

U. PORTO

FEUP FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

 **M** 2016

CONTROLO MICROESTRUTURAL DE BILETES DE ALUMÍNIO PARA EXTRUSÃO

FRANCISCO CARLOS BOIA MARTINS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO APRESENTADA
À FACULDADE DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE DO PORTO EