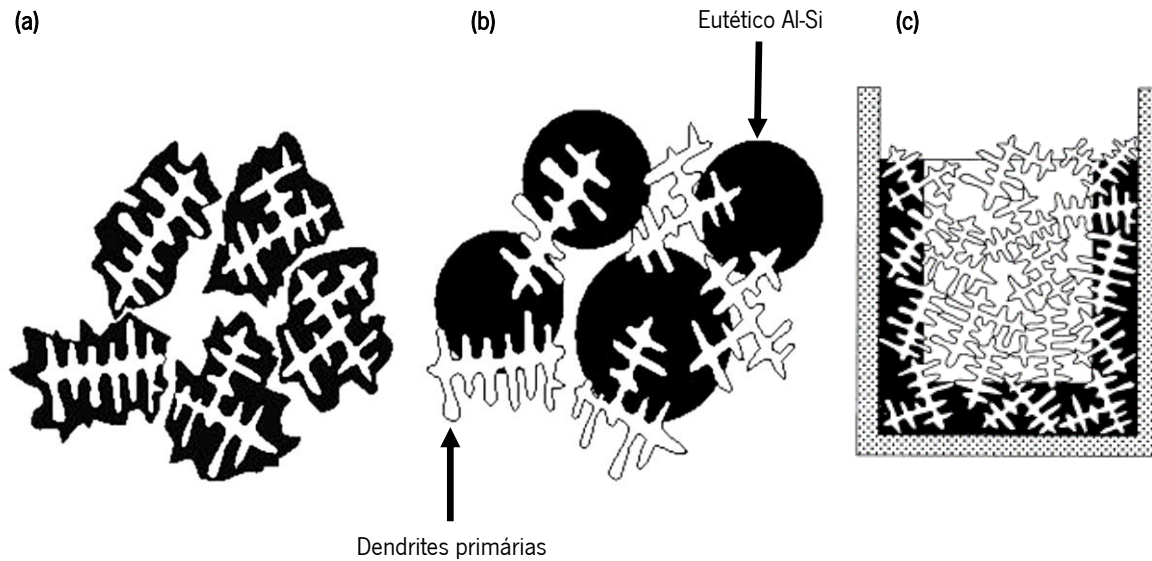


Fig. 2.1 – Modos de solidificação eutética em ligas Al-Si: (a) nucleação e crescimento do eutético nas dendrites primárias, (b) nucleação heterogênea do eutético no espaço interdendrítico, (c) nucleação e crescimento do eutético no sentido oposto ao gradiente térmico. Adaptado de [29].

2.2.2 Aplicação de vibrações ultrassônicas para controlo microestrutural

A adição de certos elementos químicos é uma das formas de se obter uma estrutura de grão fina e equiaxial e partículas de silício eutético com uma distribuição uniforme. Contudo, a modificação da microestrutura pode também ser feita recorrendo a métodos de modificação mecânica, onde se destacam os mecanismos de agitação mecânica ou eletromagnética e o uso de vibrações ultrassônicas [30].

Atualmente a aplicação de vibrações ultrassônicas em ligas Al-Si para controlo da sua microestrutura tem vindo a ser alvo de estudos, dado que foi já observado o seu efeito como mecanismo de afinação da estrutura [30]. O tratamento do metal líquido com ultrassons consiste na transmissão de energia acústica ao banho, sob a forma de ondas com frequências superiores a 17 kHz. Estas oscilações de elevada frequência vão promover a ocorrência de fenómenos como a cavitação e a geração de fluxos acústicos, sendo estes os mais importantes para o tratamento do metal líquido [31, 32]. O processo de cavitação pode ser definido como a criação de cavidades no seio do metal líquido, provocadas pela geração de pressões elevadas no banho, resultando na criação de discontinuidades (bolhas). No entanto, para que haja formação destas bolhas, é necessário que a pressão acústica exceda um valor mínimo. Este processo ocorre no período de expansão da onda.

Durante o período de formação e crescimento, as bolhas absorvem energia a partir do metal líquido, havendo um sobreaquecimento na interface destas com o metal, resultando na nucleação na superfície da bolha. No período de compressão da onda, as bolhas anteriormente formadas aumentam de volume, podendo colapsar, gerando ondas de choque de elevada intensidade (fluxos acústicos) no metal líquido. A geração destes fluxos acústicos tende a causar uma distribuição dos núcleos no fundido, favorecendo o fenómeno de nucleação heterogénea. O efeito combinado do processo de cavitação com a formação de fluxos acústicos promove uma homogeneização da temperatura do banho e favorece a transferência de massa através deste [23, 31].

A partir da aplicação de energia acústica ao metal líquido é possível obter a formação de microestruturas globulares, não dendríticas, para além de uma modificação da morfologia do silício eutético. Puga *et al.* [23] verificaram, para uma liga Al-Si-Cu, a formação de grãos globulares da fase α -Al, com dimensão de 41 μm para uma potência de 600W a 615 °C, bem como a modificação da morfologia acicular do silício eutético para uma mais fibrosa, o que resultou num aumento das propriedades mecânicas, nomeadamente na resistência à tração e na tensão de rotura. Jian *et al.* [33] estudaram o efeito da aplicação de energia acústica a uma liga Al-Si-Mg a uma temperatura de 630 °C, tendo observado a modificação da estrutura acicular do silício eutético para uma morfologia em forma de roseta, finamente dispersa. Além disso, verificaram ainda que a aplicação de vibrações ultrassónicas promoveu uma redução do tamanho das partículas de silício de 26 para 2 μm . Khalifa *et al.* [32] observaram que a aplicação de um tratamento por ultrassons ao metal líquido de uma liga Al-Si-Mg entre 626 e 619 °C é eficaz no controlo do tamanho e morfologia dos grãos α -Al, sendo que a aplicação no intervalo 625-622 °C é ainda mais eficiente, na medida em que promove a formação de estruturas não dendríticas e/ou globulares.

Para além das vantagens apresentadas pelo uso desta técnica no que diz respeito à afinação de grão e modificação da estrutura do silício, a aplicação de vibrações ultrassónicas ao metal líquido pode também atuar como técnica de degaseificação [34]. Em ligas de alumínio o uso de degaseificação é necessário devido à elevada solubilidade que o hidrogénio possui no metal líquido, e que vai influenciar a qualidade do fundido. O mecanismo que está na base da degaseificação por ultrassons é o fenómeno de cavitação. A criação de diversas cavidades no metal líquido aliada a uma intensificação do processo de transferência de massa, promove a difusão das bolhas de hidrogénio.

Com o decorrer do processo, as bolhas adjacentes passam a tocar-se e coalescem, crescendo até um tamanho suficiente que permite a sua migração até à superfície do líquido. Quando estas bolhas colapsam antes de atingirem a superfície, causam o desenvolvimento de fluxos acústicos [34, 35].

A aplicação do tratamento de desgaseificação por ultrassons tem vindo a ser estudada por vários autores nos últimos anos, de forma a se avaliar a sua eficiência na melhoria da qualidade dos fundidos. Puga *et al.* [36] sugeriram no seu estudo que este tipo de tratamento é uma técnica eficaz na desgaseificação de uma liga AlSi9Cu3, na medida em que após um minuto de tratamento, a amostra alcançou 98% do seu valor de densidade final (2670 kg/m³). A eficácia deste tipo de tratamento foi também já verificada por Xu *et al.* [35] para uma liga Al-7%wt.Si-Mg, na qual foi necessário apenas alguns minutos para se proceder à desgaseificação do metal líquido. Apesar disto, há a referir que estes resultados foram obtidos para pequenas quantidades de metal líquido.

2.3 Compostos intermetálicos complexos

Tal como a morfologia e tamanho de grão da fase α -Al e as partículas de silício eutético, também as partículas de segunda fase influenciam as propriedades do fundido, ou seja, quanto mais fina for a sua dispersão, melhores serão as propriedades mecânicas do componente [1].

Tal como foi referido anteriormente, em ligas Al-Si é comum a presença de elementos como o ferro, manganês, cobre e níquel na sua composição química, que têm como consequência a formação de compostos intermetálicos de elevada estabilidade térmica, prejudiciais para as propriedades mecânicas dos componentes [37, 38]. A principal razão para a formação de compostos intermetálicos é a baixa solubilidade que estes elementos têm no alumínio e a elevada afinidade que têm com ele, causando a precipitação dos compostos durante o processo de solidificação [38, 39], o que torna a presença de ferro indesejável nestas ligas. A exceção é em processos de fundição em moldação permanente (*pressure die casting*), onde o ferro é adicionado intencionalmente em teores que variam entre 0,8 e 1,1%wt., dado que a sua presença é necessária para que não ocorra ligação entre o componente produzido e a moldação [39, 40]. Atualmente existe uma grande variedade de compostos intermetálicos já identificados em ligas Al-Si, que podem apresentar diferentes formas, contudo, estes podem ser divididos em três morfologias distintas: finas placas, escrita chinesa ou cristais poliédricos

[39, 41]. O teor, tamanho e morfologia destes intermetálicos são fortemente dependentes das condições de solidificação e da composição química da liga, especialmente do teor em ferro [41]. As características dos diferentes tipos de intermetálicos ricos em ferro são descritas de seguida.

De entre as morfologias acima referidas, as finas placas, que aparecem sob a forma de agulhas em imagens no plano, são consideradas as mais prejudiciais para as propriedades mecânicas, dado que são muito frágeis, apresentam elevada dureza e as forças de ligação entre esta fase e a matriz são fracas [39]. Geralmente, estas agulhas aparecem em condições normais de solidificação e apresentam-se como a fase monoclinica β -Al₅FeSi. Outra razão, pela qual esta fase é tão prejudicial para as propriedades mecânicas reside no facto de que as pontas “afiadas” destas placas podem atuar como locais de acumulação de tensões, causando uma diminuição da ductilidade e resistência dos componentes [21]. Além disso, foi já observado que o tamanho destes compostos está diretamente relacionado com o teor em ferro presente na composição da liga e a velocidade de arrefecimento do componente durante a solidificação. Deste modo, um aumento do teor em ferro causa um aumento do tamanho dos intermetálicos da fase β , sendo que para teores em Fe acima de 0,7%wt. esta fase tende a cristalizar como placas de grandes dimensões. Contudo, a quantidade destes compostos não aumenta com o aumento do teor em ferro. Da mesma forma, uma diminuição da velocidade de arrefecimento causa também um aumento do tamanho dos intermetálicos, na medida em que o crescimento destes compostos ocorre a baixas forças motrizes ou a mais baixas velocidades de arrefecimento [16, 42]. À presença de intermetálicos de maiores dimensões pode estar associado um aumento do teor em porosidade do fundido, uma vez que estes compostos podem restringir o fornecimento do metal líquido ao bloquear os canais interdendríticos, promovendo um aumento dos defeitos resultantes do processo de fundição [42-44]. Deste modo, torna-se necessário o uso de teores em Fe não muito elevados, o que conduz a uma diminuição do tamanho dos intermetálicos, bem como à existência de uma fina dispersão destes compostos, de forma a se minimizar os seus efeitos nas propriedades mecânicas.

Como a presença de ferro em ligas do tipo Al-Si é inevitável e este elemento não pode ser removido do metal líquido economicamente, foram desenvolvidas estratégias para minimizar os seus efeitos negativos através da transformação da fase β -Al₅FeSi numa forma mais compacta e menos prejudicial para as propriedades mecânicas dos componentes [45]. Assim, a formação da fase

β -Al₅FeSi pode ser evitada pelo uso de diferentes técnicas como o sobreaquecimento do metal líquido, adição de manganês em quantidade suficiente ou uso de rápidas velocidades de arrefecimento [16, 37, 40].

Awano e Shimizu verificaram que um sobreaquecimento até 850 °C promoveu a formação de compostos do tipo α -AlFeSi que exibiam uma morfologia de escrita chinesa, observando ainda para um sobreaquecimento do metal líquido de 750 °C a presença da fase β -AlFeSi, apresentando-se na forma de finas agulhas [46].

Uma outra técnica, a adição de manganês à composição química da liga, tende a neutralizar a formação da fase β -AlFeSi, promovendo a formação da fase cúbica α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂, que é menos prejudicial para as propriedades mecânicas, quando comparada com a fase β . A fase α apresenta diferentes morfologias, podendo aparecer sob a forma de escrita chinesa, poliédrica ou globular [32, 40]. O teor em manganês geralmente adicionado é apenas o necessário para promover a conversão da fase β , sendo que a razão Fe/Mn mais adequada para estabilizar a fase α -AlFeSi é de 2/1 [41, 47]. No entanto, a adição de manganês à composição química destas ligas apresenta algumas desvantagens, entre as quais o aumento do custo de processamento associado à adição deste elemento, a tendência para o aumento da fração volúmica de intermetálicos e do seu diâmetro médio para teores em ferro mais elevados, o que origina a diminuição das propriedades mecânicas dos componentes [45, 48]. Outro problema associado à presença de manganês é o elevado peso específico que os intermetálicos da fase α -AlFeSi possuem, o que faz com que tenham tendência para se depositarem no fundo do cadinho ou forno, originando a formação de “lama” (escória). Esta presença de “lama” é prejudicial para o banho, pois para além de alterar a sua composição química, pela perda de elementos como ferro ou manganês, ainda causa a redução da capacidade do forno, o que torna necessário o uso de uma razão Fe/Mn adequada. A presença destas partículas nos componentes produzidos origina ainda dificuldades de maquinagem, conduzindo a um excessivo desgaste das ferramentas [32, 40].

A velocidade de arrefecimento, outra das técnicas de modificação, apresenta também influência no tipo de intermetálicos formados durante a solidificação. Assim, na ausência de manganês, a formação da fase β -AlFeSi pode ser evitada usando elevadas velocidades de arrefecimento, de forma a reter o ferro em solução sólida ou promover uma fina dispersão dos intermetálicos, o que conduz à

formação da fase hexagonal $\alpha\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ [37, 41], a qual apresenta uma morfologia em forma de esqueleto, não devendo ser confundida com a fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$ [41]. Contudo, Narayanan *et al.* [16] observaram que na presença de manganês, o uso de baixas velocidades de arrefecimento promove a formação da fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$, enquanto que para velocidades de arrefecimento mais elevadas se verifica a cristalização das fases $\alpha\text{-AlFeSi}$ e $\beta\text{-AlFeSi}$. Apesar das fases $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$, $\alpha\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ e $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ serem as que mais frequentemente aparecem reportadas na literatura, outras fases como $\alpha\text{-Al}_{19}(\text{Fe},\text{Mn})_5\text{Si}_2$, $\delta\text{-Al}_4\text{FeSi}_2$ e $\alpha\text{-Al}_8(\text{Fe},\text{Mn})_2\text{Si}$ foram também já identificadas por alguns autores, sendo que a principal razão para a obtenção de diferentes tipos de intermetálicos é o uso de composições químicas distintas das ligas em estudo [48, 49].

A presença de magnésio nestas ligas pode também promover a formação de intermetálicos cuja morfologia é menos prejudicial para as propriedades dos componentes que a da fase β . Na presença deste elemento é comum a formação da fase $\pi\text{-Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$, a qual aparece sob a forma de escrita chinesa [12, 50], estando, por vezes, conectada com a fase $\beta\text{-AlFeSi}$ [50]. Na Fig. 2.2 são apresentados alguns dos compostos intermetálicos acima descritos, onde a sua morfologia é evidente.

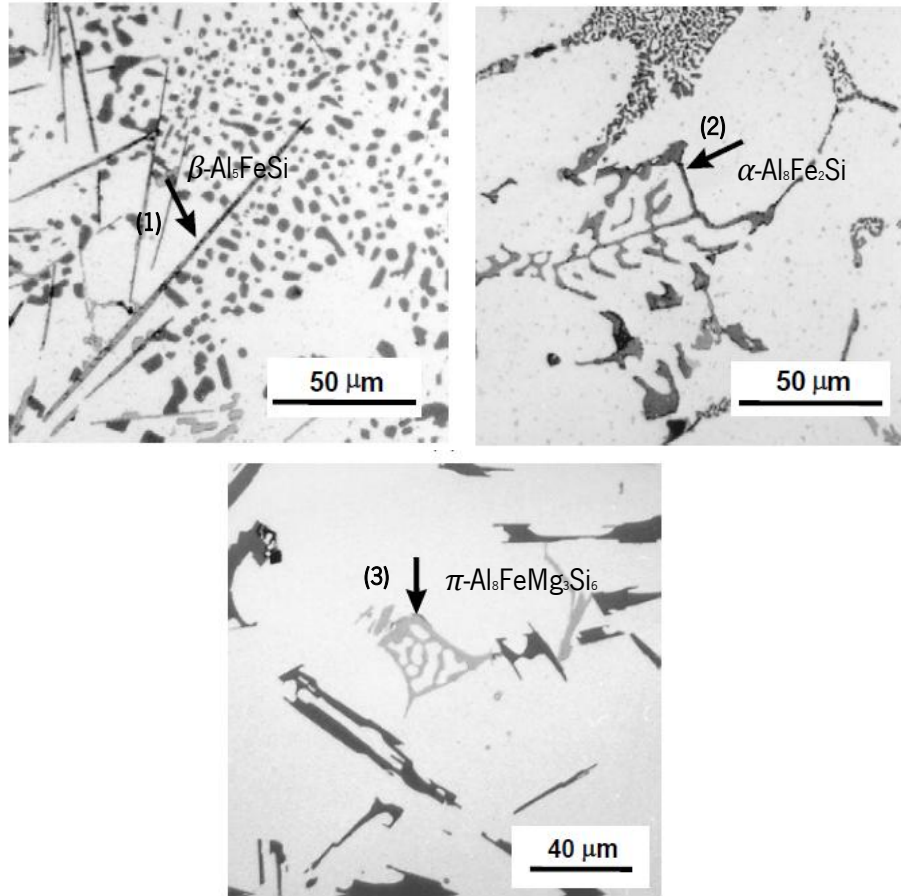


Fig. 2.2 – Morfologias típicas de alguns intermetálicos de ferro presentes numa liga Al-5%Si-1%Cu-0,5%Mg(Fe): (1) placas da fase β -Al₆FeSi, (2) fase α -Al₆Fe₂Si, na forma de escrita chinesa, (3) fase π , na forma de escrita chinesa. Adaptado de [50].

Para além das técnicas já mencionadas para a modificação do tipo de intermetálicos formados, foi também já observado que a adição de estrôncio é capaz de modificar a morfologia de intermetálicos da fase β -AlFeSi. Shabestari *et al.* [40] observaram que numa liga A380 (Al-Si-Cu) modificada com estrôncio houve uma diminuição da fração volúmica, tamanho e número de intermetálicos, quando comparado com a mesma liga não-modificada. Foi também observado que na presença de Mn, o estrôncio foi capaz de reduzir o tamanho e quantidade de intermetálicos da fase β -AlFeSi, através de um aumento da fase α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂ [51]. A aplicação de vibrações ultrassónicas para modificação da microestrutura foi também já estudada por vários autores, em que Khalifa *et al.* [32] verificaram que a aplicação do tratamento por ultrassons ao metal líquido é uma forma eficaz de modificação das longas placas da fase β -AlFeSi para uma forma mais fina e compacta, que apresentava uma morfologia poliédrica/globular. Puga *et al.* [23] verificaram também que a aplicação de vibrações ultrassónicas a

uma liga AlSi9Cu3 promove uma modificação dos intermetálicos sob a forma de finas placas e escrita chinesa para finas partículas com diferentes formas e uniformemente distribuídas ao longo da matriz. Zhong *et al.* [48] observou que a aplicação de vibrações ultrassónicas numa liga Al-20Si-2Cu-0,4Mg-1Ni leva à formação de partículas da fase δ -Al₄FeSi₂ em vez da fase β -AlFeSi, sendo ainda responsável pelo refinamento das partículas da fase δ -AlFeSi. Contudo, e apesar de já existirem vários trabalhos sobre a modificação de intermetálicos de ferro a partir da aplicação de energia acústica ao metal líquido, este é um tema que carece de um estudo mais detalhado.

2.4 Difração de elétrões retrodifundidos

É sabido que a análise microestrutural de um componente permite estabelecer uma ligação entre as suas propriedades mecânicas e desempenho. Deste modo, existem atualmente inúmeros métodos de análise para a obtenção de informações sobre o tipo de fases existentes em determinada amostra, bem como a sua distribuição e composição. Porém, em certas situações, informações acerca da composição química ou morfologia não são suficientes, sendo também necessário proceder-se à identificação cristalográfica das diferentes fases. A determinação dos parâmetros cristalográficos dessas partículas torna-se importante em situações em que uma fase possa apresentar diferentes sistemas cristalográficos ou quando a precisão da análise de composição química é baixa [4, 8]. Deste modo, a difração de elétrões retrodifundidos surge como uma técnica capaz de captar padrões de difração dos elétrões da superfície da amostra em análise. A partir da captação desses padrões é possível determinar a orientação cristalográfica ou textura dos materiais. A textura dos materiais está diretamente relacionada com o facto de que, na maior parte dos casos, a orientação cristalográfica de materiais policristalinos não é aleatória, existindo assim orientações preferenciais dos cristais individuais [8].

A difração de elétrões retrodifundidos é uma técnica acoplada a um microscópio eletrónico de varrimento (SEM), a qual permite a análise cristalográfica de materiais. Assim, é possível obter informações sobre a estrutura cristalina e orientação das diferentes fases, e simultaneamente sobre a sua composição química [4]. O facto de esta técnica estar aliada a um feixe de elétrões de um SEM, permite a análise de vários pontos numa amostra de forma rápida e com elevada resolução espacial [6]. Neste sentido, esta técnica permite analisar pequenas áreas com elevada resolução espacial, a

qual pode variar entre 10 e 50 nm para varrimentos paralelos ao ângulo de inclinação, em amostras condutoras, e inferior a 1 μm para amostras não condutoras [52].

Na Fig. 2.3 apresenta-se um esquema da configuração típica de um sistema de EBSD acoplado a um SEM. Quando um feixe de elétrons incide numa amostra, estes vão sofrer várias colisões elásticas com esta, após o qual uma fração destes elétrons retrodifundidos de baixa energia vai emergir da sua superfície segundo um padrão de dispersão espacial, que depende da zona de incidência do feixe [6, 7]. A amostra é inclinada cerca de 70° em relação à normal da superfície, de forma a permitir que mais elétrons sejam difundidos e se dirijam para o detetor [8]. Este detetor EBSD é colocado na direção dos elétrons que emergem da superfície da amostra e capta o padrão de dispersão dos elétrons retrodifundidos, que dá informação cristalográfica da zona em análise. O detetor é constituído por uma câmara digital, que contém um ecrã de fósforo, o qual intercepta o padrão de difração. Este ecrã converte a imagem do padrão de dispersão espacial em luz adequada para que a câmara consiga gravar em imagem digital. O padrão é analisado recorrendo a *softwares* especializados, que extraem os parâmetros característicos, como posição, ângulo e largura das bandas. Comparando as informações obtidas com as bases de dados de cristalografia existentes é possível caracterizar-se a estrutura cristalográfica e orientação local do cristal na amostra em estudo. O processo de extração das bandas do padrão de difração é denominado de indexação de padrões [6, 7].

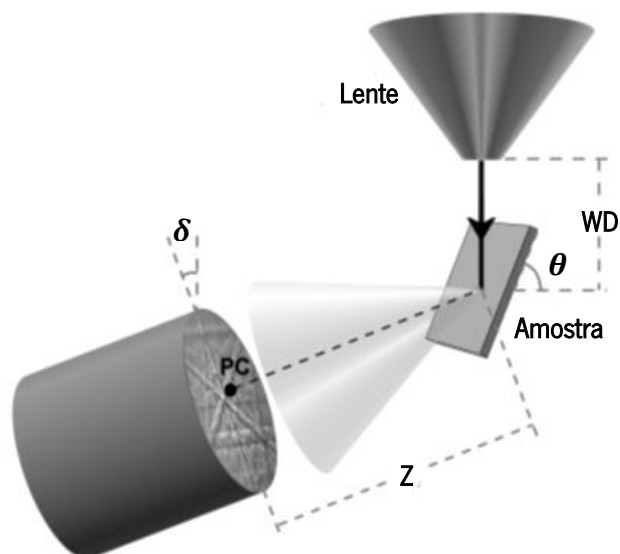


Fig. 2.3 – Configuração de um sistema de EBSD e principais parâmetros geométricos, onde WD representa a distância de trabalho, θ o ângulo de inclinação da amostra, Z a distância amostra-detetor e δ o ângulo de elevação do detetor. Adaptado de [6].

Um dos principais objetivos desta técnica é a interpretação dos padrões de dispersão espacial, obtidos a partir dos elétrons retrodifundidos, também denominados de Padrões de *Kikuchi*. Quando um feixe de elétrons incide na amostra, este é difundido no seu interior, havendo colisões com os átomos da rede. Deste modo, após algumas colisões, os elétrons que estão dispersos abaixo da superfície são difratados nos planos da rede cristalina, de acordo com as condições de reflexão de *Bragg*. Os elétrons difratados produzem bandas de interseção, associadas às difrações de *Bragg* em cada família de planos atômicos, que vão formar os padrões de *Kikuchi*. Estas bandas representam os planos de reflexão dos elétrons em cada família de planos atômicos. A largura das bandas de *Kikuchi* está diretamente relacionada com a distância interplanar d_{hkl} , em que esta largura é tanto maior quanto menor for a distância interplanar. Deste modo, o arranjo geométrico das bandas é função da orientação da rede cristalina, na medida em que:

- A simetria da rede cristalina é refletida no padrão;
- A espessura e intensidade das bandas estão diretamente relacionadas com o espaçamento dos átomos no plano cristalográfico;
- Os ângulos entre as bandas estão diretamente relacionados com os ângulos entre os planos cristalográficos [6, 8].

As interseções dos planos cristalográficos, que aparecem como interseções entre as bandas nos padrões e que correspondem a direções principais no cristal, são denominadas de polos [6]. Na Fig. 2.4 são apresentados dois padrões de EBSD provenientes de materiais com diferentes estruturas cristalinas.

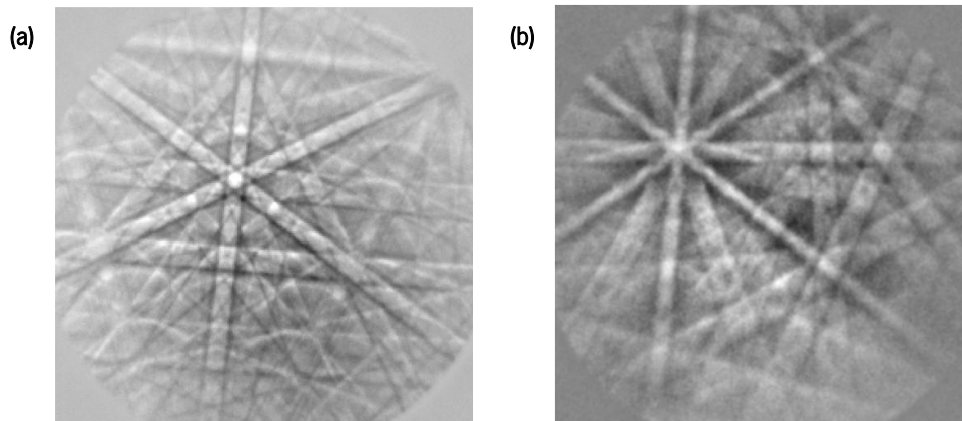


Fig. 2.4 – Padrões de *Kikuchi* obtidos: (a) num monocristal de Si, (b) numa amostra de cobre [6].

Uma das etapas mais importantes numa análise de EBSD é a indexação de padrões, dado que são estes que permitem a determinação dos parâmetros cristalográficos da amostra em análise. Deste modo, a partir da obtenção de padrões de difração de elevada qualidade é possível determinar a orientação cristalográfica, num processo constituído por três etapas principais: deteção das bandas de *Kikuchi*, identificação das bandas e indexação de padrões, e determinação da orientação.

A deteção das bandas de *Kikuchi* é realizada recorrendo à Transformada de *Hough*, pela conversão das linhas de *Kikuchi* existentes na imagem captada pelo detetor em pontos simples no espaço de *Hough*, dado que há uma maior precisão na determinação de pontos, tornando mais fácil a deteção de picos de elevada intensidade no espaço de *Hough*. A Transformada de *Hough* é então um método de transformação matemática, usado para detetar objetos simples, como círculos, elipses ou linhas, adequando-se bastante bem à identificação de linhas retas associadas às bandas de *Kikuchi*, dado que apresenta grande imunidade ao ruído e a imperfeições que possam existir na imagem do padrão. O espaço de *Hough* refere-se ao espaço onde está definida a imagem resultante da Transformada de *Hough*. Para cada padrão de EBSD gravado, é criada uma Transformada de *Hough* e as bandas são detetadas automaticamente (Fig. 2.5) [6, 8].

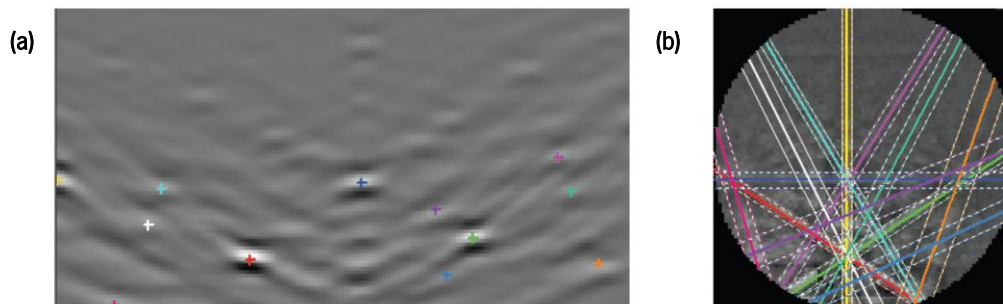


Fig. 2.5 – Detecção das bandas de *Kikuchi* a partir da transformada de *Hough*. (a) espaço de *Hough*, (b) reconstrução da banda detetada a partir do espaço de *Hough* [8].

A identificação das bandas de *Kikuchi* está relacionada com a correta identificação dos planos da rede cristalina, a partir da transformada de *Hough*, o que corresponde a encontrar os picos de elevada intensidade na banda de *Kikuchi* reconstruída. A largura das bandas é também um parâmetro utilizado na sua identificação, na medida em que é função do espaçamento interplanar. Devem ainda ser determinados os ângulos entre as bandas. Os ângulos interplanares entre três bandas que se interseam são calculados e comparados com valores existentes em bases de dados, de forma a se identificar os planos a que se referem, com um intervalo de tolerância de um a dois graus. Uma vez efetuada de forma correta a identificação dos planos, a indexação dos eixos é feita a partir dos cálculos realizados para a indexação de planos [6, 8].

Por último, a determinação da orientação cristalográfica baseia-se no cálculo da orientação da respetiva rede cristalina relativamente a um sistema de referência. É frequente usar-se um sistema de referência conhecido e aplicar-se uma sequência de rotações a esse sistema, de forma a fazê-lo coincidir com o sistema da rede cristalina em estudo. A orientação cristalográfica da amostra é então definida por três ângulos de Euler (φ_1 , φ_2 , φ_3), que representam a orientação relativa entre os dois sistemas [6, 8].

A conjugação das simetrias existentes nos padrões de EBSD com análises locais da composição química da amostra permite determinar a fase cristalina correspondente, pela consulta em bases de dados de cristalografia. Contudo, nem sempre se consegue obter uma combinação perfeita entre os dados obtidos pelo utilizador e os existentes na base de dados. Deste modo, pode ser feita uma seleção iterativa dos planos a considerar para cada fase, sendo necessário ter-se algum cuidado na sua escolha para não resultar numa indexação errada da fase [6, 8].

Embora a técnica de EBSD seja muito eficaz na determinação dos parâmetros cristalográficos para diferentes tipos de amostras, ela também apresenta algumas limitações, que por vezes podem influenciar a obtenção dos resultados pretendidos. Uma das suas principais limitações é referente à resolução espacial que possui, nomeadamente no volume útil de emissão. Isto significa que quando se incide um feixe de eletrões numa determinada zona de uma amostra, o volume de material onde o sinal EBSD vai ser gerado tem que ser menor que o grão onde incide o feixe. Assim, é essencial assegurar que isto aconteça, na medida em que nas zonas próximas das fronteiras de grão, o padrão obtido pode ser relativo a grãos diferentes, o que vai alterar os resultados obtidos. Outra das limitações desta técnica refere-se à superfície da amostra. Esta deve estar perfeitamente polida e não possuir defeitos superficiais, para que não se verifiquem efeitos de sombra na amostra, ou seja, para que não haja pontos do detetor que não sejam irradiados pelos eletrões retrodifundidos, e como tal, não se obtenham informações sobre essa zona. Outra desvantagem associada à técnica de EBSD refere-se à análise da composição química da amostra em estudo, que como é obtida por EDS, pode dificultar a indexação de alguns padrões. Este facto é consequência da técnica de EDS não ter capacidade para detetar alguns elementos da tabela periódica que vão desde o hidrogénio ao lítio, bem como apresentar pouca sensibilidade para a deteção de elementos como o Be, B ou N. Além destas desvantagens, a técnica de EDS tem ainda associado o erro que pode ser cometido na quantificação dos elementos constituintes de cada fase e que podem levar a uma incorreta indexação de padrões [6].

Apesar de as análises de EBSD permitirem a determinação de diferentes parâmetros microestruturais das amostras em estudo, a sua obtenção depende do modo de operação utilizado, que por sua vez permite a obtenção de diferentes tipos de informações. Assim, existem dois modos de análise de EBSD: a análise pontual de fase, em que ponto-a-ponto se procede a uma análise dos microconstituintes, por forma a se identificar a fase presente e a sua orientação cristalográfica, e o modo *Orientation Imaging Microscopy* (OIM), no qual se procede a uma aquisição automática de dados EDS e EBSD em massa de uma dada zona da amostra, determinando-se assim também as fases constituintes e a orientação cristalográfica dos respetivos grãos [6].

A identificação pontual de fase é um modo de operação em que para um determinado local, previamente escolhido através de uma análise de SEM, combina a determinação da composição química com a orientação cristalográfica local. A realização de análises de composição química permite identificar quais os elementos constituintes da fase em estudo, bem como as suas

concentrações. Estas informações são necessárias para evitar a ocorrência de erros aquando da indexação de padrões, dado que a partir das análises de EDS é possível determinar quais as fases candidatas. Assim, apenas são consideradas para indexação as fases que correspondam à composição química obtida por EDS [6].

No modo de operação OIM, o sistema procede à aquisição de um padrão de *Kikuchi* em cada ponto da região em análise e realiza a indexação do padrão, tendo sido previamente feita a seleção das fases candidatas. O sistema faz corresponder a cada fase/orientação cristalográfica uma cor diferente. A utilização de *softwares* de análise de imagem permite obter resultados sob a forma de imagens, gráficos ou distribuições de frequência. A criação de mapas cristalográficos é a escolha mais frequente para a representação da microestrutura, estando as informações relativas à orientação cristalográfica apresentadas numa escala de cor ou em tons de cinzento, o que facilita a visualização das diferentes fases [6].

Estes mapas podem ainda ser utilizados para determinação da fração volúmica dos microconstituintes, determinação de orientações predominantes ou desorientações inter e intra-grãos. Na Fig. 2.6 apresenta-se um mapa cristalográfico de uma liga do tipo Al-Si-Cu não modificada, onde diferentes cores representam diferentes orientações cristalográficas, verificando-se que o alumínio eutético e as dendrites de alumínio primário possuem a mesma orientação cristalográfica [29]. Apesar disso, para se conseguir obter um mapeamento/distribuição de grãos na superfície em estudo é necessário definir um ângulo de tolerância (AT), que é utilizado para determinar se dois pontos vizinhos pertencem ao mesmo grão. Desta forma, se estes dois pontos pertencem ao mesmo grão, a desorientação existente entre eles tem que ser inferior ao ângulo de tolerância. A utilização deste método de análise possibilita ainda a determinação da textura das amostras em estudo, que permite caracterizar a distribuição de orientações cristalográficas. Uma forma de representar a microtextura da amostra analisada pode ser através de figuras de polos, que consistem num diagrama 2D do referencial da amostra onde são apresentadas as orientações dos grãos. Cada orientação origina um conjunto de pontos (polos) no diagrama. Se os grãos tiverem orientações aleatórias, a respetiva figura de polos apresenta pontos distribuídos aleatoriamente, no entanto se houver orientações preferenciais, a figura de polos apresenta pontos que se aglomeram em torno dos polos correspondentes às orientações preferenciais [6, 53].

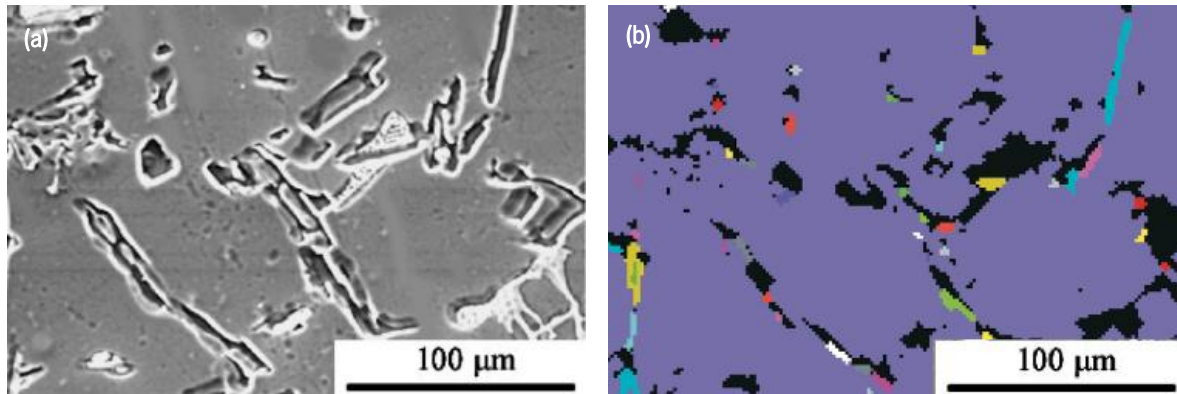


Fig. 2.6 – Microestrutura da liga A319 não modificada: (a) imagem SEM, (b) mapa cristalográfico de EBSD da respectiva região da amostra [29].

Nos últimos anos, a técnica de EBSD, tem vindo a ser usada em ligas Al-Si no estudo das relações de orientação cristalográfica entre o alumínio eutético e as dendrites de alumínio primário, em ligas não modificadas e modificadas com estrôncio, de forma a analisar a influência do estrôncio como modificador da estrutura do silício eutético [29, 54]. Nogita *et al.* [54] verificaram que para uma liga Al-Si-Cu não modificada, o alumínio eutético e as dendrites da fase α -Al apresentavam a mesma orientação cristalográfica, o que sugere que o alumínio eutético nucleia e cresce a partir das dendrites de alumínio primário. Já na presença de estrôncio, os autores observaram que a orientação do alumínio eutético era diferente da das dendrites de alumínio primário existentes na vizinhança, o que leva a crer que o alumínio eutético nucleia separadamente no líquido interdendrítico. Dahle *et al.* [29] verificaram que para a mesma liga, quando não modificada, o alumínio eutético parecia nuclear nas pontas das dendrites. Na presença de estrôncio, os grãos de alumínio eutético nucleavam nas regiões intergranulares, de forma independente das dendrites da fase α -Al.

Esta técnica foi também já utilizada em ligas Al-Si com o objetivo de obter informações detalhadas sobre os tipos de compostos intermetálicos formados nestas ligas na presença de ferro, dado que na literatura ainda existe alguma confusão sobre a correta identificação destas fases. Kral *et al.* [55] observaram numa liga Al-11Si que a fase α possui uma estrutura cúbica $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_5\text{Si}_2$ e apresentava um parâmetro de rede $a = 1,256$ nm e que a fase β era consistente com a tetragonal $\text{Al}_3(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}_2$ e apresentava os parâmetros de rede $a = 0,607$ e $c = 0,950$ nm. No entanto, em ligas modificadas, estas fases α e β podem não apresentar a sua morfologia comum, escrita chinesa e finas agulhas, respetivamente, o que faz com que não possam ser identificadas pela sua morfologia.

Kral [49] verificou ainda que por vezes os compostos intermetálicos das fases α e β são incorretamente identificados. Em ligas Al-11,6%wt.Si modificadas com estrôncio, foi observado pelo autor que a fase α possui uma estrutura cúbica $\text{Al}_3(\text{Fe},\text{Mn})_5\text{Si}_2$ e apresentava um parâmetro de rede $a = 1,256$ nm. Os padrões de EBSD obtidos para as partículas em forma de placa, frequentemente identificadas na literatura como $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, eram consistentes com a fase tetragonal $\delta\text{-Al}_3(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}_2$, cujos parâmetros de rede eram $a = 0,607$ e $c = 0,950$ nm.

2.5 Análise térmica

É conhecido que a qualidade do banho de alumínio tem grande influência na qualidade do componente obtido, o que torna necessária a análise da microestrutural das amostras produzidas. Contudo, este tipo de análises são destrutivas, ou seja, causam a destruição do material em causa, e a sua realização requer algum tempo, o que a nível industrial nem sempre é viável. Deste modo, as técnicas não-destrutivas para avaliação da qualidade do metal líquido, onde se destaca a análise térmica, as medições de condutividade elétrica e as técnicas ultrassónicas, têm vindo a ganhar importância, na medida em que de forma rápida permitem avaliar a qualidade do metal líquido [11].

Atualmente existem diversas técnicas de análise térmica, sendo que todas elas permitem monitorizar as variações de temperatura na amostra em estudo durante o seu arrefecimento, permitindo observar as diferentes transformações de fase que esta sofre. Uma das técnicas muito usadas é a Análise Térmica Diferencial (DTA), em que o calor absorvido ou libertado pela amostra, devido a uma transformação de fase que tenha ocorrido, pode ser calculado pela diferença de temperatura entre os diferentes eventos térmicos que ocorrem na amostra e num cadinho de referência. Contudo, o equipamento de realização deste tipo de análises é caro e complexo e não é fiável para utilização a nível industrial [56]. Deste modo, tornou-se necessário o desenvolvimento de novas técnicas de análise térmica, para a obtenção de resultados com maior fiabilidade. Assim, surgiu a análise térmica que recorre a curvas de arrefecimento (CA-CCTA) para a determinação dos eventos térmicos que ocorrem numa amostra. Esta técnica é um método rápido e viável para avaliar o grau de afinação e modificação da estrutura, podendo ser realizada antes de se proceder ao seu vazamento [11]. A previsão do grau de afinação da estrutura baseia-se no facto de o sobreaquecimento

necessário ao início de solidificação da fase α -Al no metal líquido ser drasticamente reduzido em condições de nucleação heterogênea. Assim, quando a fase α -Al molha totalmente os núcleos heterogêneos, o metal líquido começa a solidificar, não sendo necessário ultrapassar a barreira do sobreaquecimento. O valor do sobreaquecimento obtido em condições de nucleação heterogênea pode então ser considerado uma medida direta do grau de afinação da estrutura. Este tipo de análises permite também prever o grau de modificação da estrutura eutética do silício ao analisar-se a depressão resultante da formação desta fase. Contudo, esta previsão é apenas qualitativa e não quantitativa [13].

Geralmente, as CA-CCTA são efetuadas ao colocar-se um ou mais termopares no interior de um molde onde está presente o metal líquido. Estes termopares estão ligados a um sistema de aquisição de dados, permitindo assim a captação dos diferentes valores de temperatura da amostra ou detetar as diferenças de temperaturas registadas nos termopares. Os valores de temperatura são registados em ordem ao tempo de solidificação, obtendo-se assim uma curva de arrefecimento, que é posteriormente analisada para determinação dos parâmetros metalúrgicos relativos às transformações de fase ocorridas durante a solidificação [11, 24, 57].

A realização de análises CC-CCTA em diferentes amostras pode fornecer informações relativas à composição química da liga, ao tipo de fases formadas durante a solidificação, tamanho de grão e nível de modificação do silício eutético, ponto de coerência dendrítica, calor latente de solidificação e fração de sólido. Permitem ainda determinar parâmetros como as temperaturas de *liquidus* e de *solidus* e temperaturas características relacionadas com a região eutética e com a formação de intermetálicos [10, 24]. As variações de declive e os pontos de inflexão presentes nas curvas de arrefecimento resultam de variações da quantidade de calor latente libertado durante a solidificação, sendo características da ocorrência de reações para a formação de diferentes fases. Assim, os principais eventos térmicos ocorridos podem ser analisados de forma mais detalhada ao recorrer-se à primeira e segunda derivadas das curvas de arrefecimento [24].

A partir da análise das curvas de arrefecimento e suas derivadas é possível determinar uma série de parâmetros relativos ao processo de solidificação do metal líquido, bem como correlacionar a curva de arrefecimento com o grau de afinação da amostra em análise. Contudo, há parâmetros, como o calor latente e a fração de sólido, que não conseguem ser obtidos diretamente a partir da

curva de arrefecimento, sendo necessário o uso de outro tipo de análises mais complexas, onde se destaca a análise Newtoniana e a análise de Fourier [58, 59]. Porém, este tipo de análises não vai ser alvo de estudo no presente trabalho.

CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 Materiais

A liga utilizada durante o presente trabalho foi uma liga da série 3.XX com composição próxima da liga A380 (AlSi9Cu3(Fe)), que é principalmente usada em processos de fundição em moldação permanente devido à elevada fluidez que possui. A sua composição química obtida através de Espectrometria de Emissão Ótica (OES) é apresentada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Composição química da liga a usar no presente trabalho, em percentagem de peso (%wt.).

Elemento	Si	Fe	Mg	Cu	Mn	Zn	Sn	Al
%Wt.	9,15	0,66	0,18	2,25	0,26	0,47	0,10	Bal.

A matéria-prima (0,2 kg) foi fundida e sobreaquecida até 700 °C num cadinho de SiC, colocado no interior de um forno de resistências (Fig. 3.1), tendo permanecido a essa temperatura cerca de 20 minutos, de forma a se homogeneizar o metal líquido. Seguidamente, procedeu-se a um tratamento de degaseificação do banho com Árgon, durante dois minutos.



Fig. 3.1 – Forno de resistências utilizado na fusão da liga AlSi9Cu3(Fe).

É conhecido que o uso de velocidades de arrefecimento mais elevadas pode levar à supressão de algumas fases durante o processo de solidificação ou à formação de outros compostos que não se formariam em condições de equilíbrio. Como a liga em estudo é normalmente aplicada a processos onde se utilizam elevadas velocidades de arrefecimento, nem sempre é possível observar claramente qual o efeito da aplicação de tratamentos de afinação e modificação na sua microestrutura. Assim, no presente trabalho começou-se por estudar qual o efeito da aplicação de ultrassons nesta liga para velocidades de arrefecimento mais baixas, por forma a avaliar em detalhe o tipo de fases formadas, bem como da sua morfologia. Numa fase final do trabalho, foram também realizados ensaios, com velocidades de arrefecimento mais elevadas, e em condições de solidificação semelhantes às usadas com esta liga em processos industriais.

Relativamente aos ensaios onde foram usadas velocidades de arrefecimento mais baixas, após fusão, homogeneização e desgaseificação, o metal líquido foi vazado para um cadinho de SiC. De forma a se estudar o efeito do uso de diferentes taxas de arrefecimento na microestrutura a obter, o vazamento foi efetuado em cadinhos pré-aquecidos a diferentes temperaturas, a saber, 600 e 400 °C, e cadinhos à temperatura ambiente. Para estudar o efeito que a aplicação de vibrações ultrassónicas tem na microestrutura formada, para cada temperatura de pré-aquecimento do cadinho, o material foi processado por ultrassons. Nestes ensaios, a aplicação de vibrações ultrassónicas começou logo após o vazamento do metal líquido para o cadinho, tendo sido aplicadas de forma contínua, no intervalo de temperaturas entre 700 e 585 °C (até à temperatura de *solidus*) e 700 e 565 °C (abaixo da temperatura de *solidus*). Por forma a se verificar o efeito deste tratamento na microestrutura, foram também produzidas amostras *as cast*. O arrefecimento do metal líquido ocorreu no interior do cadinho. A evolução da temperatura do metal ao longo do processo de solidificação foi medida através da colocação de termopares no centro do cadinho. O sistema de montagem experimental utilizado neste trabalho está representado na Fig. 3.2.

Como anteriormente referido, no presente trabalho foram também realizados ensaios em condições semelhantes às usadas industrialmente, de forma a avaliar o efeito da aplicação de tratamento por ultrassons ao metal líquido. Assim, foram produzidas amostras *as cast* e amostras processadas com US de forma contínua num intervalo de temperaturas entre 640 e 615 °C (até à temperatura de *liquidus*) e 700 e 580 °C. Nestes ensaios, o vazamento foi efetuado para uma moldação em aço com 40 mm de diâmetro e 120 mm de altura, pré-aquecida a 250 °C.

Relativamente à amostra tratada com US entre 640 e 615 °C, o tratamento ocorreu enquanto o material ainda estava dentro do cadinho (no interior do forno), e só depois é que se procedeu ao vazamento. Na amostra tratada até 580 °C, a aplicação de vibrações ultrassónicas ocorreu desde o momento do vazamento até o metal atingir a temperatura de 580 °C, tendo este tratamento sido aplicado quando o metal líquido já estava na moldação de aço. Na Tabela 3.2 são apresentadas todas as condições experimentais utilizadas no processamento das diferentes amostras.

A montagem experimental apresentada na Fig. 3.2 consiste num sistema de ultrassons que utiliza a nova unidade fornecimento de potência com tecnologia MMM (multifrequência, multimodo, modulada), um conversor de elevada potência (1200 W), um “*waveguide*” acústico com 30 mm de diâmetro e 150 mm de comprimento e uma carga acústica, que consiste num radiador acústico de Nióbio (Nb) com 20 mm de diâmetro e 75 mm de comprimento, e o metal líquido. Na produção das amostras tratadas por US foi utilizada uma potência de 300 W e frequência de 20,3±5kHz.

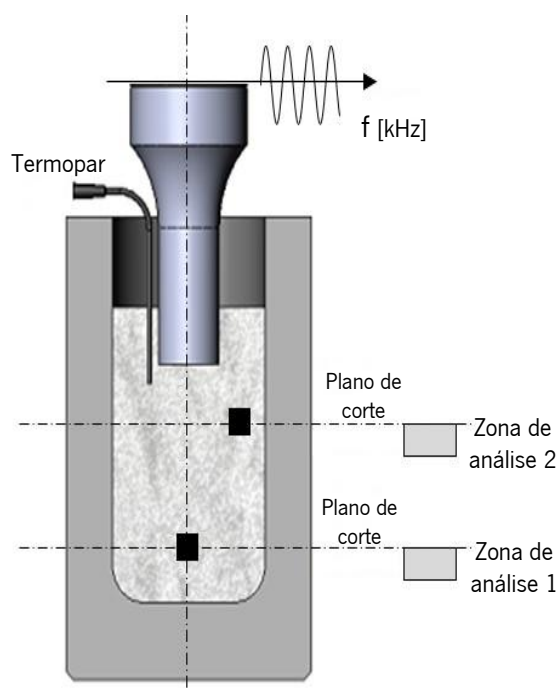


Fig. 3.2 – Representação esquemática da montagem experimental utilizada na realização do trabalho.

Tabela 3.2 – Resumo das condições experimentais usadas na produção das amostras.

Ensaio	Moldação	Temperatura da moldação [°C]	Descrição do ensaio
1	Cadinho de SiC	600	<i>As cast</i>
2	Cadinho de SiC	600	US até 585 °C
3	Cadinho de SiC	600	US até 565 °C
4	Cadinho de SiC	400	<i>As cast</i>
5	Cadinho de SiC	400	US até 585 °C
6	Cadinho de SiC	Temperatura ambiente	<i>As cast</i>
7	Cadinho de SiC	Temperatura ambiente	US até 585 °C
8	Moldação de aço	250	<i>As cast</i>
9	Moldação de aço	250	US até 615 °C
10	Moldação de aço	250	US até 580 °C

3.2 Técnicas experimentais

3.2.1 Preparação metalográfica

Após o vazamento procedeu-se ao corte das amostras em diferentes regiões, de forma a analisar as variações microestruturais nas diferentes amostras e em zonas de análise distintas. Assim, para cada condição utilizada foram obtidas duas amostras de diferentes zonas, no caso das produzidas em cadinho de SiC, e uma amostra do centro do provete, no caso das produzidas em moldação de aço, obtendo-se amostras com cerca de 1 cm de espessura. Para uma posterior análise microestrutural, as amostras foram sujeitas a operações de desbaste em lixas de SiC, cuja granulometria variou entre 180 e 4000 *mesh*. Após esta operação foram sujeitas a operações de polimento com partículas de diamante de 3 e 1 μm , efetuando-se o polimento final com uma suspensão de sílica coloidal (OPS) de 0.025 μm .

De forma a se ter uma melhor visualização da microestrutura das amostras para as análises de microscopia ótica, estas foram atacadas com reagente Dix-Keller durante cinco segundos. Para a

obtenção de imagens tridimensionais da morfologia dos compostos intermetálicos formados, algumas amostras foram atacadas com uma solução de HCl a 37%, durante 18 s.

3.2.2 Caracterização microestrutural

A caracterização estrutural das amostras produzidas foi efetuada recorrendo a diversas técnicas experimentais, onde se destaca a Microscopia Ótica (MO), Microscopia Eletrónica de Varrimento (SEM), Difração de Eletrões Retrodifundidos (EBSD) e Difração de Raios-X (XRD), tendo-se recorrido à Espectroscopia por Dispersão de Energias (EDS) para caracterização química das diferentes fases presentes nas amostras.

3.2.2.1 Microscopia ótica

A microscopia ótica foi utilizada como ferramenta primária para avaliação da microestrutura formada, nomeadamente no tipo de estrutura apresentada, tamanho de grão e morfologia do silício eutético e compostos intermetálicos.

O microscópio ótico utilizado foi um Leica DM2500 M existente no Departamento de Engenharia Mecânica (DEM), na Universidade do Minho. A medição do tamanho de grão foi efetuada recorrendo ao *software Image Pro Plus 6.0*.

A partir das imagens obtidas por MO foi possível efetuar medições para as amostras produzidas em diferentes condições do diâmetro médio de grão e circularidade, sendo esta última uma medida indicativa da forma circular dos grãos, ou seja, quanto mais próximo de 1 for este valor, mais circular é o grão. Assim, quando $R_N=1$, o grão é perfeitamente circular, ao passo que à medida que o valor de R_N vai diminuindo, obtém-se grãos com geometria mais alongada. O diâmetro médio de grão e a circularidade são calculados de acordo com as Eq. 1 e Eq. 2 [60], respetivamente:

$$d = 2 \times \sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad \text{Eq. 1}$$

$$R_N = \frac{4 \times \pi \times A}{P^2} \quad \text{Eq. 2}$$

Onde A e P são valores obtidos a partir do *software* e correspondem à área e perímetro do grão, respetivamente. As medições destes parâmetros foram efetuadas de acordo com a norma ASTM E112 Standard [61]. Para cada amostra foram efetuadas 30 medições em cinco campos diferentes.

3.2.2.2 Microscopia eletrónica de varrimento

Apesar de a microscopia ótica permitir avaliar alguns dos parâmetros microestruturais, esta possui baixa resolução e ampliação, o que não permite a observação detalhada de algumas características. Assim, de forma a se proceder a uma análise mais exaustiva do tipo e morfologia dos intermetálicos formados foram efetuadas análises de SEM.

Estas análises foram realizadas num microscópio eletrónico de varrimento NanoSEM – FEI Nova 200 (FEG/SEM); EDAX – Pegasus X4M (EDS/EBSD), existente no Serviço de Caracterização de Materiais da Universidade do Minho (SEMAT), o qual tem acoplado um sistema de microanálise por dispersão de energias de raios-X, que permite uma avaliação semi-quantitativa da composição química das diferentes fases analisadas. Na análise da composição química destas fases formadas foram utilizadas uma tensão de aceleração de 15 keV e um tempo de aquisição de 70 segundos.

3.2.2.3 Difração de eletrões retrodifundidos

As análises de EBSD foram realizadas com o objetivo de se obter informações detalhadas sobre a estrutura cristalina e composição química das amostras produzidas. Estas foram efetuadas num microscópio eletrónico FEI Quanta 400FEG ESEM, equipado com um sistema de análise de EDS e EBSD EDAX Genesis X4M, existente no CEMUP, na Universidade do Porto.

Relativamente a esta técnica, foram realizadas análises pontuais de fase, a partir das quais foram obtidos os padrões de EBSD, que fornecem informações sobre os parâmetros cristalográficos das fases analisadas.

Os padrões de *Kikuchi* determinados a partir da análise pontual de fase foram obtidos por indexação de padrões e por comparação com as fases já existentes nas bases de dados. As informações relativas às diferentes fases analisadas, como estrutura cristalina e parâmetros de rede, foram obtidas a partir dos dados já existentes relativos às fases indexadas.

3.2.2.4 Difração de raios-X

As análises de XRD foram realizadas como análises complementares às de EBSD, de forma a se confirmarem os resultados aí obtidos. A realização deste tipo de análises permite determinar os parâmetros de rede e estrutura cristalina das diferentes fases presentes na amostra. Adicionalmente, com a realização destas análises é ainda possível determinar a direção de crescimento dos grãos, bem como verificar a existência de orientações preferenciais de crescimento.

O equipamento utilizado na realização destas análises foi um difractor *Braker AXS*, equipado com uma fonte de radiação $\text{Cu-}\alpha$, existente no SEMAT, na Universidade do Minho.

3.2.3 Caracterização térmica

A caracterização térmica tem vindo a ser cada vez mais usada como uma técnica complementar da análise microestrutural, para se relacionar o tipo de microestrutura apresentada pela amostra com os resultados obtidos nas caracterizações térmicas. No presente trabalho foram realizados dois tipos de caracterizações térmicas: análises térmicas baseadas nas curvas de arrefecimento e análises de Calorimetria Diferencial de Varrimento (DSC).

3.2.3.1 Curvas de arrefecimento

Tal como já referido, a partir da evolução da temperatura da amostra durante a sua solidificação pretende-se conhecer quais as temperaturas críticas relativas à solidificação desta liga para diferentes velocidades de arrefecimento, bem como avaliar os efeitos que o uso de diferentes condições de processamento e solidificação têm na evolução da curva de arrefecimento. Tem-se ainda como objetivo fazer uma comparação com as microestruturas obtidas, de forma a se validar a aplicação deste método para avaliação do grau de afinação da amostra.

Para a obtenção das curvas de arrefecimento foram utilizados termopares do tipo K (*Chromel-Alume*), com diâmetro de 1 mm, que já incluem bainha metálica de proteção. O sistema de aquisição de dados, que permitiu a captação dos valores de temperatura durante a solidificação, foi um *CompactDAQ (cDAQ)*, da *National Instruments*. Para monitorização *online* e aquisição das temperaturas, foi utilizado o *software LabVIEW 7.1 Professional Development System*. No presente trabalho, foi colocado verticalmente um único termopar aproximadamente no centro da moldação. A

aquisição de dados foi realizada a uma taxa de duas amostras/segundo. O tratamento e análise das curvas de arrefecimento obtidas foram efetuados recorrendo ao *software OriginLab 8.5*.

São vários os fatores que podem afetar o processo de solidificação do fundido, onde se destaca a composição da liga e as condições de arrefecimento a que está a ser sujeito. A partir da análise de uma curva de arrefecimento é então possível determinar as temperaturas críticas do processo de solidificação. O estudo da primeira derivada permite determinar parâmetros como a velocidade de arrefecimento e os pontos de início e fim de formação das diferentes fases, o que não pode ser determinado diretamente a partir da curva de arrefecimento [24]. A análise da segunda derivada permite determinar com precisão a temperatura de nucleação das diferentes transformações que ocorrem durante a solidificação [62].

Em ligas da série 3.XX ocorrem três reações principais, a saber a formação da fase α -Al, a formação de silício eutético e das fases ricas em cobre (Al₂Cu), o que faz com que haja pelo menos três variações positivas na primeira derivada, associadas à formação de cada fase [63]. Para cada fase formada podem ser identificadas várias temperaturas críticas, como a temperatura de nucleação (T_N), a qual se refere ao momento em que ocorre a formação dos primeiros cristais da fase em análise. A temperatura de nucleação pode ser determinada a partir da segunda derivada, referindo-se ao momento em que esta sofre uma mudança brusca no seu declive [62]. Os outros dois parâmetros que podem ser obtidos a partir da libertação do calor latente são a temperatura mínima (T_{min}) e a temperatura de crescimento (T_c), que são relativos à temperatura mínima atingida durante a formação da fase em questão e à temperatura a que os cristais dessa fase começam a crescer, respetivamente.

No que concerne ao patamar de formação da fase α -Al, podem ser calculados dois intervalos de temperaturas, nomeadamente, o intervalo de sobrearrefecimento (ΔT_N) e o intervalo de recalescência ou recalescência do sobrearrefecimento (ΔT_R). O intervalo de sobrearrefecimento refere-se ao momento em que a amostra a solidificar sofre uma diminuição da temperatura até um valor abaixo da temperatura de transformação de fase, sem ocorrer qualquer transformação. O valor de ΔT_N é a diferença entre a temperatura de nucleação (T_N) da fase e a temperatura mínima (T_{min}). A recalescência pode ser então definida como a última etapa de um processo de sobrearrefecimento,

em que há o aumento da temperatura da amostra até à sua temperatura de transformação. O valor do intervalo de recalescência pode ser então calculado a partir da diferença entre T_G e T_{Min} [24, 64].

Para o patamar de formação do silício eutético e das fases de cobre, as temperaturas críticas a determinar são também T_N , T_{Min} e T_G , podendo para o caso do patamar de silício eutético serem calculados os intervalos de sobrearrefecimento e recalescência [63]. A partir da curva de arrefecimento pode ainda ser determinada a temperatura de fim de solidificação (T_s), que ocorre no momento em que deixa de haver qualquer variação do declive da primeira derivada da função. O intervalo de solidificação (ΔT_s) é definido como a diferença entre a temperatura de início ($T_{N,\alpha}$) e fim de solidificação (T_s) [24].

Na Tabela 3.3 estão apresentados os principais eventos térmicos que ocorrem durante o processo de solidificação, bem como a designação atribuída a cada um no presente trabalho. Os eventos numerados na Tabela 3.3 podem ser observados nas Fig. 3.3 e Fig. 3.4.

Tabela 3.3 - Parâmetros característicos do processo de solidificação e respectivas abreviações [24, 64].

Evento	Temperatura	Tempo	Descrição
1	$T_{N,\alpha}$	$t_{N,\alpha}$	Temperatura de nucleação da fase α -Al. É considerada a temperatura de <i>liquidus</i> , dado que é a primeira transformação de fase a ocorrer.
2	$T_{Min,\alpha}$	$t_{Min,\alpha}$	Temperatura mínima da fase α -Al.
3	$T_{G,\alpha}$	$t_{G,\alpha}$	Temperatura de crescimento da fase α -Al.
4	$\Delta T_{N,\alpha}$	$\Delta t_{N,\alpha}$	Intervalo de sobrearrefecimento ($\Delta T_{N,\alpha} = T_{N,\alpha} - T_{Min,\alpha}$).
5	$\Delta T_{R,\alpha}$	$\Delta t_{R,\alpha}$	Intervalo de recalescência ($\Delta T_{R,\alpha} = T_{G,\alpha} - T_{Min,\alpha}$).
6	$T_{N,Si}$	$t_{N,Si}$	Temperatura de nucleação do eutético Al-Si.
---	$T_{Min,Si}$	$t_{Min,Si}$	Temperatura mínima do eutético Al-Si.
7	$T_{G,Si}$	$t_{G,Si}$	Temperatura de crescimento do eutético Al-Si.
8	$T_{N,Cu}$	$t_{N,Cu}$	Temperatura de nucleação das fases ricas em cobre.
---	$T_{Min,Cu}$	$t_{Min,Cu}$	Temperatura mínima das fases ricas em cobre.
9	$T_{G,Cu}$	$t_{G,Cu}$	Temperatura de crescimento das fases ricas em cobre.
10	T_s	t_s	Temperatura de fim de solidificação. Também designada por temperatura de <i>solidus</i> .
11	ΔT_s	Δt_s	Intervalo de solidificação ($\Delta T_s = T_{N,\alpha} - T_s$)

A partir das curvas de arrefecimento é ainda possível determinar a velocidade de arrefecimento da amostra a solidificar recorrendo à Eq. 3 [65]:

$$CR = \frac{T_L - T_S}{t_S - t_L} \text{ [}^\circ\text{C/s]} \quad \text{Eq. 3}$$

Onde T_L representa a temperatura de *liquidus* ou temperatura de nucleação da fase α -Al e T_S a temperatura de *solidus*, correspondendo t_L e t_S aos tempos referentes às temperaturas de *liquidus* e *solidus*, respetivamente.

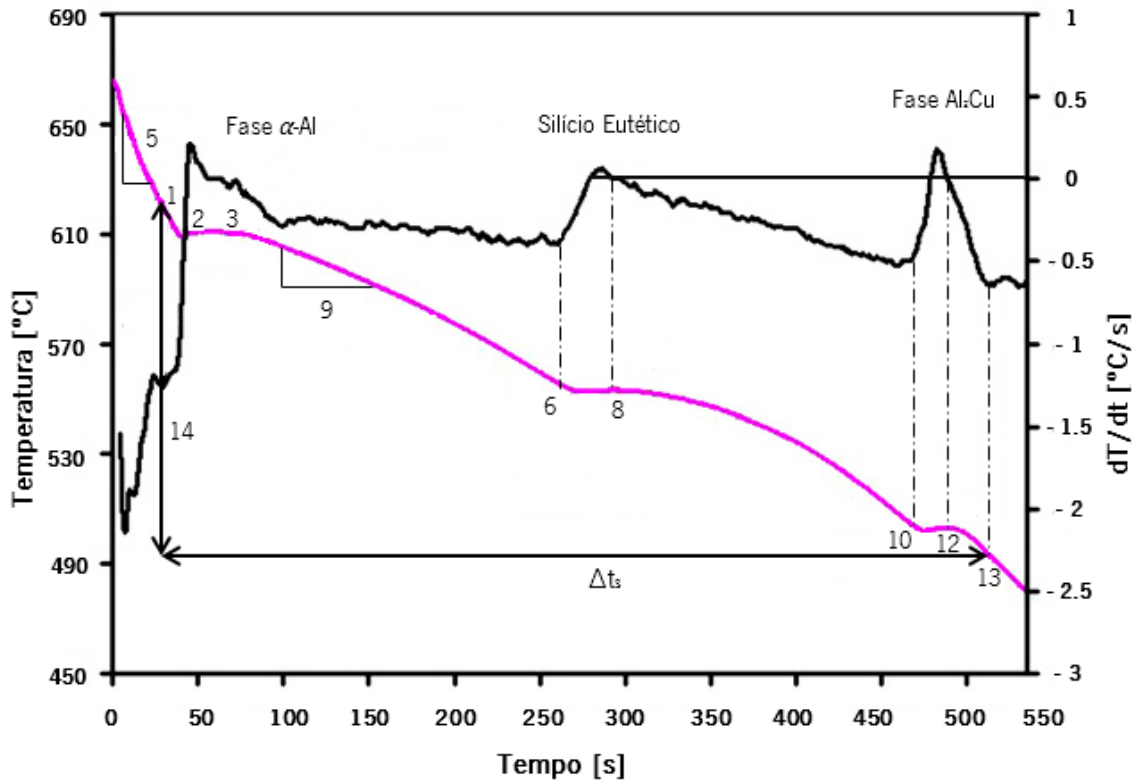


Fig. 3.3 – Curva de arrefecimento, respetiva primeira derivada e principais parâmetros de solidificação que podem ser obtidos a partir destas, para uma liga 319 (AlSi6Cu3). Adaptado de [24].

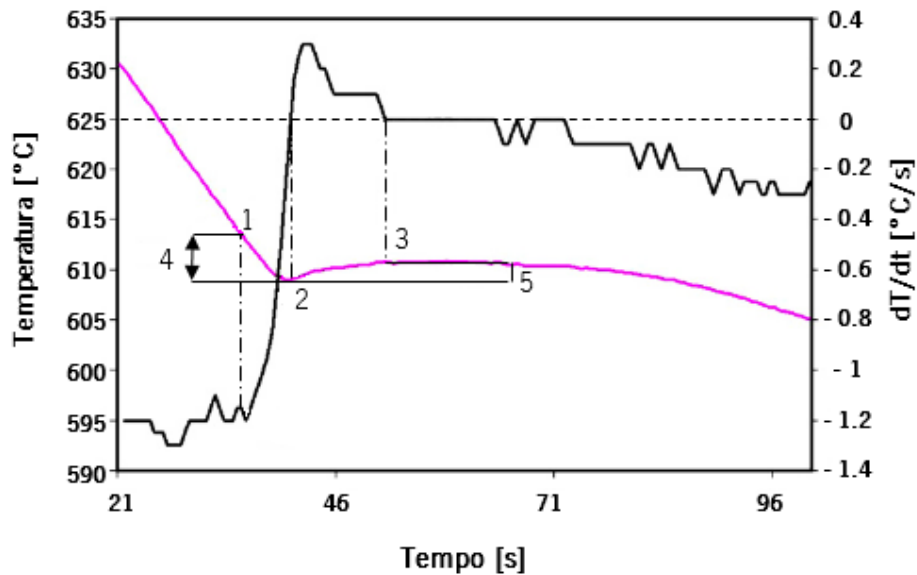


Fig. 3.4 – Curva de arrefecimento, primeira derivada e parâmetros críticos de solidificação que podem ser obtidos a partir delas, relativos à zona de *liquidus*, para uma liga 319. Adaptado de [24].

Na Fig. 3.3 e Fig. 3.4 está então apresentada uma curva de arrefecimento de uma liga AlSi6Cu3 (A319), bem como a sua primeira derivada em ordem ao tempo de solidificação. A derivada em cada ponto representa a taxa de arrefecimento do fundido na amostra a solidificar. Assim, um aumento da derivada indica que houve um aumento da temperatura da amostra, devido à libertação de calor latente de solidificação, que resultou da formação de uma nova fase. Deste modo, variações positivas na primeira derivada das curvas de arrefecimento estão associadas à formação de novas fases [56].

3.2.3.2 Calorimetria diferencial de varrimento

As análises de DSC permitem determinar as temperaturas de transformação das diferentes fases formadas. No presente trabalho, estas foram realizadas com o intuito de se analisar as temperaturas de transformação associadas à formação das fases existentes, nas amostras produzidas com diferentes condições de processamento.

O equipamento utilizado na realização destes ensaios foi *SDT 2960 Simultaneous DSC-TGA* da *TA Instruments*, existente no DEM, na Universidade do Minho. As análises foram realizadas a uma velocidade de varrimento de 5 °C/min, dado que para velocidades de arrefecimento superiores algumas reações podem ser suprimidas, sendo apenas visíveis quando são usadas velocidades de arrefecimento mais baixas.

3.2.4 Caracterização mecânica

De forma a se analisar as propriedades mecânicas, foram realizados ensaios de microdurezas Vickers, em amostras *as cast* e processadas com ultrassons.

Os ensaios foram realizados num durómetro *Durascan* da *Emco-Test*, existente no Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade do Minho. Na realização destes ensaios foi aplicada uma carga de 10 g durante 15 segundos. Para cada fase foram realizadas 10 indentações, sendo que o valor de dureza apresentado é uma média dos valores obtidos para as indentações.

CAPÍTULO 4 – APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DE RESULTADOS

Neste capítulo apresenta-se os resultados obtidos durante a realização do presente trabalho. Em primeiro lugar são apresentados os resultados relativos à caracterização microestrutural da liga utilizada, sendo depois expostos os referentes à caracterização morfológica dos compostos intermetálicos. Para cada um destes subcapítulos serão discutidos os resultados para os dois tipos de amostras produzidas (com velocidade de arrefecimento lenta e rápida, respetivamente) e analisado o efeito do processamento por ultrassons do metal líquido. Numa fase posterior serão apresentados os resultados referentes às análises térmicas efetuadas nas amostras produzidas em cadinho de SiC.

4.1 Caracterização microestrutural da liga AlSi9Cu3

Neste subcapítulo apresenta-se e discute-se os resultados relativos às amostras produzidas em cadinho de SiC, bem como os referentes às amostras produzidas em moldação de aço. Assim, a secção 4.1.1 refere-se às amostras produzidas com velocidades de arrefecimento mais baixas e a 4.2.2 às produzidas em moldação de aço.

4.1.1 Amostras produzidas em cadinho de SiC

- **Amostras *as cast***

De forma a se comparar o efeito da velocidade de arrefecimento no tipo de estrutura formada, foram analisadas através de microscopia ótica as diferentes amostras *as cast* produzidas. Na Fig. 4.1 estão apresentadas as microestruturas relativas a estas amostras, produzidas em cadinho de SiC, pré-aquecido a diferentes temperaturas. As microestruturas foram obtidas na Zona de análise 1 (ver Fig. 3.2).

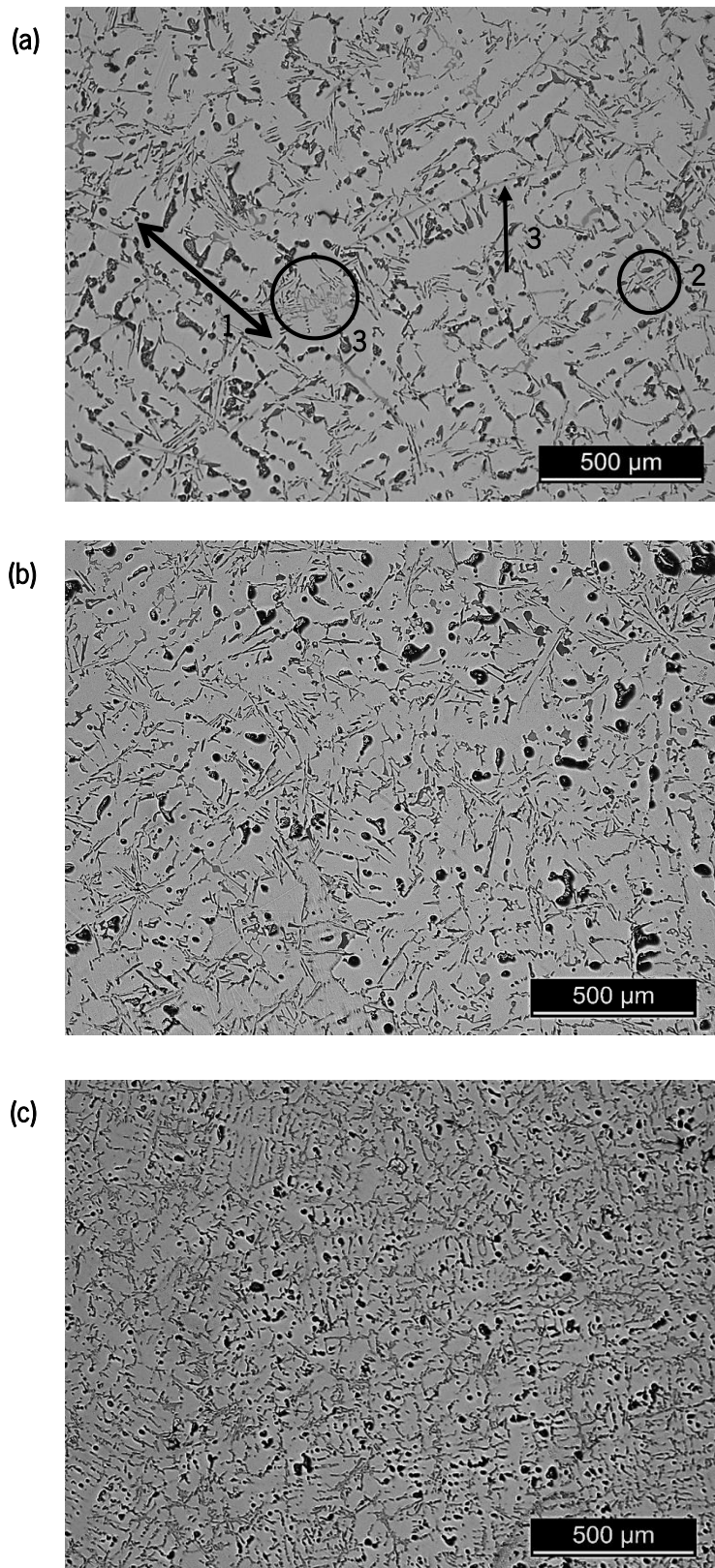


Fig. 4.1 – Microestruturas das amostras *as cast* produzidas em cadinho de SiC, relativas à Zona de análise 1, para diferentes temperaturas de pré-aquecimento: (a) 600 °C, (b) 400 °C, (c) temperatura ambiente, onde (1) representa uma dendrite da fase α -Al, (2) partículas de silício eutético e (3) compostos intermetálicos.

Analisando as imagens acima apresentadas, é claramente visível que com o aumento da velocidade de arrefecimento há a formação de uma estrutura mais fina. Para a amostra produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 600 °C é notória a presença de partículas de maiores dimensões que nas restantes amostras, principalmente no que diz respeito às dendrites de alumínio primário (1), às partículas de silício eutético (2) e aos compostos intermetálicos (3). Estes resultados estão de acordo com os obtidos por Dobrzański *et al.* [66], que verificou que para uma liga AlSi9Cu, o aumento da velocidade de arrefecimento promove uma diminuição do tamanho de grão e do espaçamento secundário entre os braços das dendrites (SDAS), levando à obtenção de estruturas mais afinadas. Com a diminuição da temperatura de pré-aquecimento do cadinho, as fases apresentam menores dimensões, dado que o tempo que têm para se formarem é menor [1]. Contudo, e apesar de a velocidade de arrefecimento aumentar, verifica-se que todas as amostras possuem uma estrutura dendrítica. A formação deste tipo de estruturas ocorre quando a taxa de nucleação não é muito elevada, não havendo muitos grãos a nuclear, o que implica que estes tenham mais espaço para crescer, levando à formação deste tipo de estruturas [23]. A partir da análise das imagens acima é ainda de notar que, apesar de para maiores velocidades de arrefecimento haver uma diminuição das dimensões das fases, não foi verificada qualquer alteração na morfologia do silício eutético, isto é, apesar de este apresentar menores dimensões, mantém a sua morfologia lamelar.

Para além de se ter comparado o tipo de estrutura formada para diferentes velocidades de arrefecimento, foi ainda comparado, para a mesma amostra, o tipo de estrutura formada nas duas zonas de análise distintas, estando a Zona de análise 1 localizada na parte inferior do cadinho e Zona de análise 2 na parte superior (Fig. 3.2). Na Fig. 4.2 estão apresentadas as microestruturas relativas às duas zonas analisadas para a amostra *as cast* produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C. De acordo com a Fig. 4.2 observa-se que não há diferenças significativas no tipo de estrutura formada, dado que o grau de afinação é semelhante nas duas zonas de análise, apresentando as duas uma estrutura tipicamente dendrítica. Deste modo, e como os resultados obtidos após a comparação entre as duas zonas analisadas para as várias amostras foram semelhantes aos aqui apresentados, optou-se apenas por mostrar os relativos à amostra produzida em cadinho pré-aquecido a 400 °C.

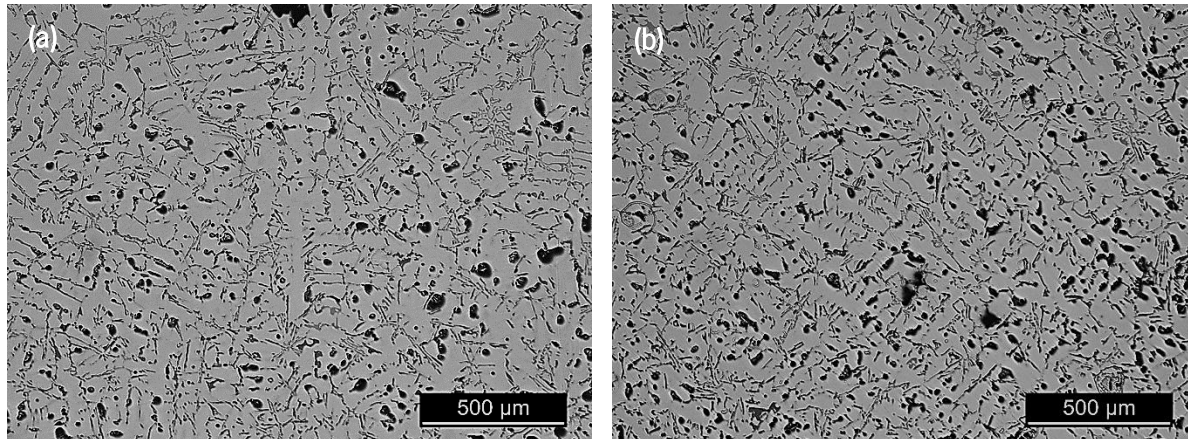


Fig. 4.2– Microestruturas das amostras *as cast* produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C, obtidas em diferentes zonas da amostra: (a) Zona de análise 1, (b) Zona de análise 2.

- Amostras processadas com US

Para a avaliação do efeito da aplicação de tratamento por ultrassons ao metal líquido no tipo de estrutura formada, bem como no seu grau de afinação, foram produzidas amostras processadas com US em cadinhos de SiC pré-aquecidos a diferentes temperaturas, as mesmas que para as amostras *as cast*. Foram também produzidas amostras em que este tratamento foi aplicado em diferentes intervalos de temperaturas, de forma a se avaliar se o intervalo de aplicação das vibrações ultrassônicas apresenta alguma influência no tipo de estrutura formada.

Na Fig. 4.3 estão apresentadas as microestruturas das amostras produzidas em cadinho pré-aquecido a 600 °C, em que o tratamento por ultrassons ocorreu em diferentes intervalos de temperatura. Assim, nestas amostras o processamento foi efetuado entre 700-585 °C (até à temperatura de *solidus*) e 700-565 °C (20 °C abaixo da temperatura de *solidus*), respetivamente. Da análise das microestruturas verifica-se que as duas amostras possuem uma estrutura não dendrítica, sendo o grau de afinação de ambas muito semelhante. Uma possível explicação para a não alteração do grau de afinação da estrutura é que a formação da fase α -Al ocorre entre a temperatura de *liquidus* e a temperatura de *solidus*, o que faz com que as duas amostras tenham sido sujeitas a tratamento por US nesse intervalo, daí apresentarem uma estrutura similar. A Fig. 4.4 mostra com maior detalhe a microestrutura obtida para as amostras produzidas em cadinho pré-aquecido a 600 °C. A partir da análise da imagem observa-se que as dimensões das partículas de silício eutético são semelhantes nas duas amostras, ou seja, a continuação da aplicação do tratamento por US até 565 °C não

promoveu modificação das partículas de silício. Esta não modificação pode ser justificada pelo uso de velocidades de arrefecimento mais baixas, dado que umas das formas mais eficazes de modificação do silício é o uso de elevadas velocidades de arrefecimento [1]. Assim, a partir desta análise verifica-se que a aplicação deste tipo de tratamento abaixo da linha de *solidus* não tem qualquer efeito na afinação e modificação da estrutura. Deste modo o processamento com US a temperaturas abaixo da linha de *solidus* não traz qualquer vantagem para obtenção de estruturas mais afinadas, sendo aconselhável a aplicação do tratamento por ultrassons no intervalo de temperaturas entre a temperatura de vazamento e a temperatura de *solidus*. De acordo com estes resultados optou-se, para as restantes temperaturas de pré-aquecimento do cadinho, apenas por tratar o metal líquido com ultrassons no intervalo entre a temperatura de vazamento e 585 °C.

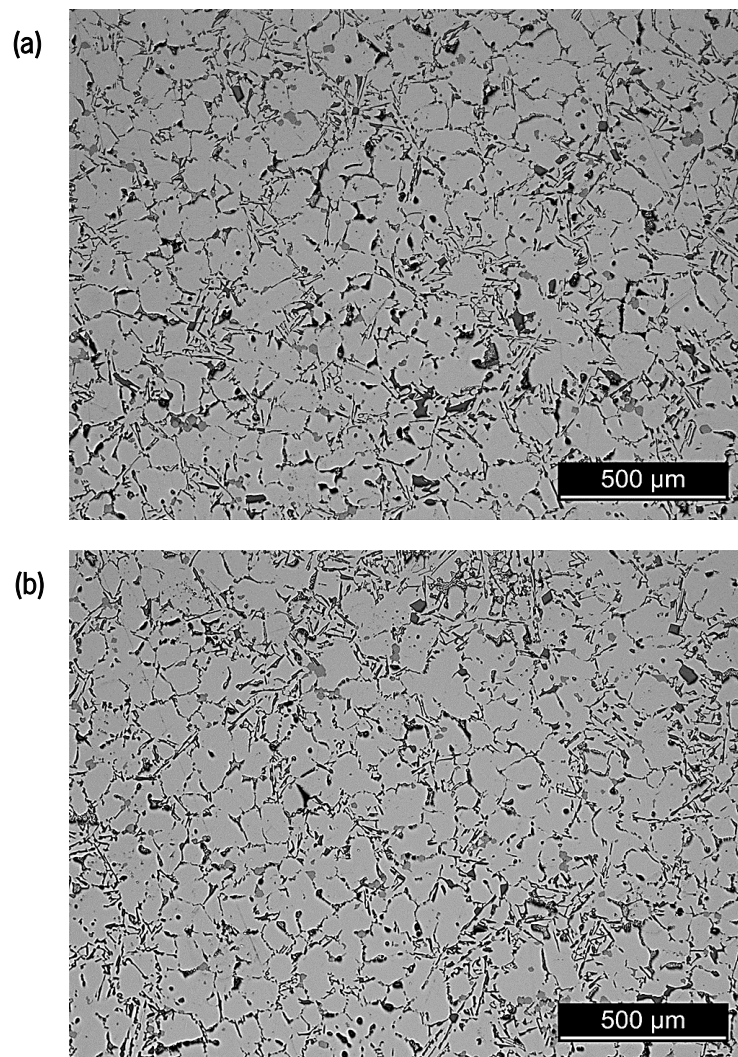


Fig. 4.3 – Microestruturas obtidas para as amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 600 °C, relativas à zona de análise 1, processadas com US em diferentes intervalos de temperatura: (a) 700-585 °C, (b) 700-565 °C.

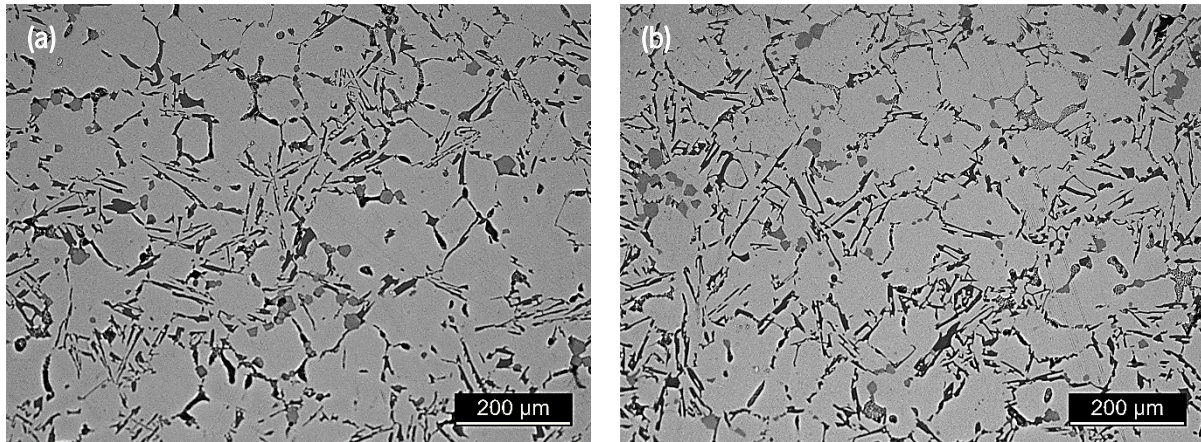


Fig. 4.4 – Microestruturas obtidas para as amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 600 °C, relativas à zona de análise 1, processadas com US em diferentes intervalos de temperatura: (a) 700-585 °C, (b) 700-565 °C, obtidas com uma maior ampliação.

Nas Fig. 4.5 e Fig. 4.6 estão apresentadas as microestruturas relativas às amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C e à temperatura ambiente, respetivamente, de forma a avaliar qual o efeito do uso de velocidades de arrefecimento superiores conjugado com o processamento com US.

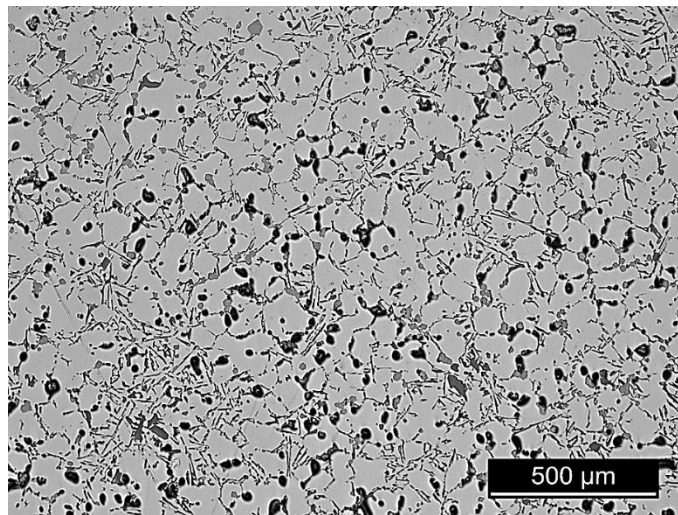


Fig. 4.5 – Microestrutura da amostra produzida em cadinho de SiC, pré-aquecido a 400 °C, e processada com US no intervalo 700-585 °C, obtida na zona de análise 1.

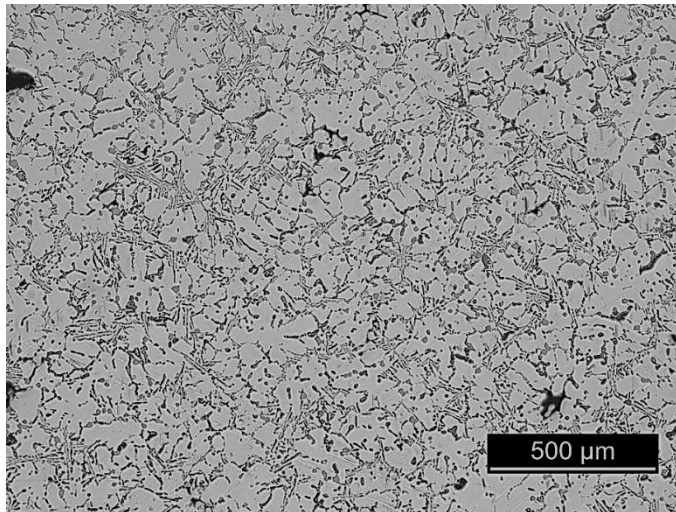


Fig. 4.6 – Microestrutura da amostra produzida em cadinho de SiC, à temperatura ambiente, e processada com US no intervalo 700-585 °C, obtida na zona de análise 1.

Ao aplicar o processamento por ultrassons desde o vazamento até à temperatura de *solidus*, para velocidades de arrefecimento mais lentas, verifica-se que há a formação de estruturas não dendríticas, contudo ainda grosseiras (ver Fig. 4.3). Com o uso de maiores velocidades de arrefecimento e aplicação do tratamento por US verifica-se também a formação de estruturas não dendríticas e que vão ficando mais globulares (Fig. 4.5 e Fig. 4.6), o que indica a ocorrência de afinação. Porém, na amostra produzida em cadinho de SiC à temperatura ambiente, a estrutura é tipicamente em forma rosetas. A não formação de estruturas dendríticas em amostras tratadas por US pode ser justificada pela ocorrência do mecanismo de cavitação, que induz fenómenos de nucleação heterogénea [23]. A justificação mais provável para facto de a amostra produzida em cadinho à temperatura ambiente possuir uma estrutura em forma de rosetas é que o ensaio não foi realizado nas melhores condições. Deste modo, sugere-se a repetição deste ensaio para a obtenção de resultados fiáveis.

Ao fazer-se uma análise qualitativa global das amostras produzidas em cadinho de SiC, verifica-se que o processamento com US promove a formação de estruturas não dendríticas. Este facto vai de acordo com os resultados obtidos por Puga *et al.* [23], que observou que a aplicação do tratamento por ultrassons ao metal líquido promove a formação de grãos globulares da fase α -Al. Foi também já reportado por Jian *et al.* [33] que a aplicação deste tipo de tratamento a uma liga A356 (AlSi7Mg0,4) promove a formação de uma estrutura globular em vez da estrutura dendrítica existente em amostras *as cast.* Porém, a partir das microestruturas apresentadas, nada se pode referir quanto ao efeito deste

tratamento na modificação do silício eutético. Comparando os resultados obtidos para os dois tipos de amostras produzidas verificou-se que em ambos os casos o uso de velocidades de arrefecimento mais elevadas promove uma maior afinação da estrutura. No entanto, a avaliação do grau de afinação foi apenas qualitativa. De forma a se poder fazer uma avaliação quantitativa da afinação da estrutura para as diferentes amostras produzidas, foram realizadas medições do tamanho de grão. Para cada amostra foram efetuadas cerca de 150 medições, de forma aleatória, em cinco campos distintos. Os resultados dessas medições estão apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Tamanho médio de grão obtido para as diferentes amostras produzidas em cadinho de SiC, relativamente às duas zonas de análise, onde UST corresponde à designação dada às amostras processadas com US. O valor colocado entre parênteses indica a temperatura de pré-aquecimento do cadinho.

Amostra	Zona 1		Zona 2	
	$D_M [\mu m]$	R_N	$D_M [\mu m]$	R_N
<i>As cast</i> (600 °C)	Dendrítica	---	Dendrítica	---
UST até 585 °C (600 °C)	157,8 ± 16,9	0,78 ± 0,07	154,7 ± 15,2	0,77 ± 0,08
UST até 565 °C (600 °C)	167,1 ± 15,9	0,74 ± 0,08	149,9 ± 15,3	0,81 ± 0,07
<i>As cast</i> (400 °C)	Dendrítica	---	Dendrítica	---
UST até 585 °C (400 °C)	120,8 ± 11,2	0,77 ± 0,08	126,9 ± 9,3	0,77 ± 0,08
<i>As cast</i> (25 °C)	Dendrítica	---	Dendrítica	---
UST até 585 °C (25 °C)	94,9 ± 10,9	0,78 ± 0,07	83,4 ± 10,4	0,77 ± 0,07

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 4.1 verifica-se que devido à estrutura dendrítica apresentada pelas amostras *as cast* não foi possível determinar o tamanho médio de grão, tendo sido apenas feita a avaliação qualitativa da microestrutura. Para as amostras processadas com US em cadinho pré-aquecido a 600 °C observa-se que os tamanhos de grão obtidos são semelhantes, o que está em concordância com o que já foi sugerido acima, ou seja, a aplicação de US até 565 °C não tem qualquer efeito adicional no grau de afinação da estrutura, quando comparada com o processamento efetuado até 585 °C. Analisando os tamanhos de grão obtidos para as diferentes temperaturas de pré-aquecimento do cadinho é de notar que há uma diminuição do tamanho médio em cerca de 30 μm entre as amostras produzidas nas diferentes condições, sendo

esta diminuição justificada pelo uso de maiores velocidades de arrefecimento conjugado com a aplicação deste tipo de tratamento. Ao comparar-se as duas zonas de análise referentes às amostras tratadas por US, é verificável que as diferenças entre os tamanhos de grão são pouco significativas, em que, tal como para as amostras *as cast*, se pode dizer que o tipo de estrutura formada é semelhante nas duas zonas da amostra analisadas.

Relativamente à circularidade apresentada pelas amostras, a proximidade de valores obtidos faz com que não se possam tirar ilações sobre eles.

4.1.2 Amostras produzidas em moldação de aço

Tendo em conta que a liga em estudo no presente trabalho é principalmente usada para fundição em moldação permanente, as velocidades de arrefecimento até agora aplicadas não são representativas das utilizadas na prática. Assim, optou-se por analisar o efeito do tratamento por ultrassons em amostras produzidas em moldação de aço, cuja velocidade de arrefecimento é próxima das usadas industrialmente para esta liga. Na Fig. 4.7 estão apresentadas as microestruturas relativas às diferentes amostras produzidas em moldação de aço.

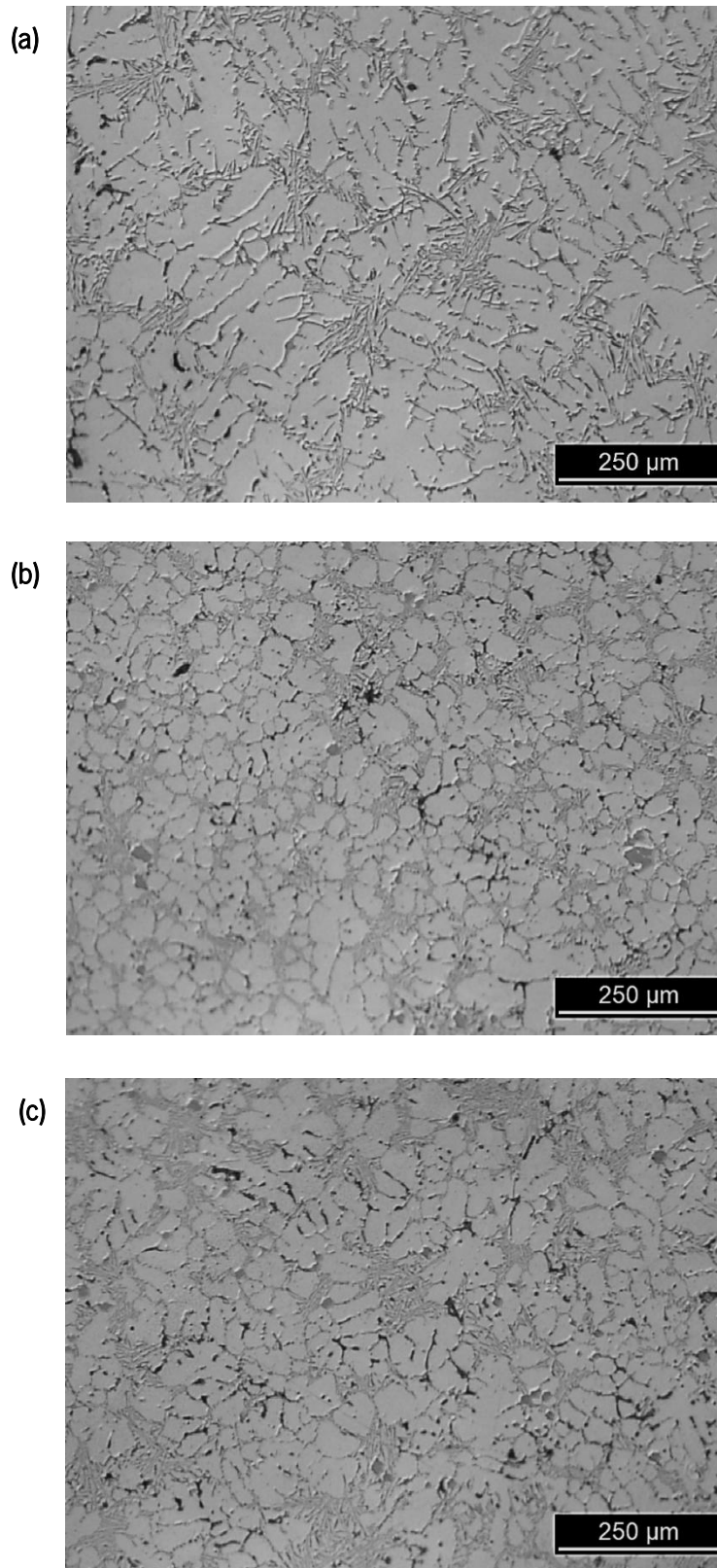


Fig. 4.7 – Microestruturas obtidas para as amostras produzidas em moldação de aço, com diferentes condições de processamento: (a) *as cast*, (b) processada com US no intervalo 640-615 °C, (c) processada com US entre 700-580 °C.

Observando as imagens acima apresentadas, verifica-se uma clara diferença no tipo de estrutura apresentada pela amostra *as cast* quando comparada com as processadas com US. Enquanto que a primeira apresenta uma estrutura puramente dendrítica, as outras apresentam uma estrutura globular e em forma de rosetas, respetivamente. Assim, é possível referir que o tratamento por ultrassons é eficaz em modificar a estrutura dendrítica típica das amostras *as cast*, para uma estrutura globular. No entanto, comparando as microestruturas obtidas para as amostras processadas com US verifica-se que a que sofreu um tratamento quase isotérmico apresenta uma estrutura mais globular, enquanto que a que sofreu um tratamento contínuo apresenta em forma de rosetas. A justificação para este facto é que, tal como aconteceu na amostra produzida em cadinho de SiC, o ensaio muito provavelmente não foi realizado nas melhores condições, sendo aconselhável a sua repetição. É ainda de notar, a partir da observação das microestruturas, que nas amostras processadas por US há um refinamento das partículas de silício, bem como uma ligeira modificação de uma morfologia lamelar para uma mais fibrosa, podendo esta ser justificada pelo uso de maiores velocidades de arrefecimento.

De forma a se avaliar quantitativamente o grau de afinação das amostras produzidas em moldação de aço, foram também efetuadas medições ao tamanho de grão, sendo que para cada amostra foram realizadas cerca de 150 medições, de forma aleatória, em cinco campos distintos. Na Tabela 4.2 estão apresentados os resultados das medições do tamanho médio de grão.

Tabela 4.2 – Tamanho médio de grão relativos às amostras produzidas em moldação de aço.

Amostra	Zona 1	
	$D_m [\mu m]$	R_v
<i>As cast</i>	Dendrítica	---
Processada com US 640-615 °C	51,2 ± 8,5	0,91 ± 0,05
Processada com US 700-580 °C	61,9 ± 5,4	0,81 ± 0,06

Os dados apresentados na Tabela 4.2 vêm confirmar os resultados obtidos a partir das microestruturas acima expostas, em que a aplicação de vibrações ultrassónicas promove a formação de estruturas mais afinadas, havendo uma diminuição do tamanho médio de grão da amostra. Estes

resultados estão de acordo com os obtidos por Puga *et al.* [23], que para a aplicação do tratamento por US a 615 °C, com potência de 600 W, obteve grãos globulares com tamanho médio de 41 μm . Contudo, o uso de potências mais baixas, como as usadas no presente trabalho, levam à obtenção de menores graus de afinação. Como a amostra *as cast* apresenta uma estrutura dendrítica, não foi possível realizar medições do tamanho de grão. Relativamente às processadas com US em diferentes condições, verifica-se que o tamanho médio de grão obtido para a amostra tratada por US entre 640-615 °C é menor que o da tratada até 580 °C, o que vai de acordo com as microestruturas obtidas, onde se verifica que para esta última, a estrutura apresentada é menos afinada, possuindo um tamanho médio de grão mais elevado. Resultado este que pode ser justificado pelos valores de circularidade obtidos para as duas amostras. Além disso, observa-se ainda que esta estrutura aparece sob a forma de rosetas e não sob a forma globular. Assim, após a análise destes resultados, verifica-se que uma melhor afinação da estrutura é conseguida quando o tratamento do metal líquido por ultrassons é efetuado a temperaturas entre 640-615 °C, ou seja, ligeiramente acima da temperatura de *liquidus*.

Uma análise global das microestruturas obtidas para a liga AlSi9Cu3(Fe) quando produzida com diferentes velocidades de arrefecimento sugere que o processamento com ultrassons é eficaz em promover a formação de estruturas não dendríticas, independentemente das velocidades de arrefecimento usadas. Porém, para maiores velocidades de arrefecimento, obtém-se também estruturas mais globulares. No entanto, o fator determinante para a formação de estruturas globulares é o processamento do metal líquido com ultrassons, não tendo a velocidade de arrefecimento efeito na obtenção deste tipo de estruturas. Apesar disso, a velocidade de arrefecimento afeta de forma significativa o tamanho médio de grão apresentado pela amostra, tendo assim influência no grau de afinação da estrutura.

Comparando as amostras produzidas em cadinho de SiC com as produzidas em moldação de aço, observa-se que em ambas o tempo de aplicação do tratamento tem influência no tipo de estrutura formada, sendo que maiores tempos de aplicação levam à obtenção de estruturas mais globulares. Relativamente à modificação da morfologia do silício eutético não se podem tirar grandes ilações a partir dos resultados obtidos, sendo que apenas se pode referir uma diminuição das dimensões dessas partículas e uma ligeira modificação com o aumento da velocidade de arrefecimento.

4.2 Caracterização morfológica dos intermetálicos

Tal como no subcapítulo anterior, a secção 4.2.1 é referente à apresentação e discussão dos resultados obtidos para as amostras produzidas em cadinho de SiC, sendo a 4.2.2 relativa às amostras produzidas em moldação de aço.

4.2.1 Amostras produzidas em cadinho de SiC

- Amostras *as cast*

Após uma análise cuidada das imagens de microscopia ótica das amostras *as cast* produzidas, verifica-se que a morfologia que os compostos intermetálicos apresentavam era semelhante. Nas figuras seguintes estão apresentadas microestruturas referentes a amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C, da zona de análise 1, visto que estas são representativas do tipo de fases apresentadas pelas amostras produzidas em diferentes condições. Nas Fig. 4.8 e Fig. 4.9 estão apresentadas imagens de microscopia eletrónica de varrimento (SEM), que mostram a morfologia que os compostos existentes nas amostras *as cast* possuem.

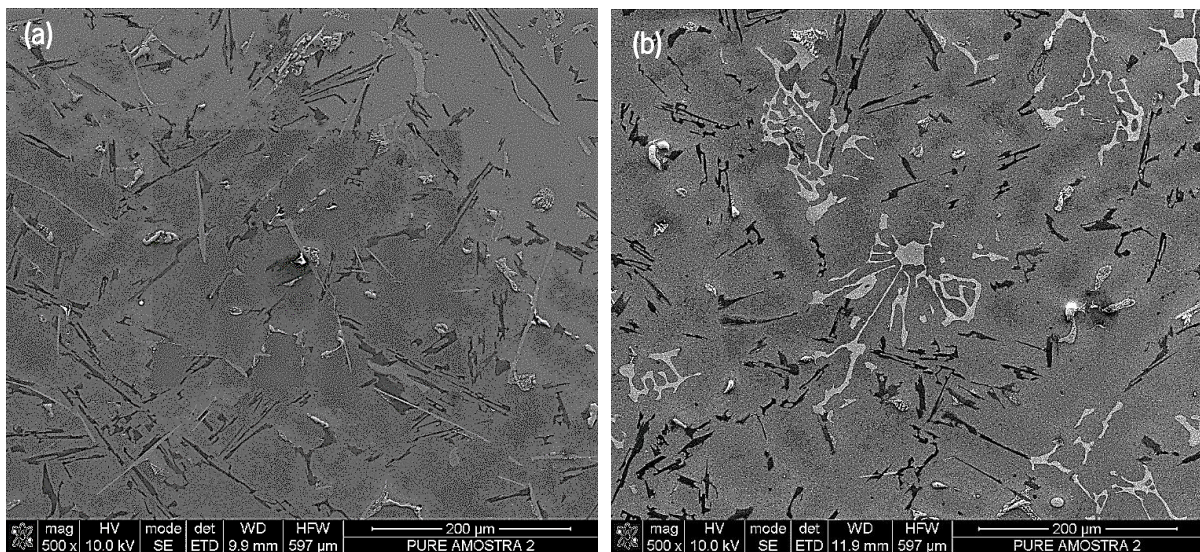


Fig. 4.8 – Imagem SEM dos diferentes tipos de intermetálicos existentes na amostra *as cast*, produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C: (a) compostos em forma de agulha, (b) intermetálicos na forma de escrita chinesa.

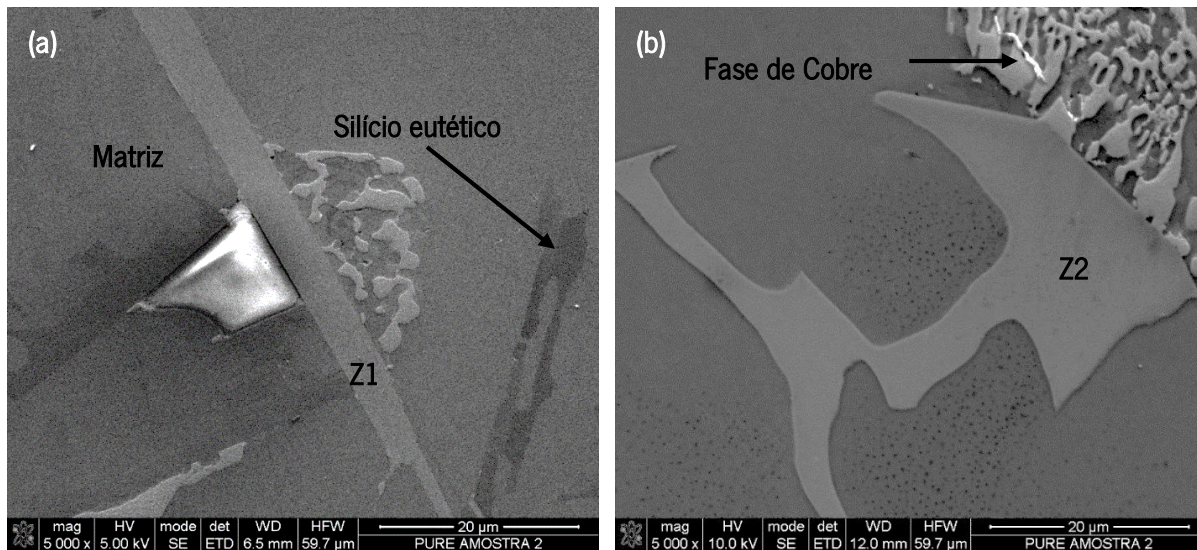


Fig. 4.9 – Morfologia detalhada dos intermetálicos presentes na amostra *as cast*, produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C: (a) compostos em forma de agulha, (b) intermetálicos na forma de escrita chinesa.

De acordo com a Fig. 4.8 é possível observar que, nas amostras *as cast*, os intermetálicos apresentam morfologias distintas. A Fig. 4.8a mostra que os compostos formados nessa região da amostra aparecem sob a forma de finas agulhas, o que sugere que sejam compostos do tipo β -AlFeSi muito referidos na literatura [16, 40], e bastante prejudiciais para as propriedades mecânicas dos componentes. Porém, para além dos intermetálicos em forma de finas agulhas eles aparecem também na forma de escrita chinesa (Fig. 4.8b), que é referida na bibliografia como sendo a fase α -Al(Fe,Mn)Si, menos gravosa para as propriedades mecânicas que a fase β [16, 37]. Assim, é possível dizer que nas amostras *as cast* coexistem os dois tipos de intermetálicos, das fases α e β , contudo estas duas fases aparecem em regiões distintas numa mesma amostra. Este resultado é consistente com os obtidos por Narayanan *et al.* [16], que reportou que para uma liga Al-Si-Cu, na presença de manganês e para velocidades de arrefecimento elevadas, quase 50% do ferro presente na composição química da liga cristalizou sob a forma de fase β , o que também mostra que as fases α e β coexistem numa mesma amostra.

A formação destas fases α e β numa mesma amostra pode ser explicada pela teoria proposta por Backerud *et al.* [18], estando apresentado na Fig. 4.10 um esquema representativo do processo de formação destas duas fases.

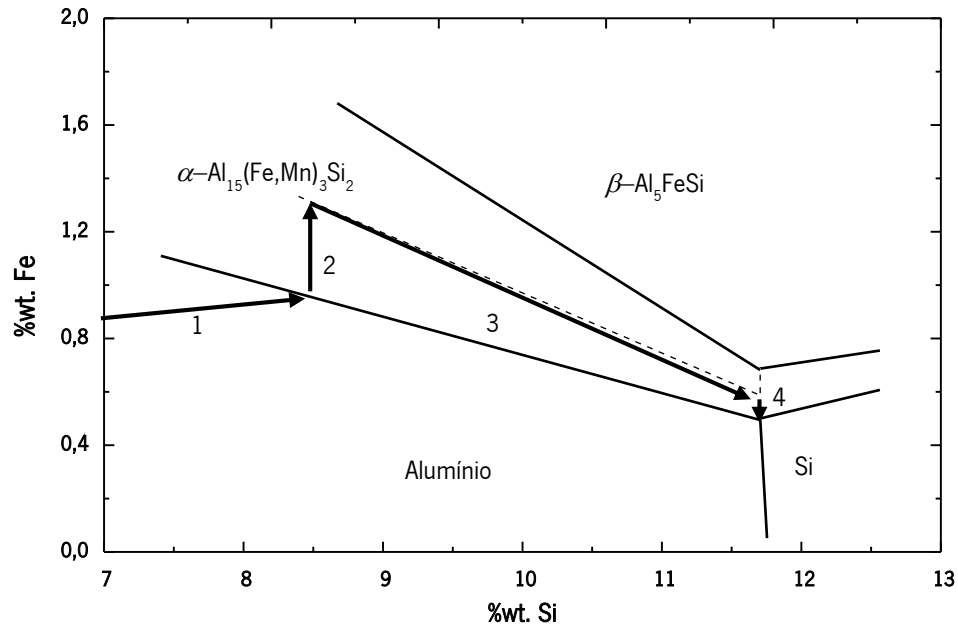


Fig. 4.10 – Esquema representativo do processo de solidificação de uma liga Al-Si-Cu(Fe), com um teor de 0,25wt.% Mn. Adaptado de [18].

Em condições normais de solidificação, numa liga do tipo Al-Si-Cu, a primeira fase a ser formada são as dendrites de alumínio primário (linha 1), ficando o metal líquido, presente no espaçamento interdendrítico, enriquecido em elementos como silício e ferro. Com o decorrer do processo de solidificação, a linha de segregação entra então no domínio da fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$ e começa a sua cristalização (linha 2). Com a continuação da formação desta fase, o Mn presente na composição química da liga começa a ser consumido até ser atingido o ponto de interseção entre a fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$ e a fase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$. A partir deste ponto as fases α e β cristalizam em simultâneo (linha 3), até a composição eutética ser atingida. Na linha 4, dá-se a cristalização simultânea da fase β e das partículas de silício eutético. Para velocidades de arrefecimento elevadas, nem todo o ferro presente na composição química da liga é consumido na linha 2 devido ao curto intervalo de tempo existente para a ocorrência da cristalização da fase α , o que faz com que o restante ferro esteja disponível para formar uma mistura das fases α e β durante a linha 3 [16, 51].

Analisando a Fig. 4.9, observa-se que ambos os tipos de intermetálicos podem atuar como locais de nucleação para outras fases, nomeadamente para a fase que aparece com uma morfologia rendilhada, o que sugere ser a fase Al_2Cu . Este facto vai de acordo com o que já foi referido por Tillová

et al. [19], que verificou que as agulhas da fase β podem atuar como locais de nucleação para poros e para a fase Al_2Cu .

- Amostras processadas com US

Tal como para as amostras *as cast*, também as imagens SEM relativas às amostras processadas com US (Fig. 4.11 e Fig. 4.12) foram obtidas a partir da amostra produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400°C, da zona de análise 1, sendo esta imagem representativa da morfologia dos intermetálicos formados em amostras sujeitas a tratamento por US.

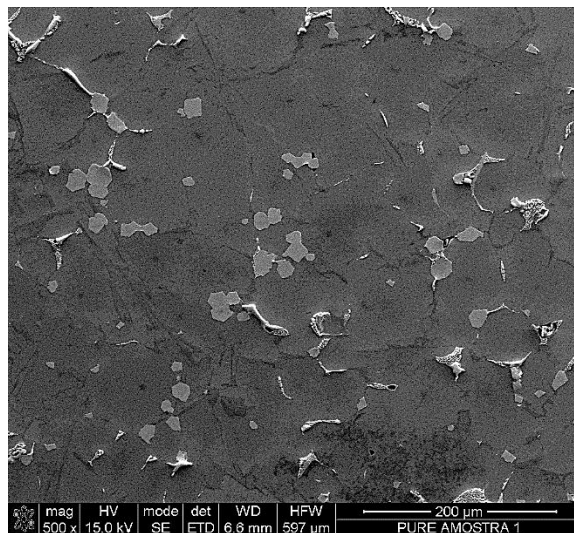


Fig. 4.11 – Imagem SEM da morfologia dos intermetálicos presentes na amostra tratada por US, quando produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.

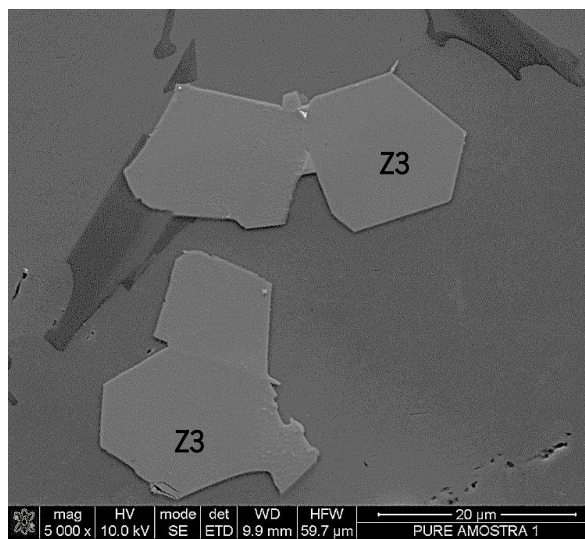


Fig. 4.12 – Morfologia típica dos intermetálicos existentes na amostra tratada por US, quando produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.

A partir da análise da Fig. 4.12 verifica-se que para as amostras processadas com US, os compostos intermetálicos aparecem apenas sob a forma de cristais poliédricos, referidos na bibliografia como sendo também a fase α -Al(Fe,Mn)Si [19, 40]. Além disso, neste tipo de amostras não foram detetadas partículas da fase β . Deste modo, é possível sugerir que a aplicação de vibrações ultrassônicas ao metal líquido conduz à supressão da fase β e ainda promove a formação de intermetálicos da fase α na forma de cristais poliédricos. A não formação da fase β em amostras processadas com US pode ser explicada tendo por base a teoria proposta por Narayanan *et al.* [16], que afirma que se todo o ferro presente na composição química da liga for consumido antes da linha 3 ser atingida (Fig. 4.10), quando for alcançado o intervalo de cristalização da fase β -AlFeSi não há mais Fe disponível para a formação desta fase, não ocorrendo a sua cristalização.

4.2.2 Amostras produzidas em moldação de aço

De forma a se verificar o efeito que velocidades de arrefecimento mais elevadas têm na morfologia dos intermetálicos formados, foram também efetuadas análises de SEM a estas amostras.

Nas Fig. 4.13 e Fig. 4.14 estão apresentadas imagens SEM tridimensionais da morfologia dos diferentes intermetálicos presentes em amostras *as cast* e processadas com US, respetivamente.

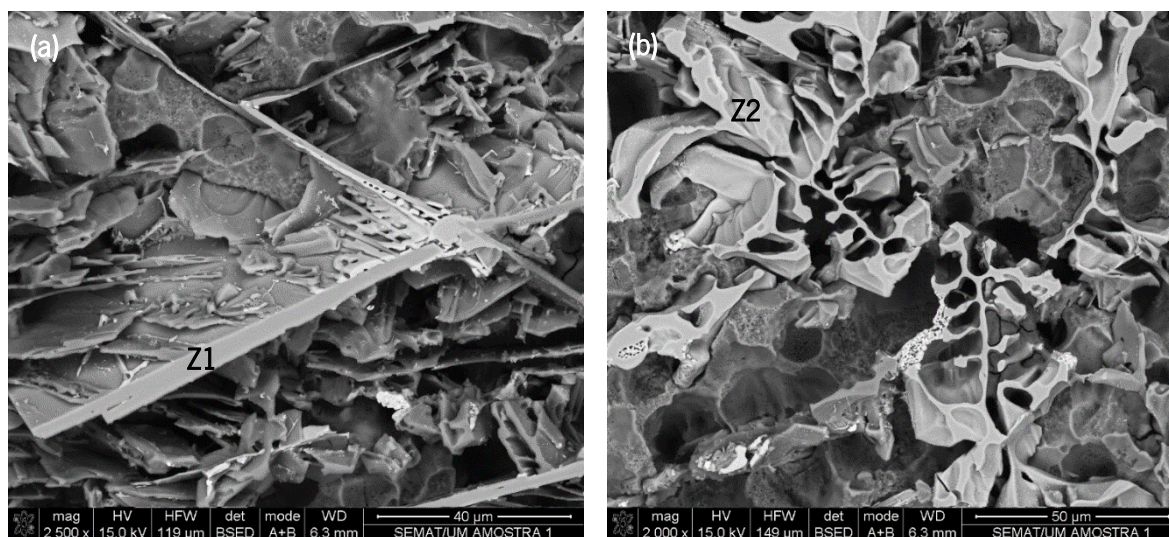


Fig. 4.13 – Imagem SEM 3D da morfologia dos intermetálicos presentes na amostra *as cast*, quando produzida em moldação de aço: (a) intermetálicos sob a forma de finas placas (Z1), (b) compostos na forma de escrita chinesa (Z2).

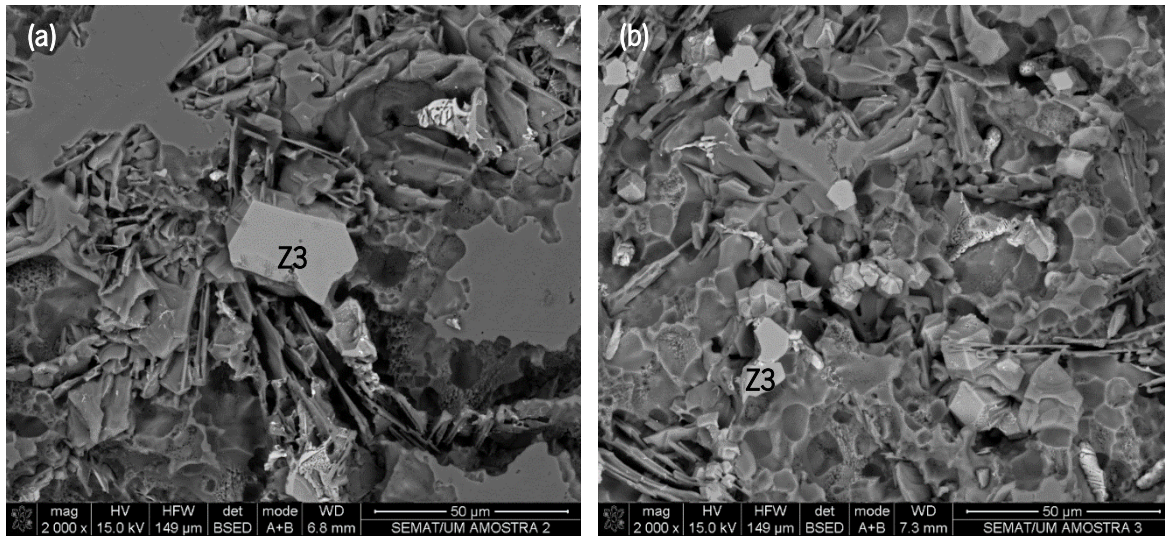


Fig. 4.14 – Imagem SEM da morfologia tridimensional dos intermetálicos (Z3) existentes nas amostras produzidas em moldação de aço e tratadas com US: (a) entre 640-615°C, (b) entre 700-580 °C.

Analisando a Fig. 4.13, relativa à amostra *as cast*, é possível verificar que a fase β -AlFeSi (Z1), que aparece em forma de agulhas nas imagens 2D, na realidade possui uma morfologia em forma de finas placas, tal como já foi referido por Narayanan *et al.* [16]. Além disso, é ainda observável que estas placas podem estar interligadas, formando uma estrutura complexa, que é prejudicial para as propriedades mecânicas dos componentes. Este facto é consistente com os resultados obtidos por Dinnis *et al.* [37], em que, para uma liga Al-9%Si-1%Fe, os intermetálicos da fase β -Al₅FeSi formaram uma rede complexa destes compostos, sendo esta constituída por ramificações de placas individuais. Foi ainda referido por estes autores que as placas da fase β continuam a crescer mesmo após ocorrer intersecção entre elas, tal como é visível na Fig. 4.13a.

Tal como para as amostras produzidas em cadinho de SiC, também nestas amostras *as cast* coexistem os intermetálicos do tipo α e β , contudo não na mesma região da amostra. Na Fig. 4.13b observa-se a presença de intermetálicos da fase α -Al(Fe,Mn)Si (Z2) que aparecem na forma de escrita chinesa. Apesar de esta fase possuir dimensões semelhantes à fase β , é menos prejudicial para as propriedades mecânicas dos componentes, dado que não possui pontas “afiadas”, que podem atuar como pontos de concentração de tensões [21].

Nas amostras processadas por US (Fig. 4.14) é claramente visível que houve uma modificação da morfologia dos intermetálicos para uma forma poliédrica (Z3), que aparecem como hexágonos em imagens 2D, o que leva a crer que esta fase corresponda também à fase α -Al(Fe,Mn)Si. Assim, sugere-se que a aplicação de vibrações ultrassônicas, mesmo em diferentes intervalos de temperatura, promove a modificação da morfologia dos intermetálicos de escrita chinesa para a forma de cristais poliédricos. Esta modificação da morfologia dos intermetálicos pela aplicação de tratamento por ultrassons ao metal líquido foi já estudada por Khalifa *et al.* [32], onde foi observado que a aplicação deste tipo de tratamento é uma forma eficaz de converter as partículas intermetálicas de ferro para uma morfologia mais compacta, aparecendo estas na forma de cristais poliédricos.

Comparando as Fig. 4.14a e Fig. 4.14b verifica-se que a principal diferença entre as duas é o tamanho dos compostos intermetálicos, em que a aplicação do tratamento por US desde a temperatura de vazamento até 580 °C, para além de promover a modificação da morfologia destes compostos, ainda causa uma diminuição do seu tamanho. No entanto, este tópico será abordado de forma detalhada mais à frente no presente trabalho.

Uma análise global do tipo de intermetálicos formados nas diferentes amostras produzidas e sua morfologia sugere que, mesmo com a variação da velocidade de arrefecimento, a aplicação de tratamento por US ao metal líquido promove uma alteração do tipo de morfologia dos intermetálicos formados, que passam da forma de escrita chinesa para cristais poliédricos, e ainda causa a supressão da cristalização da fase β -AlFeSi. Ao comparar-se as dimensões dos compostos em forma de escrita chinesa com os cristais poliédricos, verifica-se que estes últimos têm dimensões muito inferiores aos primeiros e aparecem mais frequentemente na matriz, ou seja, há um maior número deste tipo de intermetálicos.

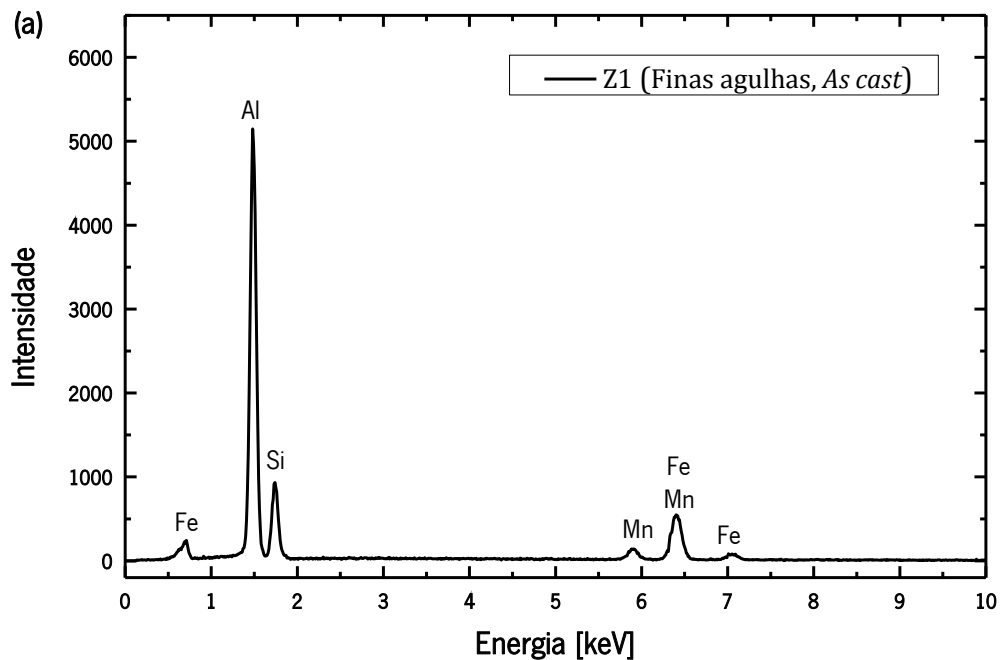
4.3 Fases formadas e suas características

Para além da análise da morfologia de uma dada fase, a determinação da sua composição química é crucial para a correta determinação da fase em questão. Porém, nem sempre estas informações são suficientes para uma correta identificação, sendo também necessário realizar análises adicionais para obtenção de informações mais específicas, nomeadamente a determinação

dos seus parâmetros cristalográficos. Estes permitem não só obter informações relativas à própria fase, mas também ao conjunto das diferentes fases formadas.

4.3.1 Análises de EDS

De forma a se confirmar o tipo de fase formada numa dada amostra, para além da avaliação da sua morfologia é essencial realizar análises da sua composição química, dado que esta é crucial para a sua identificação. Assim, na Fig. 4.15 estão apresentados os espetros de EDS relativos aos diferentes compostos intermetálicos observados nas amostras produzidas. Os resultados obtidos referem-se tanto às amostras processadas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C, como às amostras processadas em moldação de aço.



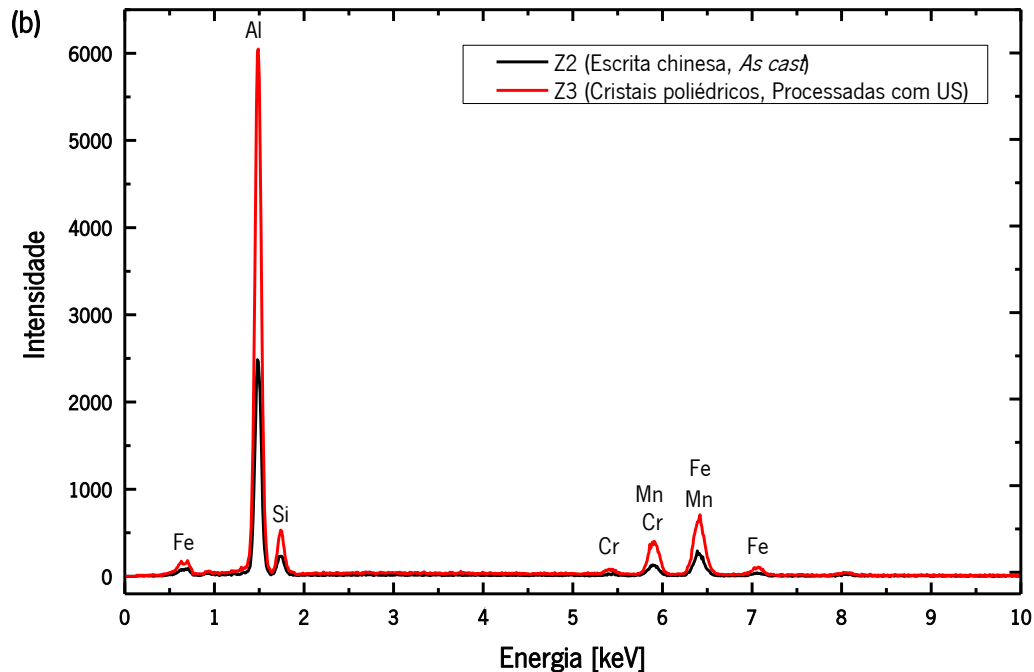


Fig. 4.15 – Espectros de EDS relativos aos elementos presentes na composição química dos intermetálicos existentes nas amostras produzidas: (a) Fase β -AlFeSi, (b) Fase α -Al(Fe,Mn)Si.

De acordo com os espectros apresentados é possível verificar que as finas placas e os intermetálicos em forma de escrita chinesa possuem composições químicas distintas, na medida em que o primeiro é constituído por Al, Fe, e Si, enquanto que o último possui também manganês e cromo na sua composição química. A partir dos espectros de EDS denota-se ainda que tanto os intermetálicos em forma de escrita chinesa como os cristais poliédricos possuem os mesmos elementos na sua composição química.

A Tabela 4.3 indica a composição química das diferentes zonas identificadas nas imagens presentes no subcapítulo 4.2 (Fig. 4.9, Fig. 4.11, Fig. 4.13 e Fig. 4.14), bem como da matriz e das partículas de silício e de cobre.

Tabela 4.3 – Composição química das diferentes zonas identificadas nas amostras produzidas.

Zona	Morfologia	Composição química [%at.]						Fórmula química
		Al	Si	Fe	Mn	Cr	Cu	
Z1	Finas placas	63,9	20,7	12,5	2,6	---	---	$Al_{3,1}(Fe,Mn)_{0,7}Si$
Z2	Escrita chinesa	69,8	11,6	11,45	4,93	0,67	1,55	$Al_{12}(Fe_2Mn_{0,9}Cr_{0,1})Si_2$
Z3	Cristais poliédricos	70,96	11,62	10,26	5,51	0,76	0,88	$Al_{12,2}(Fe_{1,8}Mn_{0,9}Cr_{0,1})Si_2$
Matriz	---	98,67	1,33	---	---	---	---	$\alpha-Al$
Silício	Finas agulhas	1,72	98,28	---	---	---	---	Si
Cobre	Rendilhada	67,19	---	---	---	---	32,81	$Al_{2,1}Cu$

A partir da análise da tabela acima verifica-se que as finas placas presentes na Fig. 4.9a e Fig. 4.13a apresentam a fórmula química $Al_{3,1}(Fe,Mn)_{0,7}Si$, o que leva a crer que corresponde à fase β - Al_5FeSi . Os intermetálicos que possuem morfologia do tipo escrita chinesa ou aparecem sob a forma de cristais poliédricos, têm fórmula química muito semelhante, $Al_{12}(Fe_{1,9}Mn_{0,8})Si_2$ e $Al_{12,2}(Fe_{1,8}Mn_{0,9})Si_2$, respetivamente, o que sugere que sejam a mesma fase, apenas possuem morfologias diferentes. Analisando a composição química apresentada pelas zonas Z2 e Z3 e a morfologia da zona Z2 (Fig. 4.9), sugere-se que esta fase seja consistente com a fase α - $Al_{15}(Fe,Mn)_4Si_2$, tal como já foi referido por Shabestari *et al.* [40]. Khalifa *et al.* [32] verificou que os cristais poliédricos obtidos em amostras processadas com US apresentavam uma composição química do tipo α - $Al_{12}(Fe,Mn,Cr)_{2,9}Si_2$, o que é consistente com os resultados obtidos. Uma outra observação que também pode ser feita relativamente à composição química dos intermetálicos é que na fase α pode haver dissolução de outros elementos, como o crómio, o que não aconteceu com a fase β . Esta observação vai de acordo com o que já foi referido por Narayanan *et al.* [16].

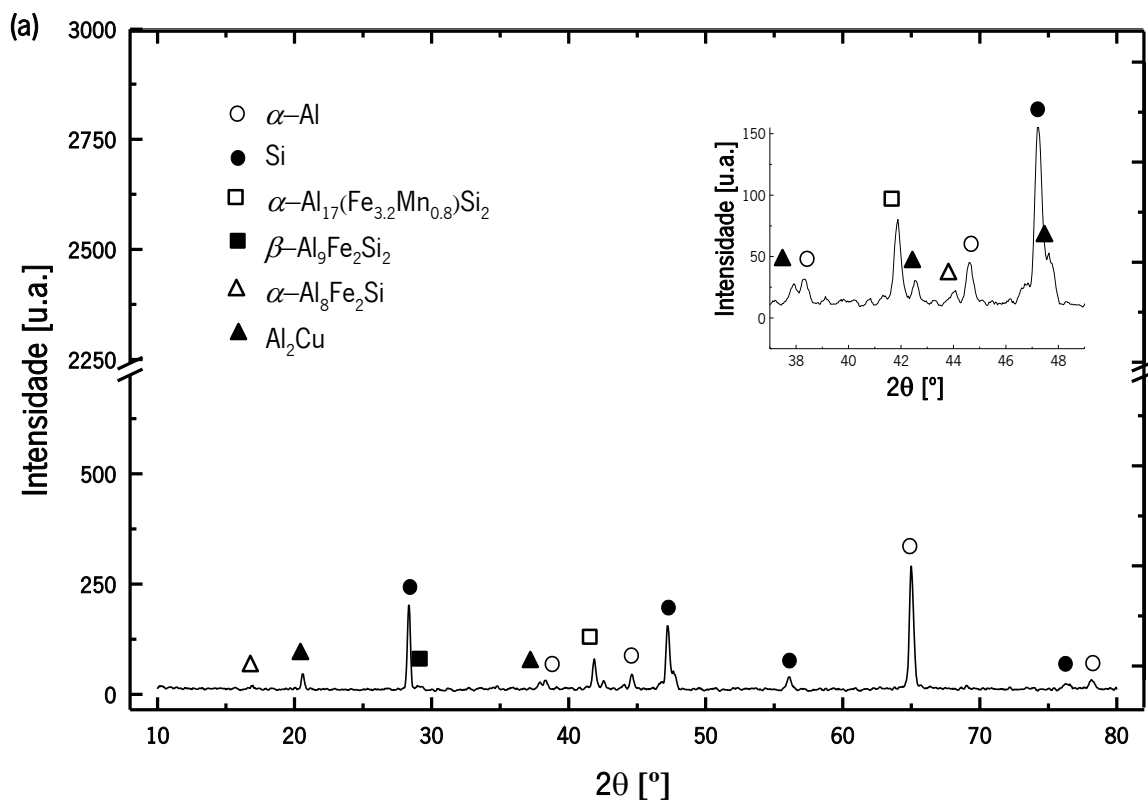
Ao observar em detalhe as composições químicas obtidas para as fases analisadas verifica-se que há pequenas diferenças em relação aos valores apresentados na bibliografia. Estas diferenças podem ser devidas a variações na razão Fe/Mn apresentada pela liga em estudo. Assim, e apesar de

a análise de EDS fornecer informações relativas à composição química das fases formadas é ideal realizar outro tipo de análises para validar os resultados obtidos por esta técnica.

Para além dos intermetálicos, foram também efetuadas análises de EDS à fase α -Al, partículas de silício e partículas de cobre. Estas três fases foram facilmente identificadas pela morfologia e confirmadas pelas análises de EDS, estando estes resultados de acordo com os já apresentados na bibliografia. Apesar disso, informações adicionais relativas a estas fases podem ser obtidas por outras técnicas efetuadas no presente trabalho.

4.3.2 Análises de XRD

De forma a confirmar os resultados obtidos por EDS e para efetuar uma posterior comparação com os resultados obtidos a partir das análises de EBSD foram efetuadas caracterizações por XRD às amostras produzidas em cadinho de SiC e que já foram sujeitas a análises de SEM. Assim, são apresentados abaixo (Fig. 4.16) os difractogramas relativos à análise de XRD da amostra *as cast* e processada com US, respetivamente.



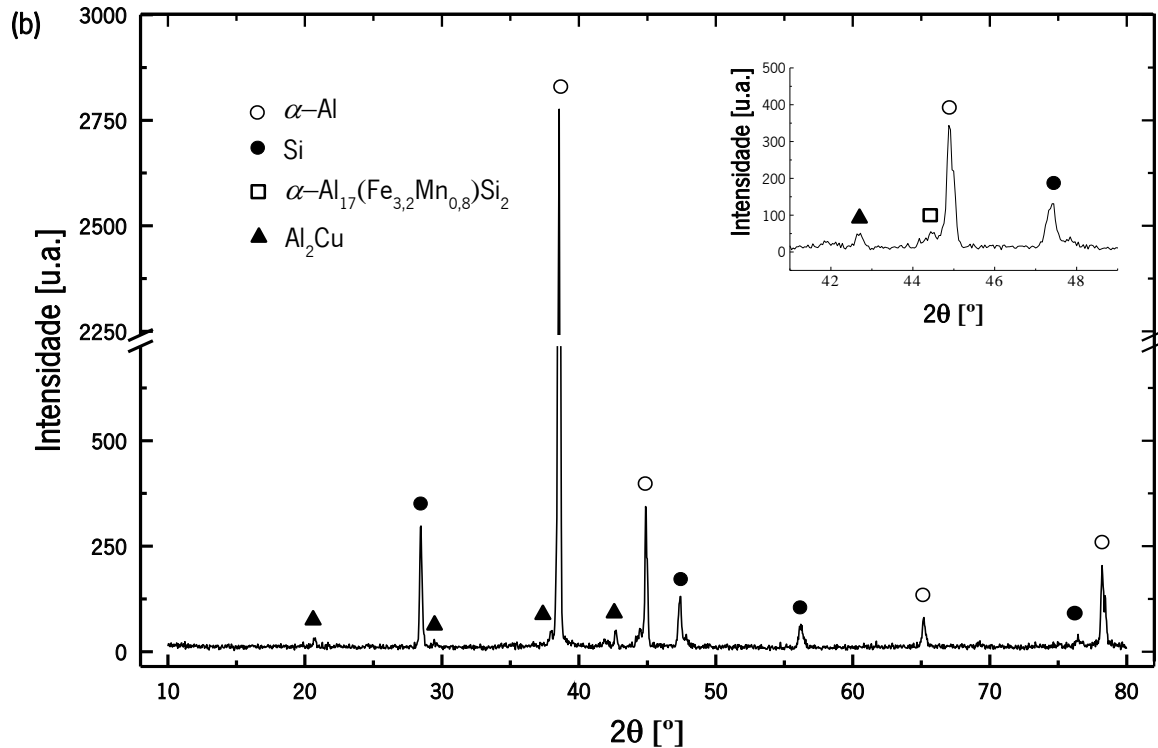


Fig. 4.16 – Espectros de XRD obtidos para as amostras processadas em cadinho de SiC, pré-aquecido a 400 °C: (a) amostra *as cast*, (b) amostra tratada com US.

Analisando os espectros apresentados acima é possível verificar algumas diferenças entre a amostra *as cast* e a processada com US, nomeadamente o tipo de fases presentes em cada uma e as diferentes intensidades que os picos relativos a cada fase apresentam.

Relativamente às fases presentes em cada amostra é possível observar que, de uma forma geral, foi detetada na duas amostras a presença de α -Al, silício, Al_2Cu e dos intermetálicos do tipo α - $\text{Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}\text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$, que aparecem sob a forma de escrita chinesa na amostra *as cast* e cristais poliédricos na amostra tratada com US. Este resultado significa que, tal como já foi também verificado pelas análises de EDS, a aplicação de vibrações ultrassónicas ao metal líquido promove apenas a alteração da morfologia dos intermetálicos da fase α -Al(Fe,Mn)Si, não alterando a sua composição química. Verifica-se também, a partir da análise dos espectros, a presença da fase β - $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$ na amostra *as cast*, não tendo sido detetada esta fase na amostra processada com US. Estes resultados são consistentes com os obtidos para as análises de SEM, onde também não se verificou a presença desta fase em amostras *as cast*, o que sugere que o processamento a partir da aplicação de vibrações

ultrassônicas causa a supressão da fase β -AlFeSi. Na amostra *as cast* foi ainda detetada a presença da fase α -Al₈Fe₂Si. Porém, a formação desta fase está apenas associada a amostras que não possuam manganês na sua composição química ou que possuam teores muito baixos deste elemento, tal como foi já verificado por Ji *et al.* [67]. Deste modo, uma possível explicação para a formação deste composto é que a composição química do banho pode não ser homogénea, o que leva a que algumas zonas estejam enriquecidas em Mn, promovendo a formação desta fase nas zonas empobrecidas neste elemento. O facto de a fase α -Al₈Fe₂Si não ter sido detetada na amostra processada por US pode sugerir que a aplicação deste tipo de tratamento promove uma eficiente distribuição do soluto no metal líquido [48], o que leva a uma composição homogénea do banho, formando-se apenas intermetálicos do tipo α -Al₁₇(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si₂.

A partir das análises de XRD foi observado que os intermetálicos do tipo α -Al₁₇(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si₂ possuem uma estrutura cúbica, com um grupo espacial Pm-3 e um parâmetro de rede $a = 1,256$ nm. Esta fase sugere ser consistente com a cúbica α -Al₁₉(Fe,Mn)₅Si₂ observada por Kral *et al.* [55] para uma liga Al-11,7wt.% Si. Já os intermetálicos do tipo β -Al₉Fe₂Si₂ possuem uma estrutura cristalina monoclinica de bases centradas, cujo grupo espacial é C2/c, e os parâmetros de rede são $a = 2,08$ nm, $b = c = 0,616$ nm e $\beta = 90,72^\circ$, o que está de acordo com a fase β -Al_{4,5}FeSi, reportada por Hansen *et al.* [68], que apresenta os mesmos valores de parâmetros de rede e grupo espacial. A fase α -Al₈Fe₂Si, apenas detetada na amostra *as cast*, apresenta uma estrutura cristalina hexagonal, com um grupo espacial P6₃/mmc e parâmetros de rede $a = 1,24$ nm e $c = 2,623$ nm. Os parâmetros de rede obtidos para ela são consistentes com os obtidos por Roger *et al.* [69] para a fase α -Al_{7,1}Fe₂Si, numa liga sem manganês na sua composição química.

Para além das informações fornecidas para os intermetálicos, a partir da análise dos espetros acima apresentados é ainda possível obter informações sobre a fase α -Al e sobre as partículas de silício. Relativamente à fase α -Al, esta apresenta uma estrutura cúbica de faces centradas, com parâmetro de rede $a = 0,405$ nm, enquanto que as partículas de silício possuem também uma estrutura cristalina cúbica de faces centradas, porém o seu parâmetro de rede é $a = 0,543$ nm. Através de uma análise detalhada aos dois espetros observa-se que a intensidade dos picos da mesma fase é variável nas duas amostras, onde para α -Al, na amostra *as cast*, o pico mais intenso ocorre a cerca

de $65,13^\circ$ em vez de aos $38,47^\circ$. Este facto pode significar uma orientação preferencial de crescimento dos grãos α -Al no plano (220). Contudo, para a amostra processada com US, o pico mais intenso desta fase verifica-se aproximadamente aos $38,47^\circ$, o que significa a direção preferencial de crescimento dos grãos de alumínio ocorre no plano (111). Este resultado pode sugerir que o tratamento do metal líquido com ultrassons induz uma direção preferencial de crescimento. Contudo, para se confirmar este resultado, tem que ser realizado um estudo muito mais aprofundado sobre o assunto. Quanto às partículas de silício, em ambas as amostras o pico mais intenso ocorre a cerca de $28,44^\circ$, o que corresponde à direção preferencial de crescimento no plano (111). Assim, verifica-se que, na amostra processada por US, a direção de crescimento da fase α -Al e das partículas de silício é a mesma, enquanto que na amostra *as cast* são diferentes. Este resultado não está de acordo com os obtidos por Nogita *et al.* [70], onde foi observado que em ligas não modificadas, as dendrites de alumínio primário e as partículas de silício eutético apresentavam a mesma orientação cristalográfica.

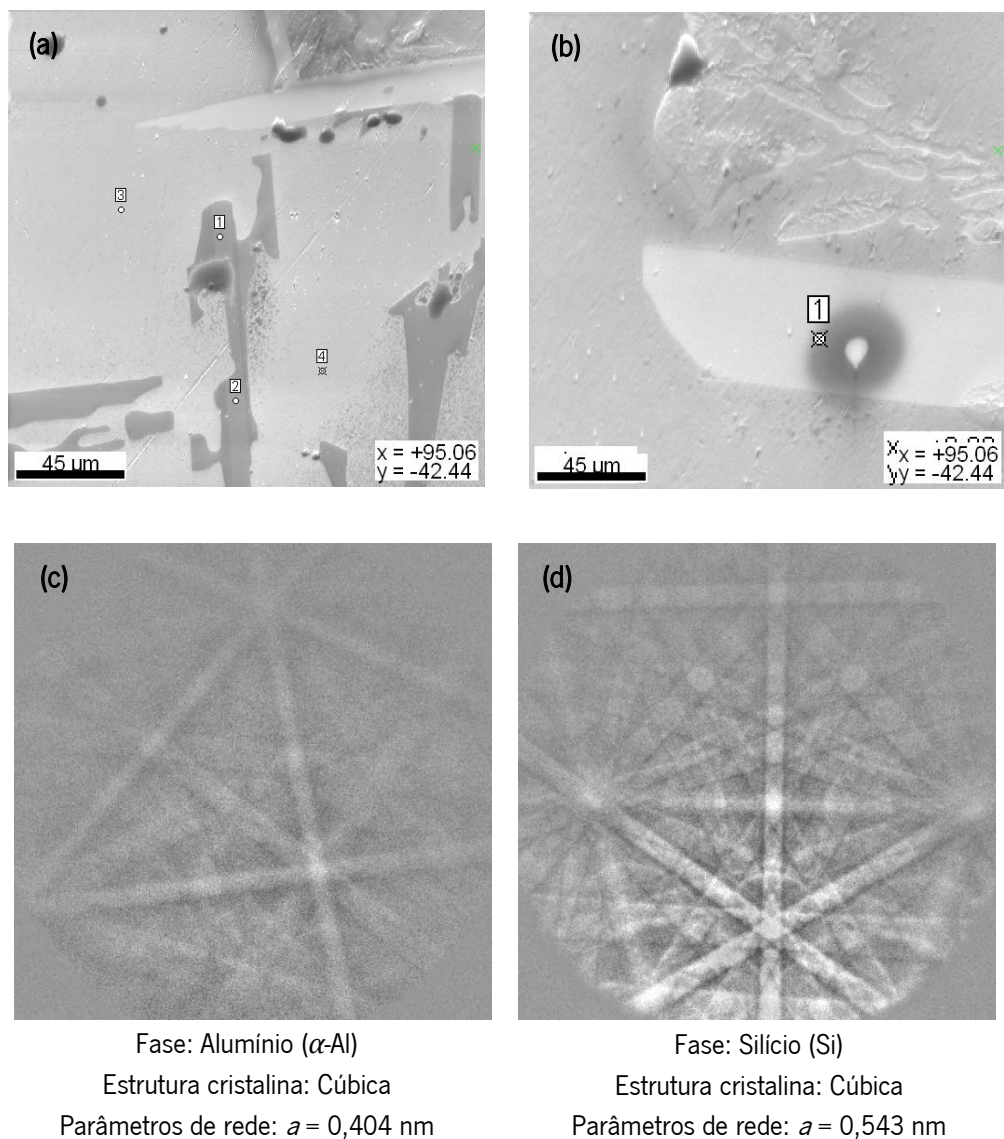
4.3.3 Análises de EBSD

Tal como já referido anteriormente, a técnica de EBSD permite a obtenção de informações detalhadas sobre a estrutura cristalina das fases formadas, bem como a sua orientação local. Foi já verificado por Dahle *et al.* [29] e Nogita *et al.* [70] que o uso de modificação química em ligas Al-Si causa alterações cristalográficas das diferentes fases formadas. Assim, com a realização de análises de EBSD pretende-se verificar qual o efeito que a aplicação de vibrações ultrassónicas têm na orientação cristalográfica das diferentes fases, e ao mesmo tempo confirmar os resultados obtidos pelas análises de EDS e XRD.

No presente trabalho foram efetuados dois tipos de análises de EBSD. Primeiramente começou-se por fazer uma análise pontual nas diferentes amostras, de forma a se obter a identificação de cada fase, bem como os seus parâmetros cristalográficos. De seguida procedeu-se a um varrimento de uma pequena zona da amostra para obtenção de um mapa cristalográfico dessa região, para avaliar a relação entre os parâmetros cristalográficos das diferentes fases presentes na zona analisada. De forma a se verificar as alterações cristalográficas induzidas pelo processamento com US foram analisadas pontualmente as amostras *as cast* e tratadas com US obtidas em cadinho de SiC, pré-aquecido a 400°C , as mesmas amostras analisadas por XRD, onde foram identificadas as respetivas

fases presentes nas amostras, bem como obtidos os padrões relativos a cada fase. As mesmas amostras foram também utilizadas para as análises de varrimento.

Na Fig. 4.17 estão apresentadas duas imagens SEM das áreas da amostra *as cast* sujeitas a análise pontual, bem como os padrões de difração e as respectivas informações cristalográficas relativas às fases analisadas.



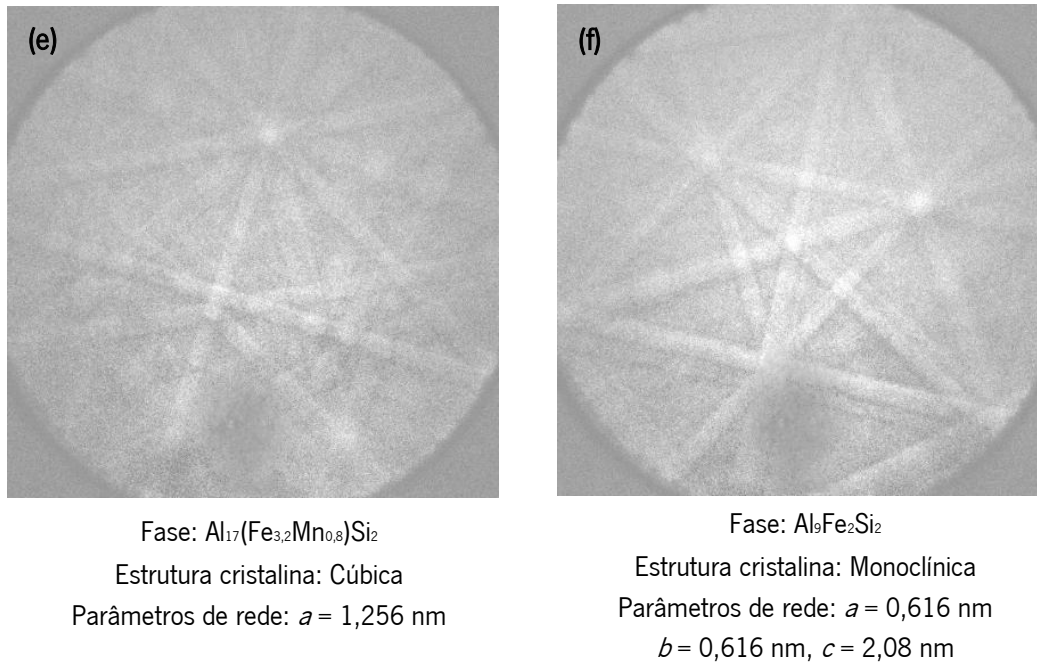
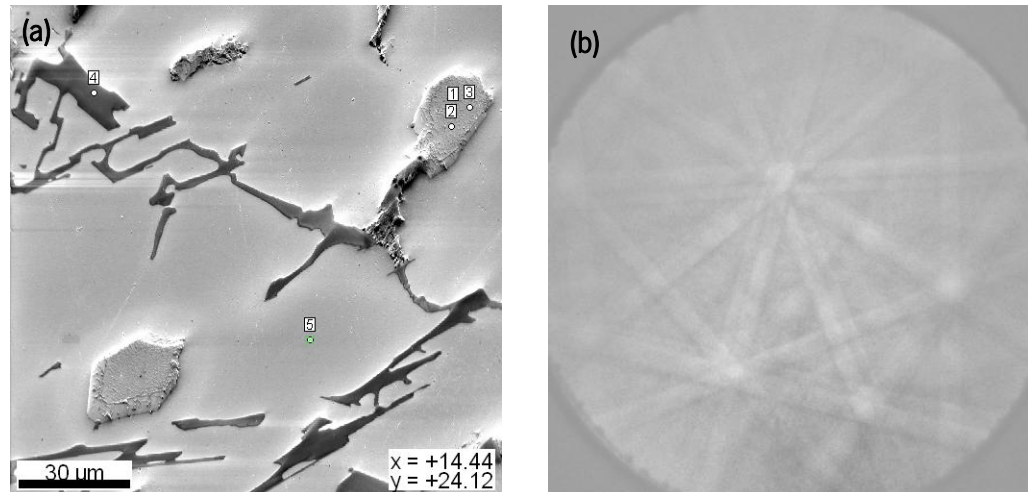


Fig. 4.17 – Resultados obtidos para análise pontual da amostra *as cast* (a), (b) Imagens SEM das áreas analisadas, e respectivos padrões de difração obtidos para as fases: (c) α -Al (Pontos 3 e 4a), (d) Si, (e) $\text{Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}\text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$ (Pontos 1 e 2a), (f) $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$ (Ponto 1b).

Analisando os resultados obtidos a partir das análises de EBSD é possível verificar que as fases aqui identificadas são consistentes com as identificadas nas análises de XRD, dado que a sua composição química é a mesma e os parâmetros de rede são muito próximos. Contudo, na identificação pontual de fase não foi verificada a presença da fase α - $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$, que foi detetada no espectro de XRD relativo à amostra *as cast*. Uma possível explicação para este facto é que esta fase apenas aparece de forma pontual, não tendo sido analisada por EBSD.

Na Fig. 4.18 está apresentado o padrão de *Kikuchi*, obtido a partir da análise pontual para a fase α -Al(Fe,Mn)Si presente na amostra processada com US.



Fase: $\text{Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}\text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$
 Estrutura cristalina: Cúbica
 Parâmetros de rede: $a = 1,256 \text{ nm}$

Fig. 4.18 – Resultados obtidos para a análise pontual da amostra processada com US: (a) Imagem SEM das zonas analisadas, (b) padrão de difração da fase $\text{Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}\text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$ (Pontos 1, 2 e 3).

A partir da análise pontual realizada para a amostra processada com US verifica-se que a composição química e os parâmetros cristalográficos obtidos para os cristais poliédricos são os mesmos que os obtidos para a fase $\text{Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}\text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$ que aparece sob a forma de escrita chinesa na amostra *as cast*, o que mais uma vez confirma que apenas a morfologia destes compostos é alterada com a aplicação de vibrações ultrassônicas ao metal líquido.

Relativamente à obtenção de mapas cristalográficos para as amostras *as cast* e processadas com US, devido à semelhança existente entre as estruturas cristalográficas das fases $\alpha\text{-Al}$ e Si, foi complicada a sua distinção por parte do sistema de análise, o que inviabilizou os resultados obtidos, não sendo estes, por isso, aqui apresentados.

4.4 Caracterização mecânica das diferentes fases da liga AlSi9Cu3

Foi já referido por vários autores que a fase $\beta\text{-AlFeSi}$ é prejudicial para as propriedades mecânicas [21, 39]. Deste modo, e de forma a se ter alguma percepção sobre o efeito que os diferentes tipos de intermetálicos formados podem ter nas propriedades mecânicas dos componentes, foram realizados ensaios de microdurezas às amostras processadas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400

°C. Para além disso, com estas análises pretende-se ainda verificar se existem diferenças significativas no valor da dureza das outras fases presentes nas amostras *as cast* e processada por US, de forma a estudar o efeito da aplicação deste tipo de tratamento nas propriedades dos componentes. Na Tabela 4.4 estão apresentados os valores de dureza obtidos para as diferentes fases presentes nas duas amostras analisadas. Os valores apresentados são a média obtida após terem sido efetuadas 10 medições para cada fase.

Tabela 4.4 – Microdurezas obtidas para as amostras *as cast* e processadas por US, em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.

Fase	Dureza [0,01 HV]	
	<i>Amostra As cast</i>	<i>Amostra Processada com US</i>
$\alpha\text{-Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}, \text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$	362,3 ± 79,1	754,0 ± 101,9
$\beta\text{-Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$	116,3 ± 10,6 *	n.o.
$\alpha\text{-Al}$	68,7 ± 7,9	52,9 ± 1,9
Si eutético	657,0 ± 19,8	708,3 ± 52,5
Al_2Cu	208,6 ± 54,5	227,1 ± 28,5

n.o. – fase não observada na amostra em análise
 * Valores não credíveis para serem avaliados, sugerindo-se por isso uma repetição da análise para esta fase.

A partir dos valores apresentados na tabela acima verifica-se em primeiro lugar que a fase que é mais prejudicial para as propriedades mecânicas é a que apresenta um dos menores valor de dureza obtidos. Assim, é de notar que estas medições não foram efetuadas corretamente e como tal, não serão consideradas, sugerindo-se a sua repetição. Relativamente à fase $\alpha\text{-Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}, \text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$ observa-se que há uma grande variação nos valores de dureza obtidos para as amostras *as cast* e processada com ultrassons, o que pode sugerir que apesar de a composição química das fases ser a mesma, no caso da amostra processada com US, a fase $\alpha\text{-Al}_{17}(\text{Fe}_{3,2}, \text{Mn}_{0,8})\text{Si}_2$ pode corresponder à fase primária, também denominada de escória e considerada mais prejudicial para as propriedades mecânicas que a fase α na forma de escrita chinesa [19]. Contudo, mais ensaios teriam que ser realizados de forma a justificar esta diferença de valores de dureza para a mesma fase.

De forma a se verificar se a aplicação de vibrações ultrassônicas tem algum efeito nas outras fases formadas foram também realizados ensaios de dureza às fases α -Al, Al₂Cu e às partículas de silício. Deste modo, analisando os valores obtidos para a matriz de alumínio apresentados na Tabela 4.4 observa-se que há uma diferença significativa nos valores de dureza relativos a esta fase, que apresenta menores valores na amostra processada por US do que na *as cast*. Além disso, verifica-se ainda que na amostra *as cast* o valor da dureza obtido para a fase α -Al apresenta um desvio padrão elevado, ou seja, há variações de oito 0,01HV entre diferentes zonas da amostra. Este facto sugere que haja uma má dispersão do soluto na matriz ao longo da amostra. Quando processada com US a variação de valores de dureza é apenas cerca de dois 0,01HV, o que leva a crer que a aplicação deste tipo de tratamento causa a homogeneização a composição química do banho, o que vai de acordo com o observado por Zhong *et al.* [48].

4.5 Avaliação da velocidade de arrefecimento

Tal como já foi analisado no subcapítulo 4.1 a variação da velocidade de arrefecimento é um dos fatores que influencia o tamanho de grão apresentado pelos componentes produzidos. Além disso, o uso de velocidades de arrefecimento mais ou menos rápidas pode influenciar o tipo e dimensão das fases formadas. Deste modo, foram realizados diferentes ensaios, de forma a verificar qual o efeito da velocidade de arrefecimento no tipo de microestrutura formada e também se o processamento com ultrassons tem algum efeito na temperatura de formação das diferentes fases.

4.5.1 Análises térmicas

Nos últimos anos as análises térmicas têm vindo a ganhar cada vez mais importância dado que podem ser uma ferramenta muito útil na avaliação do grau de afinação e modificação da estrutura de um componente. Assim, no presente trabalho foram obtidas curvas de arrefecimento para as amostras produzidas em cadinho de SiC, com velocidade de arrefecimento mais lenta, com o intuito de se perceber qual o efeito da variação da velocidade de arrefecimento e do processamento do metal líquido com ultrassons nas temperaturas de formação das diferentes fases. Com as curvas de arrefecimento pretende-se ainda efetuar uma comparação com as microestruturas obtidas, de forma a poder prever o grau de afinação da estrutura a partir da análise do patamar de afinação.

Nas Fig. 4.19 e Fig. 4.20 estão apresentadas as curvas de arrefecimento para as amostras produzidas em cadinho de SiC, pré-aquecido a diferentes temperaturas. No Anexo I estão apresentadas todas as curvas de arrefecimento, com a respetiva primeira e segunda derivadas. Na Tabela 4.5, Tabela 4.6 e Tabela 4.7 estão apresentadas as temperaturas críticas relativas à formação das três principais fases das amostras: fase α -Al, silício eutético e Al_2Cu .

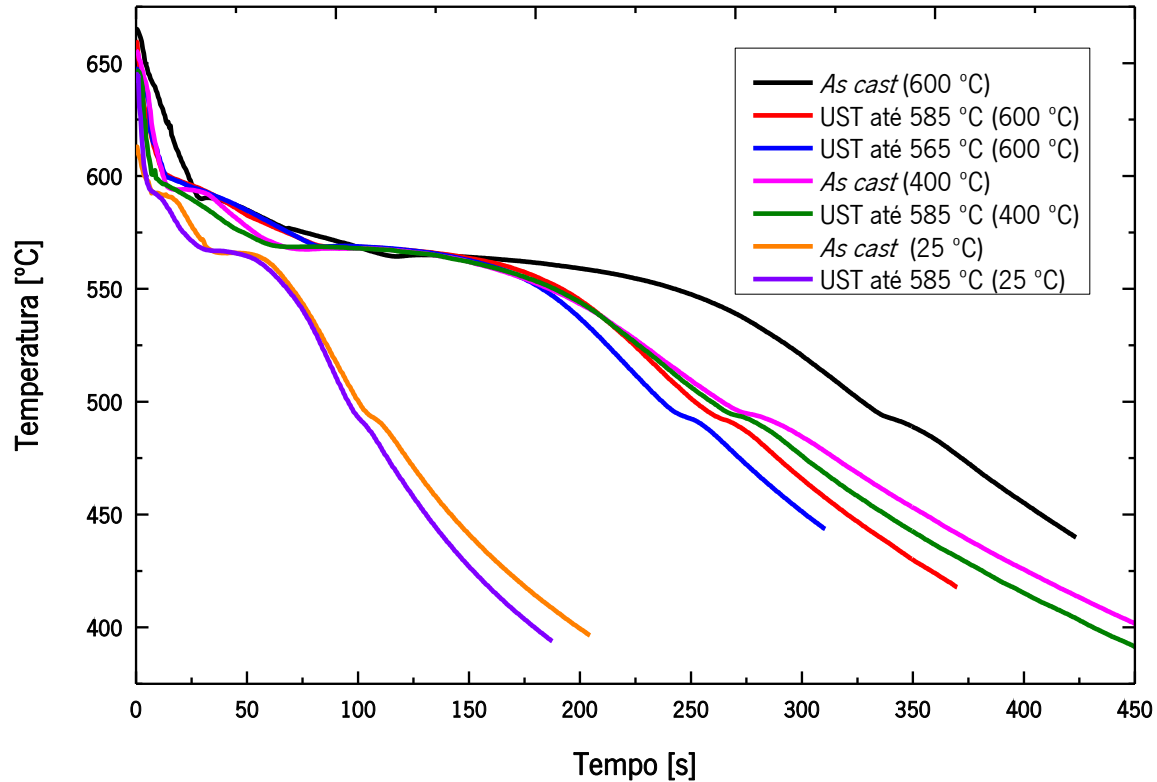


Fig. 4.19 – Curvas de arrefecimento obtidas para as amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a diferentes temperaturas, onde UST corresponde à designação dada às amostras processadas com US. O valor colocado entre parênteses representa a temperatura de pré-aquecimento do cadinho.

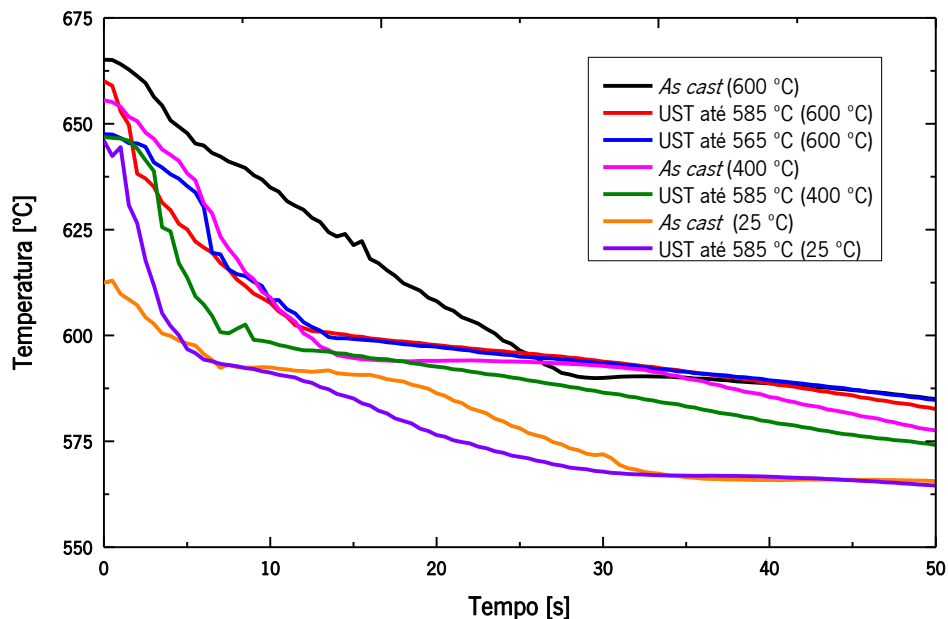


Fig. 4.20 – Curvas de arrefecimento obtidas para as amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a diferentes temperaturas, na zona relativa ao patamar de afinção.

Da análise das curvas de arrefecimento acima apresentadas (Fig. 4.19) verifica-se que em todas elas é possível distinguir os patamares relativos à ocorrência das três reações principais: formação da fase α -Al, formação do silício eutético e formação da fase eutética de cobre Al_2Cu . De uma forma geral, observa-se que as amostras *as cast* apresentam uma velocidade de arrefecimento mais lenta que as processadas com ultrassons para as mesmas condições, o que sugere que o tratamento do banho por US induz um aumento da velocidade de arrefecimento do fundido. Este resultado está de acordo com os obtidos por Atamanenko *et al.* [71], que verificou também um aumento da velocidade de arrefecimento nestas amostras, o qual foi justificado pelo facto de o tratamento por ultrassons promover a nucleação a menores graus de sobreaquecimento, que em amostras não processadas com US.

Analisando em detalhe as curvas de arrefecimento, bem como as respetivas primeira e segunda derivadas (ver Anexo I) foi possível calcular os parâmetros de solidificação relativos às três principais reações que ocorrem na liga em estudo, para diferentes condições de processamento. Devido à baixa sensibilidade do termopar, a formação dos intermetálicos das fases α e β não pôde ser detetada. Na Tabela 4.5 estão apresentadas as temperaturas críticas relativas ao patamar de afinção e ao processo de solidificação.

Tabela 4.5 – Parâmetros de solidificação, calculados a partir das curvas de arrefecimento, para as diferentes amostras produzidas, relativos ao patamar de formação da fase α (patamar de afinção).

Ensaio	CR_{liquidus} [°C/s]	T_N [°C]	t_N [s]	T_{Min} [°C]	T_G [°C]	ΔT_N [°C]	ΔT_R [°C]	T_s [°C]	t_s [s]	ΔT_s [°C]	Δt_s [s]
<i>As Cast</i> (600 °C)	2,58	602,8	17,5	589,9	590,3	12,9	0,4	479,8	360,5	123,0	343,0
UST até 585 °C (600 °C)	3,63	619,6	5,0	595,7	595,7	23,9	0,0	476,8	285,5	142,8	280,5
UST até 565 °C (600 °C)	4,97	638,1	4,0	598,7	598,7	39,4	0,0	478,9	267,5	159,1	263,5
<i>As Cast</i> (400 °C)	5,49	641,2	4,5	594,0	594,1	47,2	0,1	473,6	317,0	167,6	312,5
UST até 585 °C (400 °C)	9,03	646,0	1,5	600,5	602,6	45,5	2,1	475,2	301,0	170,8	299,5
<i>As Cast</i> (25 °C) *	2,74	613,0	0,5	592,0	592,0	21,0	0,0	479,2	119,0	133,8	118,5
UST até 585 °C (25 °C)	10,94	642,4	0,5	592,3	592,3	50,1	0,0	479,5	110,5	162,9	110,0

* Valores obtidos não estão de acordo com os restantes, sugerindo-se a repetição deste ensaio.

A partir dos valores apresentados na Tabela 4.5 verifica-se que há um aumento da velocidade de arrefecimento na zona de *liquidus* à medida que se vai diminuindo a temperatura de pré-aquecimento do cadinho, o que leva a crer que haja um afinamento da estrutura. Este resultado está de acordo com as microestruturas apresentadas em 4.1, na medida em que com o aumento da velocidade de arrefecimento verifica-se uma redução das dimensões das fases formadas. Contudo, este aumento da taxa de arrefecimento é também registado para as amostras processadas com US, tal como já observado a partir das curvas de arrefecimento e também confirmado pelas medições de tamanho de grão apresentadas em 4.1.1. Verifica-se ainda que a temperatura de nucleação aumenta para as amostras *as cast* produzidas em cadinhos a diferentes temperaturas. O mesmo acontece para as amostras processadas com US, ou seja, a aplicação de tratamento por ultrassons também promove um aumento da temperatura de nucleação da fase α -Al. Este facto significa que o uso de maiores velocidades de arrefecimento ou a aplicação de vibrações ultrassónicas ao metal líquido promove a formação desta fase a temperaturas superiores. Resultados semelhantes foram obtidos por Shabestari *et al.* [24], que verificou que para uma liga A319 (AlSi6Cu3) a adição de Al-5Ti-B promoveu um aumento da temperatura de nucleação, sendo que o maior aumento registado foi para teores mais elevados de liga-mãe.

Relativamente à análise dos valores de ΔT_N , verifica-se que estes aumentam com o aumento da velocidade de arrefecimento e com a aplicação de tratamento por ultrassons ao banho. Estes resultados são consistentes com os obtidos por Dobrzanski *et al.* [66], onde verificou, a partir da obtenção de curvas de arrefecimento, que para uma liga AC AlSi9Cu, o grau de sobrearrefecimento aumenta com o aumento da velocidade de arrefecimento. Uma possível justificação para este resultado pode ser devida ao facto de que, ao aumentar a velocidade de arrefecimento, o fundido é arrefecido até temperaturas inferiores em relação à temperatura de solidificação de equilíbrio. O aumento da temperatura de nucleação com um aumento da velocidade de arrefecimento depende da mobilidade dos aglomerados de átomos no metal líquido. Estes aglomerados de átomos vão atuar como embriões, dando origem a núcleos da fase α -Al.

Analisando os valores obtidos para o intervalo de recalescência (diferença entre a temperatura de crescimento da fase, T_G , e a temperatura mínima, T_{Min}), verifica-se que os maiores valores obtidos são relativos a amostras *as cast* ou amostras processadas com velocidades de arrefecimento mais lentas. Para as produzidas em cadinho à temperatura ambiente ou amostras processadas com US, não foi verificada a existência do patamar de recalescência, o que pode ser indicativo de um maior grau de afinação da estrutura. Porém, para a amostra produzida em cadinho pré-aquecido a 400 °C, foi obtido um valor de recalescência de 2,1 °C, o que não está de acordo com os restantes resultados obtidos e com o apresentado na bibliografia, sugerindo-se, por isso, a repetição deste ensaio. Comparando os valores obtidos para ΔT_R com as microestruturas apresentadas em 4.1.1., é de referir que as amostras que apresentam um maior grau de afinação são as que não apresentam intervalo de recalescência. O valor de ΔT_R está relacionado com o grau de afinação da estrutura na medida em que o tamanho de grão apresentado por uma estrutura está diretamente relacionado com o número de locais de nucleação disponíveis. Se existe um número de locais elevado, facilmente ocorre a nucleação de muitos grãos, com pequeno intervalo de recalescência, levando à obtenção de estruturas afinadas.

Pelo contrário, se existem poucos locais de nucleação disponíveis, o intervalo de recalescência pode ser maior, obtendo-se estruturas com maior tamanho de grão [18, 24]. O facto de não existir recalescência nas amostras processadas com US pode ser justificado através do mecanismo de

cavitação, induzido pela aplicação de vibrações ultrassónicas ao banho, que causa o aumento do número de núcleos, obtendo-se menores tamanhos de grão.

A partir da análise da Tabela 4.5 verifica-se ainda que a temperatura de final de solidificação é aproximadamente a mesma para as diferentes amostras, contudo o intervalo de temperaturas de solidificação (ΔT_s) aumenta com o aumento da velocidade de arrefecimento e para as amostras processadas com US, o que é justificado pelo aumento da temperatura de nucleação. Adicionalmente, o tempo de solidificação diminui com o aumento de ΔT_s , ou seja, maiores intervalos de solidificação ocorrem em intervalos de tempo mais curtos. Este facto foi também observado por Shabestari *et al.* [24] e pode ser justificado por um aumento da taxa de nucleação, que se sugere ser devido à aplicação do tratamento por ultrassons ao metal líquido.

Na Tabela 4.6 estão apresentados os parâmetros críticos de solidificação relativos à formação do silício eutético.

Tabela 4.6 – Parâmetros de solidificação, calculados para as diferentes amostras produzidas, relativos ao patamar de formação do silício eutético (patamar de modificação).

Ensaio	CR [°C/s]	T_N [°C]	t_N [s]	T_{Min} [°C]	t_{Min} [s]	T_G [°C]	t_G [s]	ΔT_N [°C]	ΔT_R [°C]
<i>As Cast</i> (600 °C)	0,33	566,1	103,0	564,4	112,0	565,0	126,0	1,7	0,6
UST até 585 °C (600 °C)	0,49	573,5	70,0	568,4	87,0	568,5	92,5	5,1	0,1
UST até 565 °C (600 °C)	0,46	570,9	77,0	568,7	84,5	569,0	94,0	2,2	0,3
<i>As Cast</i> (400 °C)	0,74	570,2	62,5	567,5	76,5	567,9	88,0	2,7	0,4
UST até 585 °C (400 °C)	0,62	574,5	49,5	568,6	70,5	568,7	78,0	5,9	0,1
<i>As Cast</i> (25 °C)	1,47	572,0	30,0	565,9	40,0	566,0	44,0	6,1	0,1
UST até 585 °C (25 °C)	1,35	572,3	24,0	566,9	35,5	566,9	36,5	5,4	0,0

* Valores obtidos não estão de acordo com os restantes, sugerindo-se a repetição deste ensaio.

A principal observação que se pode fazer a partir da análise dos valores apresentados na Tabela 4.6 é que há um ligeiro aumento da velocidade de arrefecimento nas diferentes amostras, que pode ser justificado pela diminuição da temperatura de pré-aquecimento do cadinho, dado que neste

intervalo de temperaturas já não há aplicação do tratamento por ultrassons. Por outro lado, para as amostras processadas em cadinho pré-aquecido à mesma temperatura, para maiores velocidades de arrefecimento, verifica-se que esta é maior em amostras *as cast* do que nas tratadas com US. Uma possível explicação para este resultado pode ser que com a aplicação de vibrações ultrassónicas se promove uma maior movimentação dos átomos no metal líquido, o que induz fenómenos de *stress* térmico, causando assim aquecimento. Mas como a velocidade de arrefecimento nesta zona da curva não diminui tão rápido como para o patamar de afinação (grau de sobrearrefecimento é muito menor), o arrefecimento que o metal sofre não é suficiente para compensar o aquecimento promovido pela movimentação dos átomos, resultando numa diminuição da velocidade de arrefecimento final.

Relativamente à temperatura de nucleação do silício eutético, verifica-se que esta aumenta ligeiramente quando se comparam as amostras *as cast* com as processadas com US. Shabestari *et al.* [24] verificaram que a adição de agentes químicos afinadores (Al-5Ti-B) promoveu um aumento da temperatura de nucleação do silício eutético, tendo-se observado que esta adição levou à quebra das partículas de silício durante a transformação eutética. Deste modo, é possível referir que embora o tratamento por ultrassons seja aplicado apenas até à linha de *solidus* (antes da transformação eutética ocorrer), este também pode, de forma indireta, causar a quebra nas partículas de silício, o que é verificado na análise das microestruturas apresentadas em 4.1.1, tal como o uso de afinadores de grão.

Na Tabela 4.7 estão apresentados os parâmetros de solidificação relativos à fase Al₂Cu, onde se observa que a maior temperatura de nucleação da fase de cobre ocorre para as amostras produzidas em cadinho de SiC à temperatura ambiente. Este resultado sugere que maiores velocidades de arrefecimento levam a um aumento da temperatura de nucleação desta fase, o que pode também ser verificado ao comparar-se os valores obtidos para as amostras *as cast*. O facto de as temperaturas de crescimento da fase Al₂Cu das amostras *as cast* e tratadas por US, para as mesmas condições de processamento, serem muito semelhantes pode indicar que tanto a aplicação deste tratamento ao metal líquido, como a velocidade de arrefecimento não tem qualquer influência na formação da fase Al₂Cu.

Tabela 4.7 – Parâmetros de solidificação, calculados para as diferentes amostras produzidas, relativos à formação da fase de cobre.

Ensaio	T_N [°C]	t_N [s]	T_e [°C]	t_e [s]	ΔT_N [°C]
<i>As Cast</i> (600 °C)	498,8	324,5	493,0	248,5	5,8
UST até 585 °C (600 °C)	506,6	243,0	492,0	263,5	14,5
UST até 565 °C (600 °C)	499,6	237,5	493,0	248,5	6,6
<i>As Cast</i> (400 °C)	502,1	261,0	494,5	276,5	7,6
UST até 585 °C (400 °C)	498,7	261,0	493,8	271,0	4,9
<i>As Cast</i> (25 °C)	513,8	92,0	493,0	107,0	20,9
UST até 585 °C (25 °C)	513,2	89,0	491,1	102,0	22,1

* Valores obtidos não estão de acordo com os restantes, sugerindo-se a repetição deste ensaio.

De uma forma geral, verifica-se que o processamento de amostras por ultrassons é responsável pela alteração de algumas temperaturas críticas do processo de solidificação, mais precisamente da temperatura de nucleação das fases α -Al e silício eutético. Este resultado é justificado pelo aumento da taxa de nucleação, resultante do mecanismo de cavitação, que é induzido pelo processamento do metal líquido com ultrassons. O uso de velocidades de arrefecimento mais elevadas tem o mesmo efeito na temperatura de nucleação que o processamento com US. Ao fazer-se uma comparação com a microestrutura verifica-se que os menores intervalos de recalcência estão associados a um maior grau de afinação das amostras, contudo, esta comparação só pode ser feita de forma qualitativa e não quantitativa, dado que para uma avaliação quantitativa teria que se proceder a um estudo muito mais aprofundado sobre o tema.

4.5.2 Análises de DSC

A partir da análise dos resultados apresentados até ao momento foi verificado que o processamento de amostras com US, para além de suprimir a formação da fase β -AlFeSi, leva ainda a uma modificação da morfologia da fase α -Al(Fe,Mn)Si, da forma de escrita chinesa para cristais poliédricos. Contudo, após a análise das curvas de arrefecimento, nada foi observado em relação à temperatura de formação dos compostos intermetálicos. A realização de análises de DSC teve então

como principal objetivo verificar qual a temperatura exata de formação das diferentes fases, dado que estes ensaios foram efetuados a taxas de aquecimento/arrefecimento muito baixas (5 °C/s), e se o processamento por ultrassons tem alguma influência na temperatura de formação das diferentes fases.

Tendo em conta que os resultados obtidos para as amostras processadas em cadinhos de SiC, ao nível da morfologia dos intermetálicos formados, foram semelhantes, optou-se por realizar estes ensaios apenas em amostras *as cast* e processadas com US em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C, as mesmas que foram sujeitas a análises de XRD e EBSD. Na Fig. 4.21 estão apresentadas as curvas de DSC relativas às amostras *as cast* e processada com US, com uma taxa de varrimento de 5 °C/s.

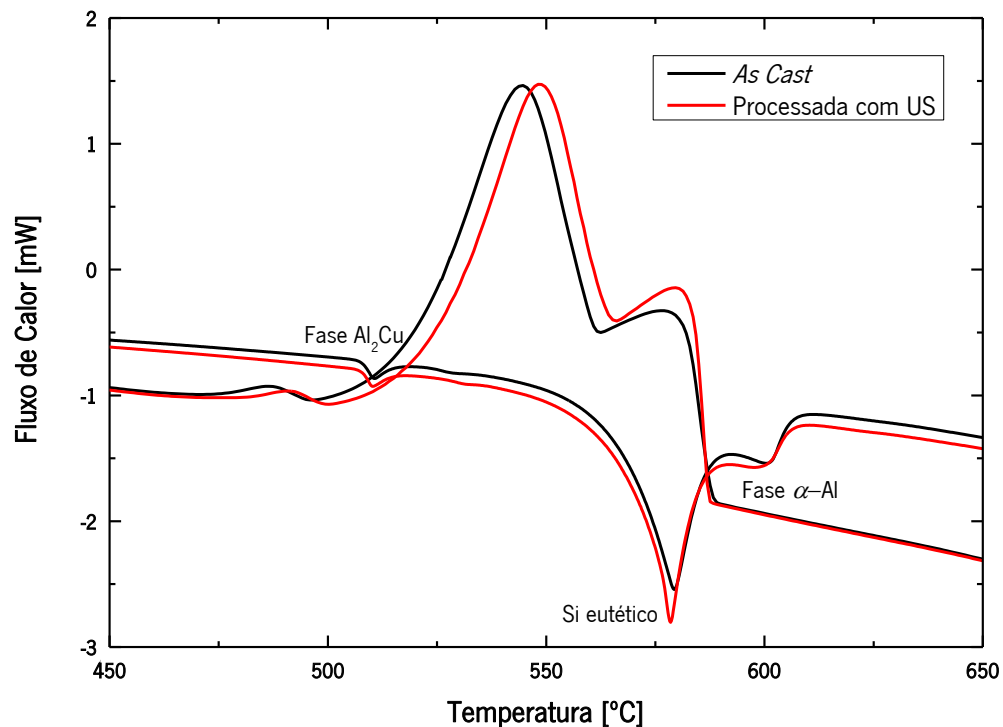


Fig. 4.21 – Curvas de DSC obtidas para as amostras *as cast* e processadas com US, produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.

A figura acima apresenta as curvas de DSC obtidas para as duas amostras analisadas, onde os picos estão relacionados com as transições de fase, sendo a área que está por baixo do pico diretamente proporcional ao calor de reação de cada transformação de fase ocorrida. A partir da análise do gráfico, e tal como foi observado nas curvas de arrefecimento, é possível distinguir claramente as três principais transformações de fase que ocorrem nas amostras analisadas,

nomeadamente as reações eutéticas ternárias, onde se destaca a reação das fases de cobre, a reação eutética binária e a formação da fase α -Al.

De acordo com a Fig. 4.21 é possível observar que, de uma forma geral, na amostra processada com US as reações ocorrem mais cedo no tempo, ou seja, na fase de aquecimento ocorrem a temperaturas inferiores e na fase de arrefecimento ocorrem a temperaturas superiores. Além disso, é também visível que o fluxo de calor que é necessário fornecer à amostra tratada com US é ligeiramente inferior que o fornecido à amostra *as cast*. Isto pode ser explicado pela existência de uma maior quantidade de fases na amostra *as cast* que fundem a esta temperatura, em que, como nestas amostras coexistem intermetálicos do tipo α e β , é necessário fornecer mais calor para que todo o material funda.

No entanto, estas curvas são semelhantes, principalmente quanto à fase de arrefecimento. No que diz respeito ao aquecimento verificam-se pequenas diferenças entre as curvas, estando esta diferença mais destacada no pico relativo à formação do silício eutético. Contudo, seria necessário aprofundar mais este tipo de análise. Embora a partir destas análises seja verificada a existência de pequenas diferenças nas curvas de DSC, estes resultados não referem o que realmente se passa nas amostras processadas com US, dado que para isso seria necessário que, durante a fase de arrefecimento, a amostra em análise fosse sujeita também a um processamento com ultrassons.

4.6 Efeito da aplicação de vibrações ultrassónicas nos intermetálicos

Após a realização do presente trabalho foi verificado que a aplicação de vibrações ultrassónicas é eficaz em modificar a fase α -Al de uma estrutura dendrítica para uma mais globular, bem como modificar a morfologia de escrita chinesa dos intermetálicos do tipo α -Al(Fe,Mn)Si para uma estrutura poliédrica e mais compacta, podendo em certas condições causar ainda uma diminuição das dimensões destes cristais.

Na Fig. 4.22 estão apresentadas imagens SEM dos compostos intermetálicos do tipo α -Al(Fe,Mn)Si presentes na amostra processada por US, produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C.

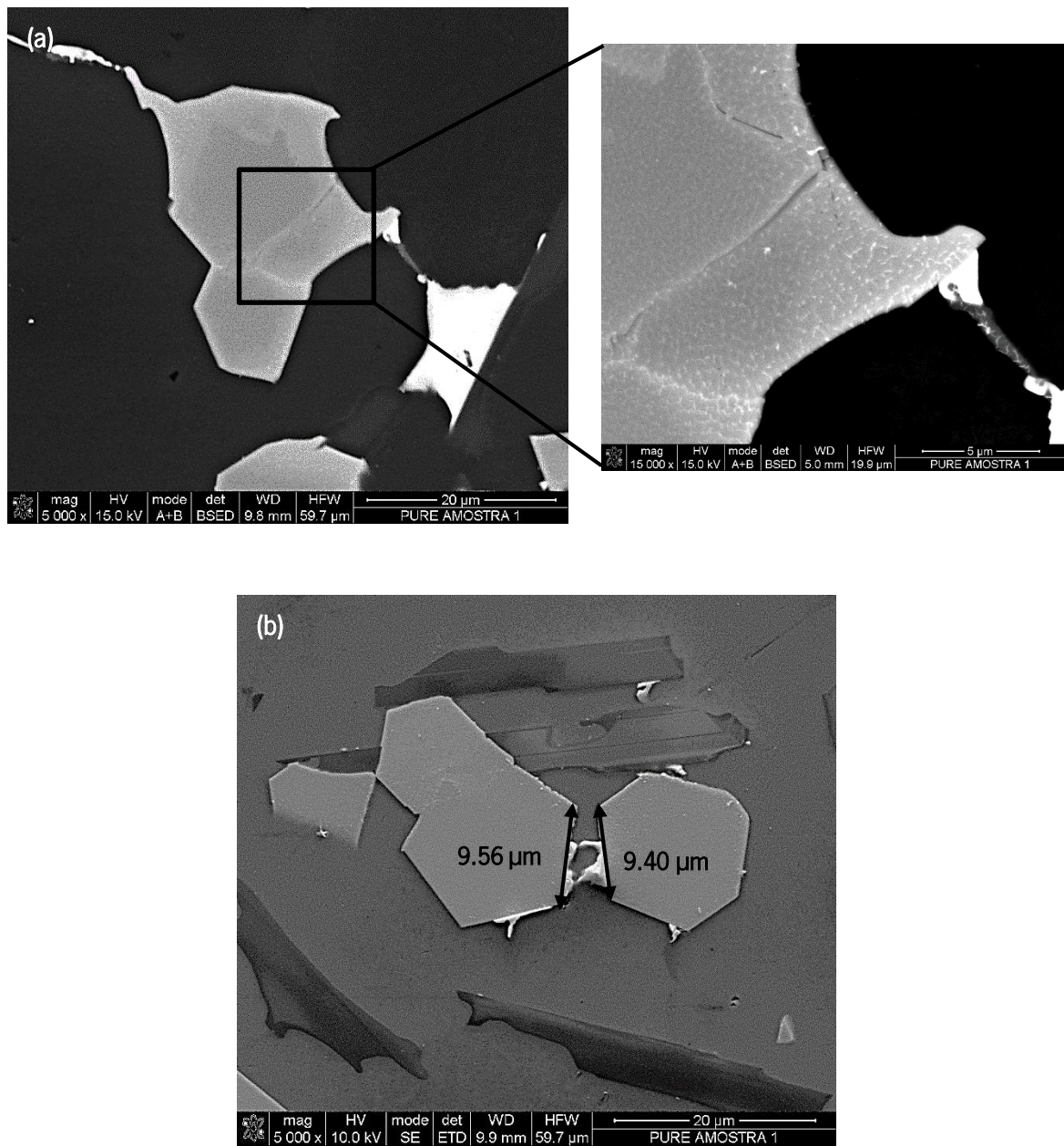


Fig. 4.22 – Imagem detalhada de intermetálicos do tipo α -Al(Fe,Mn)Si presentes na amostra tratada por US e produzida em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C: (a) cristal poliédrico, com destaque para possível linha de fratura, (b) intermetálico que poderá ter sofrido fratura devido à aplicação de vibrações ultrassônicas.

Foi já referido no subcapítulo 4.2.1 que, em amostras processadas com US, o número de cristais poliédricos nela presentes é superior ao número de intermetálicos na forma de escrita chinesa que aparecem na amostra *as cast*, para as mesmas condições de processamento. Uma possível justificação para este resultado pode-se basear no facto de que a aplicação de tratamento por ultrassons ao metal líquido, para além de promover a nucleação da fase α -Al pode também promover

a formação de núcleos de cristais do tipo $\alpha\text{-Al(Fe,Mn)Si}$, a partir do mecanismo de cavitação, que é o responsável pela nucleação da fase de alumínio primário. A criação de muitos núcleos destes cristais poliédricos leva à formação de um elevado número de compostos intermetálicos, fazendo com que o ferro existente na composição química seja todo utilizado na cristalização desta fase, levando à supressão da fase β [16]. Deste modo, é possível sugerir que o processamento com ultrassons promove de forma eficaz a nucleação da fase $\alpha\text{-Al(Fe,Mn)Si}$, na forma de cristais poliédricos.

Comparando a Fig. 4.8b com a Fig. 4.11 observa-se que as dimensões dos intermetálicos na forma de escrita chinesa são superiores às apresentadas pelos cristais poliédricos.

Na Fig. 4.22a são mostradas imagens dos intermetálicos presentes na amostra processada com US, produzida em cadinho de SiC. A partir da análise da imagem denota-se que o intermetálico apresenta linhas de fratura. Uma justificação para este resultado pode residir no facto de que a aplicação de vibrações ultrassónicas ao metal líquido até à temperatura de *solidus* promove a fragmentação dos intermetálicos nucleados. Assim, é também possível propor a teoria de que a aplicação deste tratamento promove a fratura dos compostos, podendo os cristais poliédricos serem não mais do que a fase α , na forma de escrita chinesa, fraturada, o que justifica as dimensões apresentadas pelos cristais poliédricos. Este efeito de fragmentação pode ser comprovado a partir da observação da Fig. 4.22b, onde estão apresentados dois cristais poliédricos, no qual se verifica que as suas faces mais próximas possuem aproximadamente as mesmas dimensões, o que sugere que tenha havido fratura de um cristal de maiores dimensões, que originou a formação das partículas presentes na imagem.

Na Fig. 4.23 estão apresentadas imagens SEM tridimensionais dos cristais poliédricos presentes nas amostras produzidas em moldação de aço e processadas com US entre 640-615 °C e 700-580 °C.

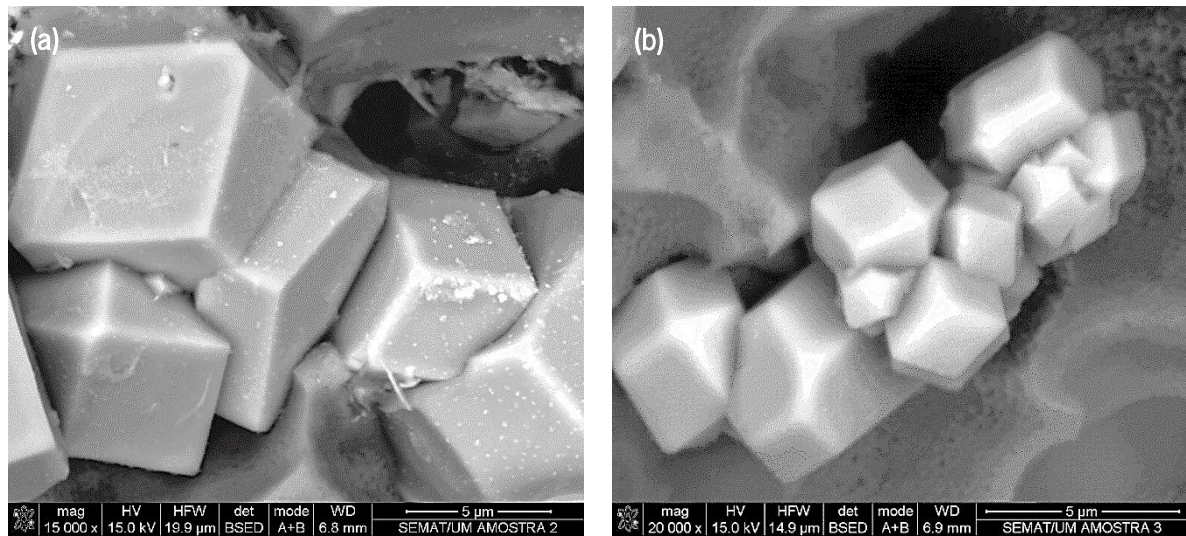


Fig. 4.23 – Compostos intermetálicos presentes nas amostras produzidas em moldação de aço processadas com US: (a) entre 640-615 °C, (b) entre 700-580 °C.

A partir das imagens acima apresentadas verifica-se que a principal diferença entre os compostos intermetálicos para as diferentes condições de aplicação de tratamento por US são as suas dimensões, em que o uso de um tratamento quase isotérmico leva à obtenção de compostos de maiores dimensões do que quando o tratamento é efetuado de forma contínua. Contudo, é comum em ambas as amostras a presença de aglomerados de cristais poliédricos. Uma possível justificação para este resultado pode ser que a aplicação de vibrações ultrassónicas ao metal líquido resulta num efeito combinado de nucleação e fragmentação destes cristais. Assim, numa primeira fase promove-se a sua formação, a partir da existência de vários núcleos destes compostos no metal líquido, sendo estes fragmentados de seguida. Porém, os cristais permaneceram unidos, o que pode sugerir que não houve tempo para promover também a sua dispersão na matriz.

É conhecido que uma boa dispersão das partículas na matriz causa a obtenção de componentes com melhores propriedades mecânicas. Deste modo, seria ideal que, para além dos fenómenos de nucleação, fragmentação ou combinação dos fenómenos de nucleação e fragmentação, a aplicação do tratamento por US ao metal líquido fosse também eficaz em promover uma boa dispersão destes compostos pela matriz, contudo teria que ser utilizado um tipo de processamento diferente. Um possível processamento com US a utilizar para se promover os efeitos acima referidos, passaria por aplicar um tratamento de forma contínua desde que a amostra é vazada até atingir a temperatura de *solidus*. No entanto, sugere-se que à temperatura de formação da fase α -Al(Fe,Mn)Si, a temperatura do fundido fosse estabilizada e se mantivesse nesse valor durante um determinado intervalo de tempo,

de forma a que os efeitos de nucleação e fragmentação dos intermetálicos pudessem ocorrer, e simultaneamente fosse promovida a dispersão destes compostos na matriz. Após esse intervalo de tempo, o processo de solidificação continuava a decorrer, sendo ainda aplicado o tratamento por US até à temperatura de *solidus*. Na Fig. 4.24 está ilustrado um esquema representativo do tipo de processamento acima descrito de forma a combinar-se os efeitos de nucleação, fragmentação e ainda dispersão na matriz dos cristais poliédricos. Analisando a imagem observa-se que, em condições normais de processamento, o arrefecimento do fundido ocorre de forma linear, sendo o tratamento por ultrassons aplicado no intervalo de temperaturas entre a temperatura de vazamento e a de *solidus*. No novo tipo de processamento, o arrefecimento já não ocorre de forma linear, havendo estabilização da temperatura do fundido aquando da formação da fase $\alpha\text{-Al}(\text{Fe,Mn})\text{Si}$, sendo que o intervalo de aplicação do tratamento por US seria o mesmo que o utilizado em condições normais de processamento.

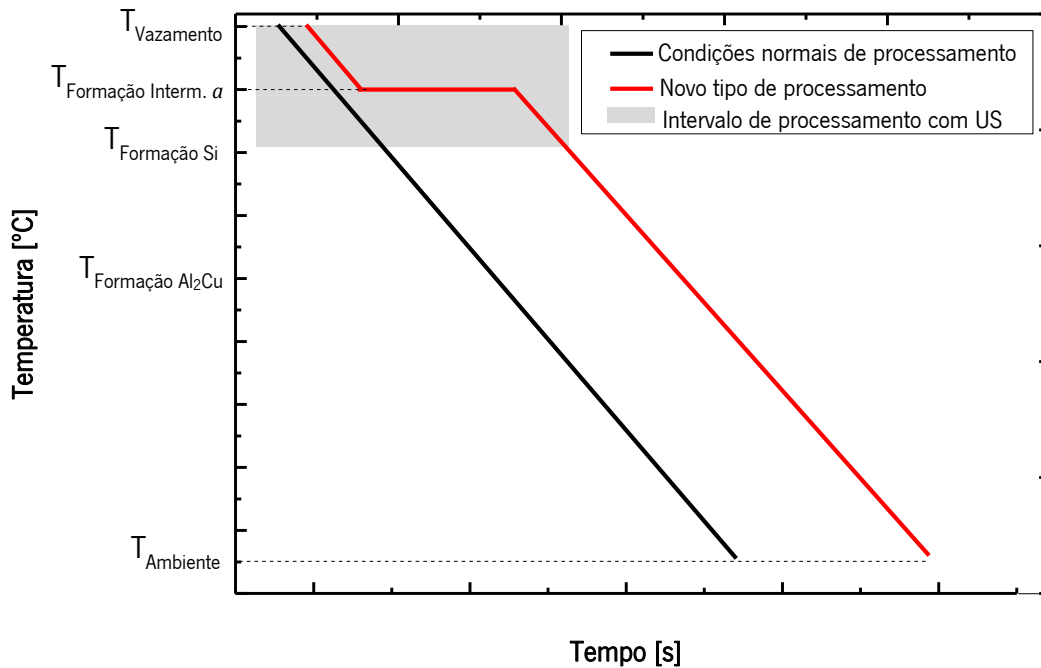


Fig. 4.24 – Representação esquemática do tipo de processamento a utilizar para obtenção de fundidos com melhor qualidade.

Após a apresentação de todos os resultados relativos ao tipo de alterações que o processamento por US causa na estrutura e dimensões tanto da fase $\alpha\text{-Al}$ como dos intermetálicos formados, verifica-se que o processamento com ultrassons é uma forma eficaz de promover a formação de estruturas

globulares e a diminuição do tamanho médio de grão da fase α -Al. Quando o processamento por US é conjugado com maiores velocidades de arrefecimento, obtém-se ainda um maior efeito na diminuição do tamanho médio de grão.

Relativamente ao tipo de intermetálicos formados, observou-se que independentemente das velocidades de arrefecimento usadas, a aplicação de vibrações ultrassónicas ao metal líquido é eficiente em promover uma modificação da morfologia dos intermetálicos em forma de escrita chinesa para cristais poliédricos e, ao mesmo tempo, suprimir a formação da fase β -AlFeSi. Por outro lado, para maiores velocidades de arrefecimento foi verificado que um processamento quase isotérmico promove a formação de estruturas mais globulares, mas com intermetálicos de maiores dimensões, enquanto que um processamento contínuo conduz à obtenção dos mesmos compostos, mas com dimensões inferiores. Apesar disso, verificou-se que a estrutura da fase α -Al formada era menos globular que no processamento quase isotérmico.

Deste modo, seria aconselhável a avaliação das propriedades mecânicas para estas amostras, de forma a verificar se a diferença de tamanhos dos intermetálicos tem um efeito muito significativo nas propriedades de um componente. A partir dos resultados obtidos pode-se sugerir que o tipo de processamento com US a aplicar ao metal líquido seja dependente do tipo de propriedades que se pretenda obter para os componentes produzidos. Assim, pode-se optar por ter uma estrutura mais globular, com compostos intermetálicos de maiores dimensões (no caso de processamento quase isotérmico), ou intermetálicos de menores dimensões, mas que possuam uma estrutura menos afinada, sendo sempre necessário efetuar uma análise das propriedades que se pretende obter para os componentes a produzir.

Por outro lado, pode-se sugerir a aplicação do tratamento contínuo para processos de fundição que usem velocidades de arrefecimento mais lentas, onde se destaca o processo de fundição em areia. Com velocidades mais lentas haveria então um maior tempo de aplicação do tratamento por US, levando à formação de estruturas globulares da fase α -Al e ao mesmo tempo à formação de intermetálicos de menores dimensões.

CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES

As principais conclusões a que se chegou após a realização deste trabalho são referentes a quatro parâmetros principais: o efeito do processamento por ultrassons na microestrutura da liga em estudo, o efeito do processamento por ultrassons no tipo de intermetálicos formados, a variação dos parâmetros críticos de solidificação para as diferentes condições de processamento utilizadas e o efeito da aplicação de ultrassons nas dimensões dos intermetálicos formados.

Relativamente ao tipo de microestrutura obtida para a liga AlSi9Cu3(Fe) pode concluir-se que:

- O uso de maiores velocidades de arrefecimento promove um aumento do grau de afinação da estrutura, pela formação de fases de menores dimensões;

- A aplicação de tratamento por ultrassons ao metal líquido promove a formação de estruturas não dendríticas e mais globulares. Além disso, quando conjugado com maiores velocidades de arrefecimento, o tratamento por US promove ainda uma diminuição do tamanho médio de grão;

- O mecanismo de cavitação é o responsável pela diminuição do tamanho de grão;

- O tipo de tratamento aplicado (quase isotérmico vs. contínuo) influencia o tipo de estrutura da fase α -Al. A aplicação de um tratamento quase isotérmico é a forma mais eficaz de se promover a formação de estruturas globulares.

- O processamento por ultrassons induz alterações nas direções de crescimento dos grãos da fase α -Al, sendo para estas amostras a direção (111) como a preferencial de crescimento, enquanto nas amostras *as cast* é a direção (220).

Relativamente ao efeito da aplicação do tratamento por ultrassons na características dos intermetálicos pode-se concluir que:

- Em amostras *as cast* coexistem intermetálicos do tipo α -Al(Fe,Mn)Si, na forma de escrita chinesa, e β -AlFeSi, sob a forma de finas placas;

- A aplicação do tratamento por US promove modificação da escrita chinesa para uma morfologia mais compacta, na forma de cristais poliédricos. Além disso, causa a supressão da fase β ;

- A aplicação de um tratamento contínuo causa ainda a diminuição do tamanho dos cristais poliédricos.

- Os intermetálicos presentes nas diferentes amostras produzidas podem ser do tipo α , tanto na forma de escrita chinesa como na forma de cristais poliédricos, que possuem composição química $Al_{17}(Fe_{3,2}Mn_{0,8})Si_2$, do tipo $\alpha-Al_8Fe_2Si$ ou do tipo $\beta-Al_9Fe_2Si_2$;

- Os intermetálicos na forma de cristais poliédricos possuem valores de dureza superiores aos obtidos para os compostos sob a forma de escrita chinesa.

Considerando os resultados obtidos a partir das curvas de arrefecimento, pode-se concluir que:

- O processamento do metal líquido com US causa um aumento da velocidade de arrefecimento do fundido;

- A aplicação do tratamento por US causa um aumento da temperatura de nucleação da fase $\alpha-Al$, o que se traduz num aumento do intervalo da temperatura de solidificação;

- O tratamento por ultrassons tem apenas influência na modificação da estrutura da fase $\alpha-Al$, não se tendo efeito significativo nos parâmetros de solidificação relativos ao silício eutético e à fase Al_2Cu .

Em relação aos efeitos da aplicação do tratamento por ultrassons ao metal líquido, pode-se concluir que:

- São três os fenómenos possíveis que o processamento por ultrassons pode causar nos compostos intermetálicos: nucleação, fragmentação ou nucleação combinada com fragmentação:

- A aplicação de um tratamento quase isotérmico causa a obtenção de estruturas globulares, mas de intermetálicos de maiores dimensões. A aplicação de um tratamento contínuo promove a formação de estrutura da fase $\alpha-Al$ na forma de rosetas, mas a formação de intermetálicos de menores dimensões.

5.1 Considerações finais e perspectivas de trabalhos futuros

Após a realização deste trabalho foi possível tirar algumas conclusões quanto ao efeito da aplicação de tratamento por ultrassons ao metal líquido tanto na estrutura da fase α -Al como no tipo e morfologia dos compostos intermetálicos formados. Contudo seria necessário ainda proceder-se a um estudo mais aprofundado relativamente a alguns resultados obtidos, dado que a obtenção de fundidos de elevada qualidade é do máximo interesse para a indústria da fundição. Assim, seria pertinente:

- A realização de ensaios de tração, para se verificar quais os efeitos induzidos pela aplicação de tratamento por US ao metal líquido nas propriedades mecânicas;

- A realização de novos ensaios de microdurezas, de forma a se perceber se de facto os cristais poliédricos apresentam uma dureza bastante mais elevada que os em forma de escrita chinesa;

- Realização de análises térmicas, onde se usaria um termopar com maior sensibilidade, por forma a se perceber qual a temperatura exata de formação dos compostos intermetálicos, principalmente da fase α -Al(Fe,Mn)Si, em amostras *as cast* e processadas com US;

- Produção de amostras, em que se promovesse um estágio isotérmico do metal líquido, à temperatura de formação da fase α -Al(Fe,Mn)Si, durante o qual seria aplicado o tratamento por ultrassons, para verificar qual o efeito que este tipo de processamento teria na dispersão dos intermetálicos na matriz.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] *ASM Handbook Volume 02 (Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials)* vol. 2. United States of America: ASM International 1990.
- [2] J. E. Gruzleski e B. M. Closset, *Treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys*: American Foundry Society, 1990.
- [3] F. J. Humphreys, "Review: Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction," *Journal of Materials Science*, vol. 36, pp. 3833-3854, 2001.
- [4] L. Klimek e B. Pietrzyk, "Electron backscatter diffraction as a useful method for alloys microstructure characterization," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 382, pp. 17-23, 2004.
- [5] F. J. Humphreys, "Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD)," *Scripta Materialia*, vol. 51, pp. 771-776, 2004.
- [6] R. M. M. T. Rocha, "Caracterização Microestrutural de Materiais: Métodos Experimentais em EBSD," Tese de Mestrado, Departamento de Física, Faculdade de Ciências da Universidade do Porto, 2009.
- [7] S. S. Tim Maitland, "2 Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples," in *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*, Z. L. W. Weili Zhou, Ed., ed New York, USA: Springer, 2006.
- [8] D. Stojakovic, "Electron backscatter diffraction in materials characterization," *Processing and Application of Ceramics* vol. 6, pp. 1-13, 2012.
- [9] J. A. Small e J. R. Michael, "Phase identification of individual crystalline particles by electron backscatter diffraction," *Journal of Microscopy*, vol. 201, pp. 59-69, 2001.
- [10] M. Malekan e S. G. Shabestari, "Computer-aided cooling curve thermal analysis used to predict the quality of aluminum alloys," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 103, pp. 453-458, 2011.
- [11] S. Hegde e K. N. Prabhu, "Modification of eutectic silicon in Al-Si alloys," *Journal of Materials Science*, vol. 43, pp. 3009-3027, 2008.
- [12] L. Ceschini, I. Boromei, A. Morri, S. Seifeddine, e I. L. Svensson, "Effect of Fe content and microstructural features on the tensile and fatigue properties of the Al-Si₁₀-Cu₂ alloy," *Materials & Design*, vol. 36, pp. 522-528, 2012.
- [13] S. M. Jigajinni, K. Venkateswarlu, e S. A. Kori, "Computer aided cooling curve analysis for Al-5Si and Al-11Si," *International Journal of Engineering, Science and Technology*, vol. 3, pp. 257-272, 2011.

- [14] D. G. Mallapur, K. R. Udupa, e S. A. Kori, "Influence of grain refiner and modifier on the microstructure and mechanical properties of A356 alloy," *International Journal of Engineering, Science and Technology*, vol. 2, pp. 4487-4493, 2010.
- [15] V. S. Zolotarevsky , N. A. Belov, e M. V. Glazoff, *Casting Aluminum Alloys*, 1st Edition ed. Moscow, Pittsburgh: Elsevier Science, 2007.
- [16] L. A. Narayanan, F. H. Samuel, e J. E. Gruzleski, "Crystallization behavior of iron-containing intermetallic compounds in 319 aluminum alloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 25, pp. 1761-1773, 1994.
- [17] K. Labisz, M. Krupiński, e L. A. Dobrzański, "Phases morphology and distribution of the Al-Si-Cu alloy," *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 37, pp. 309-316, 2009.
- [18] L. Backerud, G. Chai, e J. Tamminen, *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys Vol 2: Foundry Alloys*. Stockholm: AFS, 1990.
- [19] E. Tillová, M. Chalupová, e L. Hurtalová, "Evolution of Phases in a Recycled Al-Si Cast Alloy During Solution Treatment," in *Scanning Electron Microscopy*, V. Kazmiruk, Ed., ed: INTECH, 2012.
- [20] S. Gowri e F. H. Samuel, "Effect of alloying elements on the solidification characteristics and microstructure of Al-Si-Cu-Mg-Fe 380 alloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 25A, pp. 437-448, 1994.
- [21] L. Ceschini, I. Boromei, A. Morri, S. Seifeddine, e I. L. Svensson, "Microstructure, tensile and fatigue properties of the Al-10%Si-2%Cu alloy with different Fe and Mn content cast under controlled conditions," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, pp. 5669-5679, 2009.
- [22] J. Campbell, *Castings*. Oxford: Elsevier Science, 2003.
- [23] H. Puga, S. Costa, J. Barbosa, S. Ribeiro, e M. Prokic, "Influence of ultrasonic melt treatment on microstructure and mechanical properties of AlSi9Cu3 alloy," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 211, pp. 1729-1735, 2011.
- [24] S. G. Shabestari e M. Malekan, "Assessment of the effect of grain refinement on the solidification characteristics of 319 aluminum alloy using thermal analysis," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 492, pp. 134-142, 2010.
- [25] D. Qiu, J. A. Taylor, M. X. Zhang, e P. M. Kelly, "A mechanism for the poisoning effect of silicon on the grain refinement of Al-Si alloys," *Acta Materialia*, vol. 55, pp. 1447-1456, 2007.
- [26] A. K. Dahle, K. Nogita, S. D. McDonald, C. Dinnis, e L. Lu, "Eutectic modification and microstructure development in Al-Si Alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 413-414, pp. 243-248, 2005.

- [27] S. Shankar, Y. W. Riddle, e M. M. Makhlof, "Nucleation mechanism of the eutectic phases in aluminum–silicon hypoeutectic alloys," *Acta Materialia*, vol. 52, pp. 4447-4460, 2004.
- [28] S. McDonald, A. Dahle, J. Taylor, e D. StJohn, "Eutectic grains in unmodified and strontium-modified hypoeutectic aluminum-silicon alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, pp. 1829-1837, 2004.
- [29] A. K. Dahle, K. Nogita, S. D. McDonald, J. W. Zindel, e L. M. Hogan, "Eutectic nucleation and growth in hypoeutectic Al-Si alloys at different strontium levels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, pp. 949-960, 2001.
- [30] L. Zhang, D. G. Eskin, A. Miroux, e L. Katgerman, "Formation of Microstructure in Al-Si Alloys under Ultrasonic Melt Treatment," in *Light Metals 2012*, ed: John Wiley & Sons, Inc., 2012, pp. 999-1004.
- [31] H. Puga, "Desenvolvimento de uma técnica de fundição de ligas de alumínio de alta resistência," Tese de Doutorado, Universidade do Minho, 2011.
- [32] W. Khalifa, Y. Tsunekawa, e M. Okumiya, "Effect of ultrasonic treatment on the Fe-intermetallic phases in ADC12 die cast alloy," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 210, pp. 2178-2187, 2010.
- [33] X. Jian, T. T. Meek, e Q. Han, "Refinement of eutectic silicon phase of aluminum A356 alloy using high-intensity ultrasonic vibration," *Scripta Materialia*, vol. 54, pp. 893-896, 2006.
- [34] G. I. Eskin, *Ultrasonic Treatment of Light Alloy Melts*. Amsterdam, Netherlands: Gordon and Breach Science, 1998.
- [35] H. Xu, Q. Han, e T. T. Meek, "Effects of ultrasonic vibration on degassing of aluminum alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 473, pp. 96-104, 2008.
- [36] H. Puga, J. Barbosa, E. Seabra, S. Ribeiro, e M. Prokic, "The influence of processing parameters on the ultrasonic degassing of molten AlSi9Cu3 aluminium alloy," *Materials Letters*, vol. 63, pp. 806-808, 2009.
- [37] C. M. Dinnis, J. A. Taylor, e A. K. Dahle, "As-cast morphology of iron-intermetallics in Al–Si foundry alloys," *Scripta Materialia*, vol. 53, pp. 955-958, 2005.
- [38] S. G. Shabestari e M. Ghanbari, "Effect of plastic deformation and semisolid forming on iron–manganese rich intermetallics in Al–8Si–3Cu–4Fe–2Mn alloy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 508, pp. 315-319, 2010.
- [39] S. G. Shabestari, "The effect of iron and manganese on the formation of intermetallic compounds in aluminum–silicon alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 383, pp. 289-298, 2004.
- [40] S. G. Shabestari, M. Keshavarz, e M. M. Hejazi, "Effect of strontium on the kinetics of formation and segregation of intermetallic compounds in A380 aluminum alloy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 477, pp. 892-899, 2009.

- [41] S. Seifeddine, S. Johansson, e I. L. Svensson, "The influence of cooling rate and manganese content on the β -Al₅FeSi phase formation and mechanical properties of Al–Si-based alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 490, pp. 385-390, 2008.
- [42] Z. Ma, A. M. Samuel, F. H. Samuel, H. W. Doty, e S. Valtierra, "A study of tensile properties in Al–Si–Cu and Al–Si–Mg alloys: Effect of β -iron intermetallics and porosity," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 490, pp. 36-51, 2008.
- [43] C. M. Dinnis, J. A. Taylor, e A. K. Dahle, "Iron-related porosity in Al–Si–(Cu) foundry alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 425, pp. 286-296, 2006.
- [44] L. Lu e A. K. Dahle, "Iron-rich intermetallic phases and their role in casting defect formation in hypoeutectic Al–Si alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, pp. 819-835, 2005.
- [45] S. G. Shabestari e E. Parshizfard, "Effect of semi-solid forming on the microstructure and mechanical properties of the iron containing Al–Si alloys," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 7973-7978, 2011.
- [46] S. Belmares-Perales, M. Castro-Román, M. Herrera-Trejo, e L. E. Ramírez-Vidaurri, "Effect of cooling rate and Fe/Mn weight ratio on volume fractions of α -AlFeSi and β -AlFeSi phases in Al–7.3Si–3.5Cu alloy," *Metals and Materials International* vol. 14, pp. 307-314, 2008.
- [47] B. Suárez-Peña e J. Asensio-Lozano, "Influence of Sr modification and Ti grain refinement on the morphology of Fe-rich precipitates in eutectic Al–Si die cast alloys," *Scripta Materialia*, vol. 54, pp. 1543-1548, 2006.
- [48] G. Zhong, S. Wu, H. Jiang, e P. An, "Effects of ultrasonic vibration on the iron-containing intermetallic compounds of high silicon aluminum alloy with 2% Fe," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 492, pp. 482-487, 2010.
- [49] M. V. Kral, "A crystallographic identification of intermetallic phases in Al–Si alloys," *Materials Letters*, vol. 59, pp. 2271-2276, 2005.
- [50] J. A. Taylor, "The effect of iron in Al-Si casting alloys," presented at the 35th Australian Foundry Institute National Conference, Adelaide, South Australia, 2004.
- [51] P. Ashtari, H. Tezuka, e T. Sato, "Modification of Fe-containing intermetallic compounds by K addition to Fe-rich AA319 aluminum alloys," *Scripta Materialia*, vol. 53, pp. 937-942, 2005.
- [52] A. F. Gourgues-Lorenzon, "Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations: present and possible future," *Journal of Microscopy-oxford*, vol. 233, pp. 460-473, 2009.
- [53] V. Randle, "Electron backscatter diffraction: Strategies for reliable data acquisition and processing," *Materials Characterization*, vol. 60, pp. 913-922, 2009.

- [54] K. Nogita, S. D. McDonald, J. W. Zindel, e A. K. Dahle, "Eutectic solidification mode in strontium modified Al-7mass%Si-3.5mass%Cu-0.2mass%Mg casting alloys," *Materials Transactions*, vol. 42, pp. 1981-1986, 2001.
- [55] M. V. Kral, H. R. McIntyre, e M. J. Smillie, "Identification of intermetallic phases in a eutectic Al-Si casting alloy using electron backscatter diffraction pattern analysis," *Scripta Materialia*, vol. 51, pp. 215-219, 2004.
- [56] h. Ihsan ul, J.-S. Shin, e Z.-H. Lee, "Computer-aided cooling curve analysis of A356 aluminum alloy," *Metals and Materials International*, vol. 10, pp. 89-96, 2004.
- [57] A. A. Canales, J. Talamantes-Silva, D. Gloria, S. Valtierra, e R. Colás, "Thermal analysis during solidification of cast Al-Si alloys," *Thermochimica Acta*, vol. 510, pp. 82-87, 2010.
- [58] D. Emadi, L. V. Whiting, M. B. Đurđević, W. T. Kierkus, e J. Sokolowski, "Comparison of Newtonian and Fourier thermal analysis techniques for calculation of latent heat and solid fraction of aluminum alloys," *Metalurgija*, vol. 10, 2004.
- [59] J. M. R. Arango, "Análise térmica de ligas Al-Si com adição de inoculante," Tese de Mestrado, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil, 2009.
- [60] M. Zhu, Z. Jian, L. Yao, C. Liu, G. Yang, e Y. Zhou, "Effect of mischmetal modification treatment on the microstructure, tensile properties, and fracture behavior of Al-7.0%Si-0.3%Mg foundry aluminum alloys," *Journal of Materials Science*, vol. 46, pp. 2685-2694, 2011.
- [61] "ASTM E112 - 12 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size," ed: West Conshocken, 1996, pp. 1-27.
- [62] S. Farahany, A. Ourdjini, e M. H. Idris, "The usage of computer-aided cooling curve thermal analysis to optimise eutectic refiner and modifier in Al-Si alloys," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 109, pp. 105-111, 2012.
- [63] L. A. Dobrzański, R. Maniara, J. Sokolowski, e W. Kasprzak, "Effect of cooling rate on the solidification behavior of AC AlSi7Cu2 alloy," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 191, pp. 317-320, 2007.
- [64] P. Marchwica, J. H. Sokolowski, e W. T. Kierkus, "Fraction solid evolution characteristics of AlSiCu alloys - dynamic baseline approach," *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 47, pp. 115-136, 2011.
- [65] F. C. Robles Hernández e J. H. Sokolowski, "Thermal analysis and microscopical characterization of Al-Si hypereutectic alloys," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 419, pp. 180-190, 2006.
- [66] L. A. Dobrzański, R. Maniara, e J. H. Sokolowski, "The effect of cooling rate on microstructure and mechanical properties of AC AlSi9Cu alloy," *Archives of Materials Science and Engineering*, vol. 28, pp. 105-112, 2007.

- [67] S. Ji, W. Yang, F. Gao, D. Watson, e Z. Fan, "Effect of iron on the microstructure and mechanical property of Al–Mg–Si–Mn and Al–Mg–Si diecast alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 564, pp. 130-139, 2013.
- [68] V. Hansen, B. Hauback, M. Sundberg, C. Rømming, e J. Gjønnes, " β -Al₄.5FeSi: A Combined Synchrotron Powder Diffraction, Electron Diffraction, High-Resolution Electron Microscopy and Single-Crystal X-ray Diffraction Study of a Faulted Structure," *Acta Crystallographica Section B*, vol. 54, pp. 351-357, 1998.
- [69] J. Roger, F. Bosselet, e J. C. Viala, "X-rays structural analysis and thermal stability studies of the ternary compound α -AlFeSi," *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 184, pp. 1120-1128, 2011.
- [70] K. Nogita e A. K. Dahle, "Eutectic solidification in hypoeutectic Al–Si alloys: electron backscatter diffraction analysis," *Materials Characterization*, vol. 46, pp. 305-310, 2001.
- [71] T. V. Atamanenko, D. G. Eskin, e L. Katgerman, "Temperature effects in aluminium melts due to cavitation induced by high power ultrasound," *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 22, pp. 26-29, 2009.

ANEXOS

ANEXO I – CURVAS DE ARREFECIMENTO E SUAS DERIVADAS

De forma a determinar os parâmetros críticos de solidificação das principais fases formadas durante o arrefecimento do metal, foram obtidas a primeira e segunda derivadas das curvas de arrefecimento apresentadas na secção 4.5.

Nas imagens seguintes apresentam-se então as curvas de arrefecimento e as respetivas primeira e segunda derivadas, para cada amostra produzida em cadinho de SiC.

As Fig. A. 1, Fig. A. 4 e Fig. A. 6 referem-se a amostras *as cast* produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 600, 400 e cadinho à temperatura ambiente, respetivamente. Por outro lado, as Fig. A. , Fig. A. 3, Fig. A. 5 e Fig. A. 7 são relativas às amostras processadas com US, sendo as Fig. A. 2 e Fig. A. 3 referentes ao procesamento em cadinho de SiC pré-aquecido a 600 °C, enquanto as Fig. A. 5 e Fig. A. 7 se referem a amostras produzidas em cadinho de SiC pré-aquecido a 400 °C e à temperatura ambiente, respetivamente.

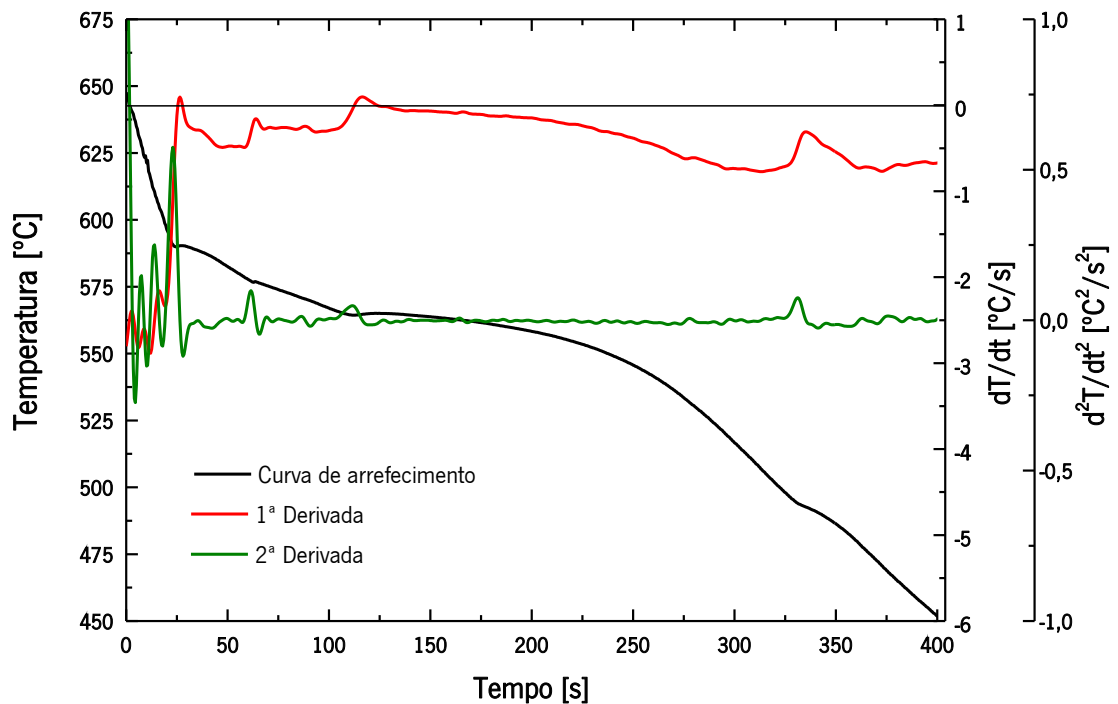


Fig. A. 1 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a amostra *as cast*, produzida em cadinho de SiC, pré-aquecido a 600 °C.

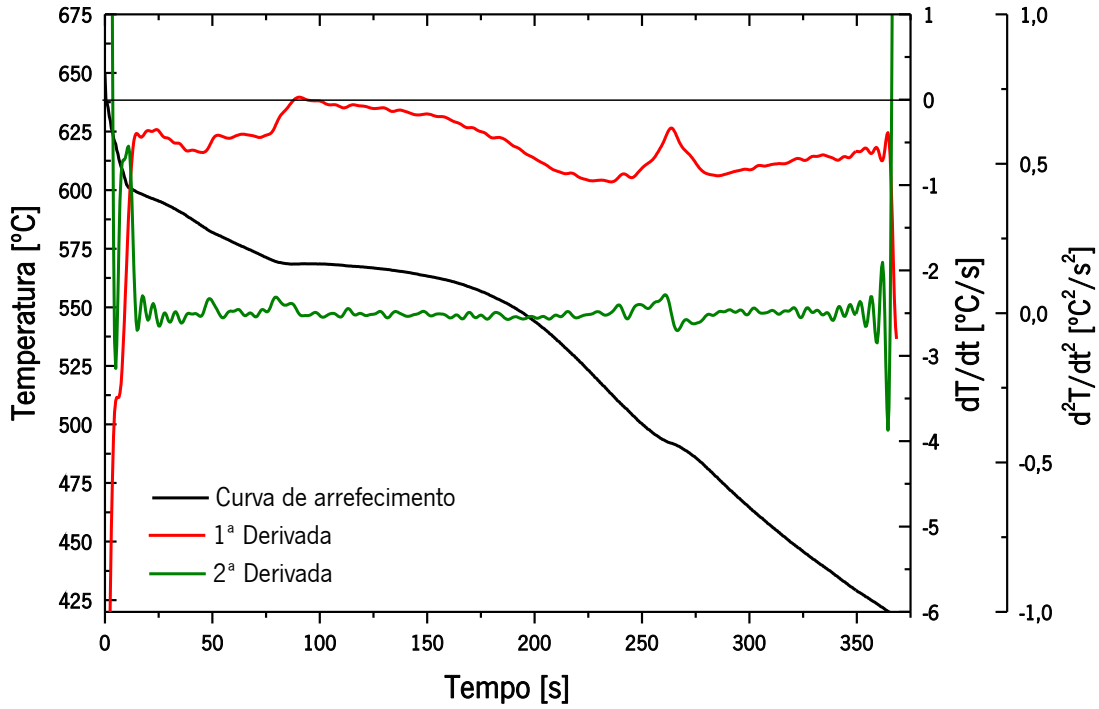


Fig. A. 2 – Curva de arrefecimento e respectivas derivadas obtidas para a amostra processada com US até 585 °C, produzida em cadinho de SiC, pré-aquecido a 600 °C.

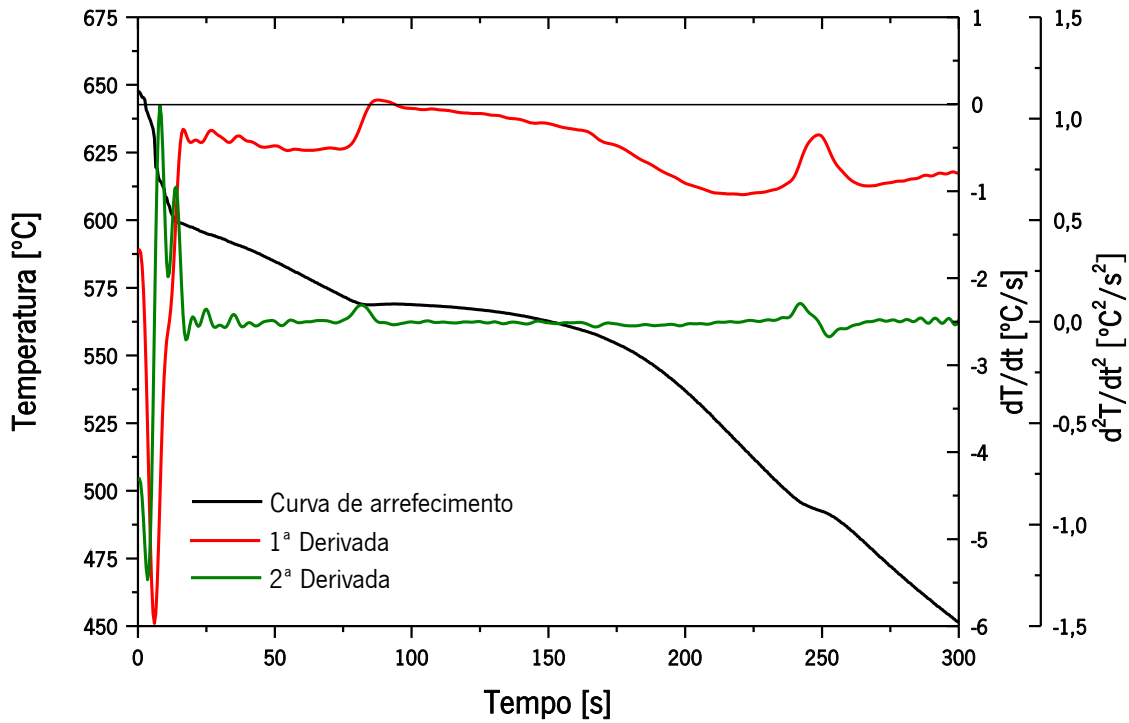


Fig. A. 3 – Curva de arrefecimento e respectivas derivadas obtidas para a amostra tratada por US até 565 °C, produzida em cadinho de SiC, pré-aquecido a 600 °C.

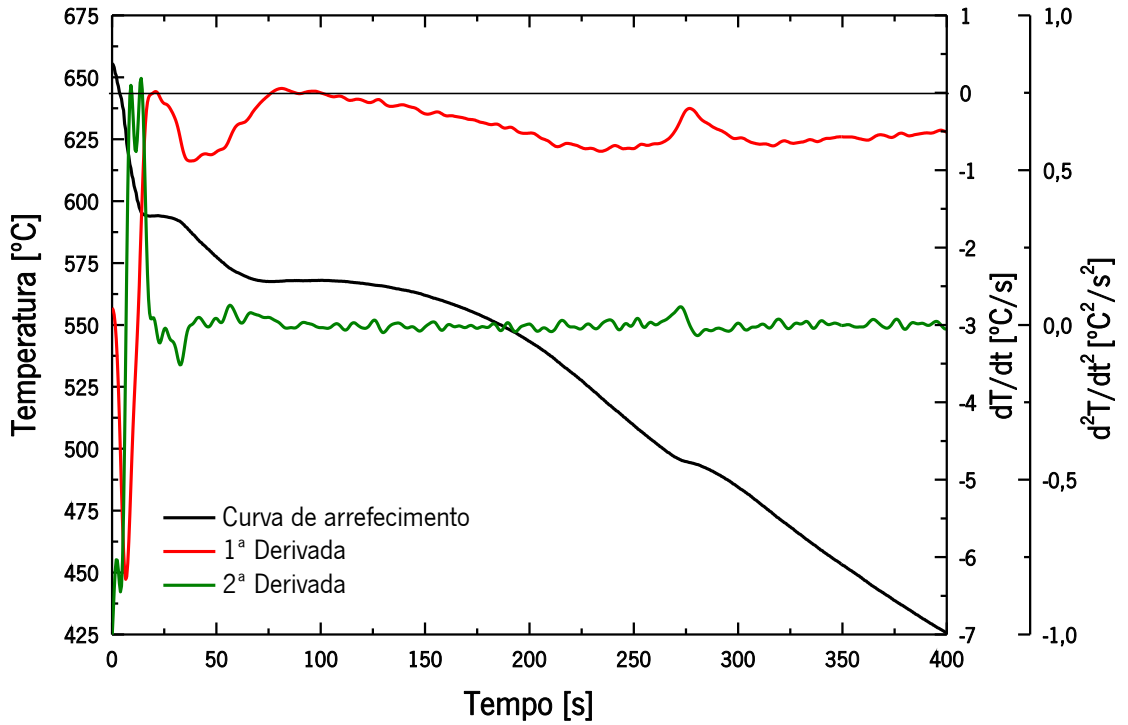


Fig. A. 4 – Curva de arrefecimento e respectivas derivadas obtidas para a amostra *as cast*, produzida em cadinho de SiC, pré-aquecido a 400 °C.

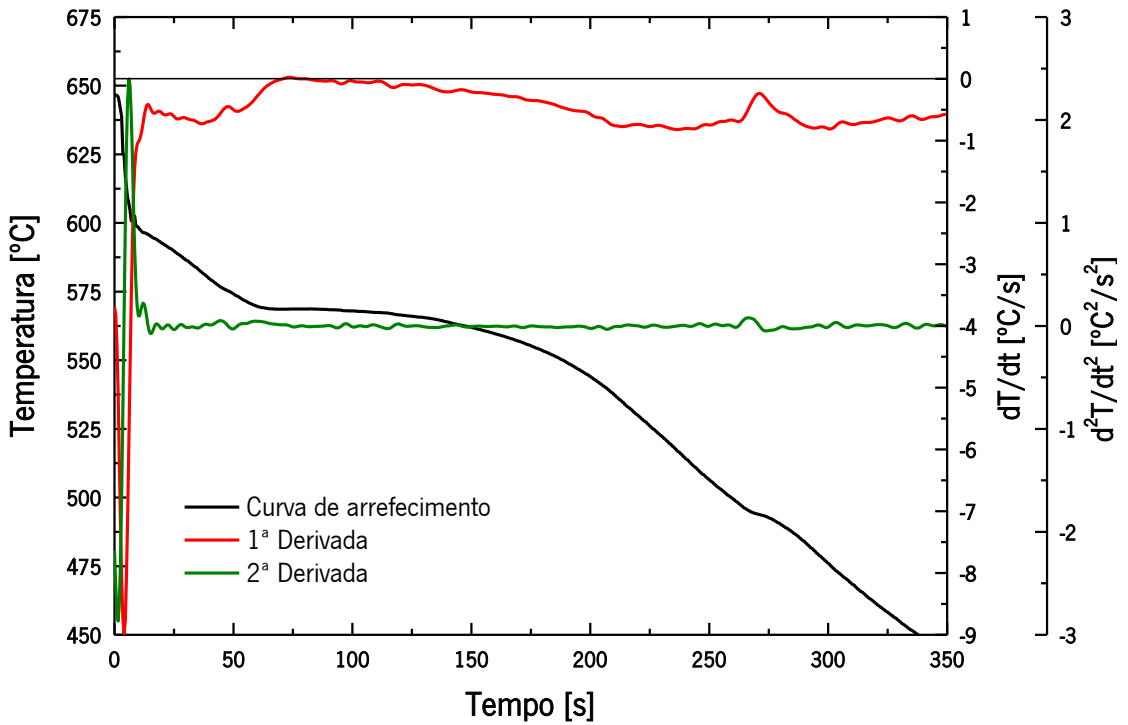


Fig. A. 5 – Curva de arrefecimento e respectivas derivadas obtidas para a amostra processada com US até 585 °C, produzida em cadinho de SiC, pré-aquecido a 400 °C.

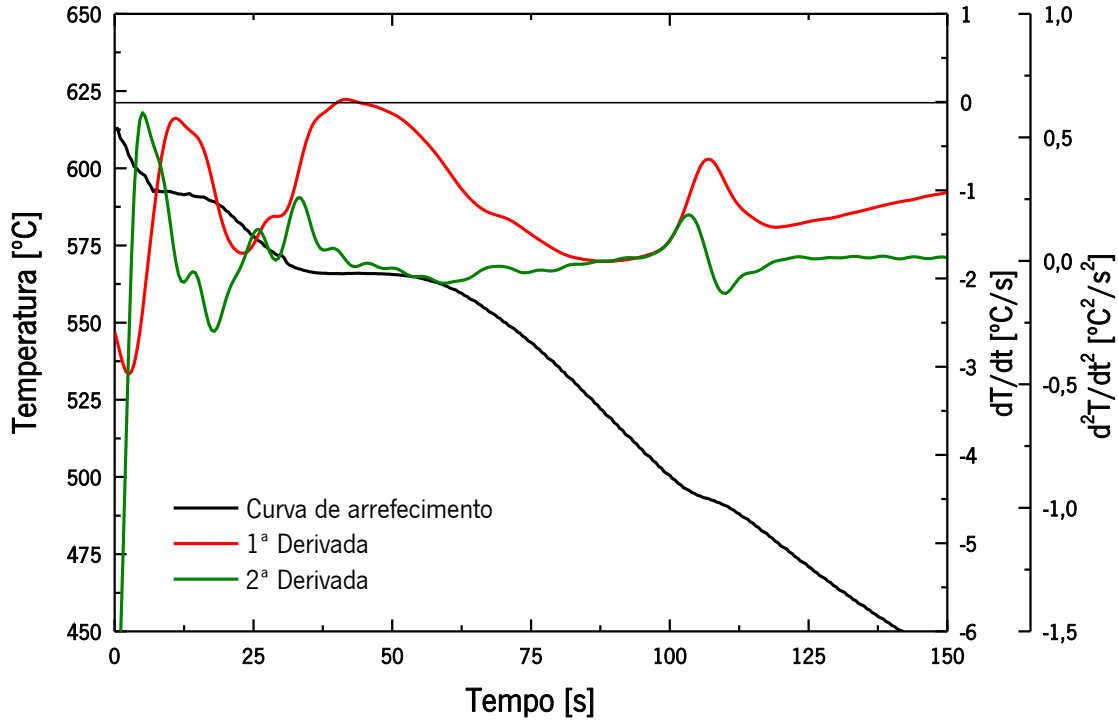


Fig. A. 6 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a amostra *as cast*, produzida em cadinho de SiC, à temperatura ambiente.

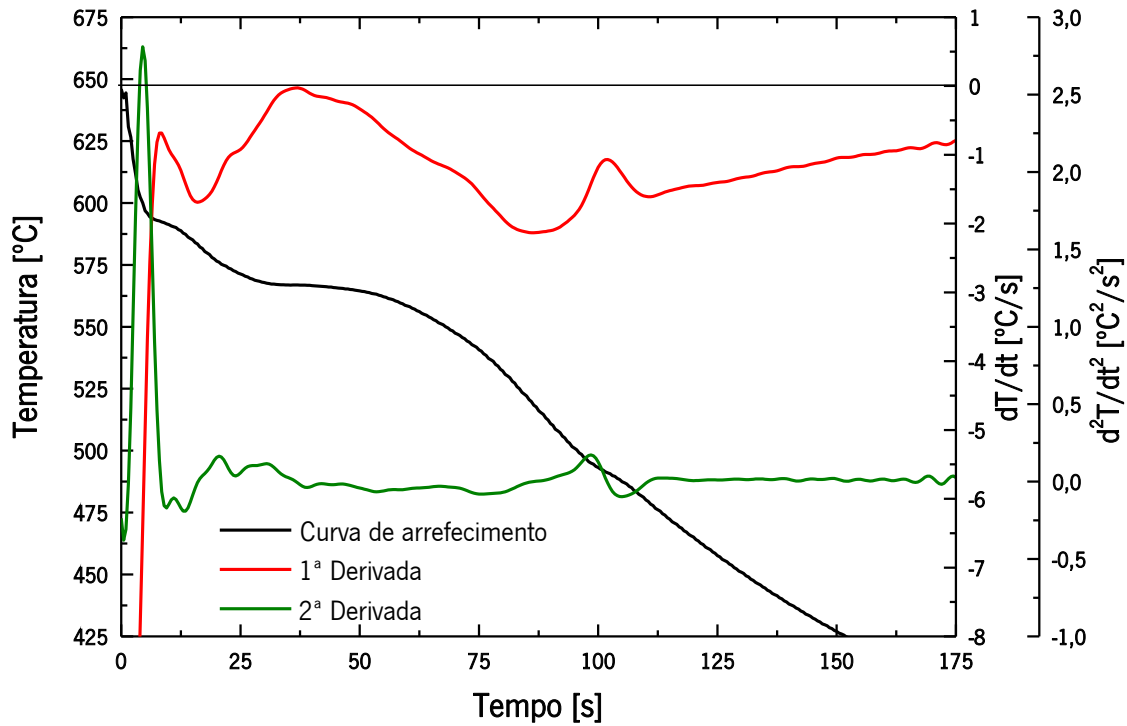


Fig. A. 7 – Curva de arrefecimento e respetivas derivadas obtidas para a amostra processada com US até 585 °C, produzida em cadinho de SiC, à temperatura ambiente.

Deste modo, seria aconselhável a avaliação das propriedades mecânicas para estas amostras, de forma a verificar se a diferença de tamanhos dos intermetálicos tem um efeito muito significativo nas propriedades de um componente. A partir dos resultados obtidos pode-se sugerir que o tipo de processamento com US a aplicar ao metal líquido seja dependente do tipo de propriedades que se pretenda obter para os componentes produzidos. Assim, pode-se optar por ter uma estrutura mais globular, com compostos intermetálicos de maiores dimensões (no caso de processamento quase isotérmico), ou intermetálicos de menores dimensões, mas que possuam uma estrutura menos afinada, sendo sempre necessário efetuar uma análise das propriedades que se pretende obter para os componentes a produzir.

Por outro lado, pode-se sugerir a aplicação do tratamento contínuo para processos de fundição que usem velocidades de arrefecimento mais lentas, onde se destaca o processo de fundição em areia. Com velocidades mais lentas haveria então um maior tempo de aplicação do tratamento por US, levando à formação de estruturas globulares da fase α -Al e ao mesmo tempo à formação de intermetálicos de menores dimensões.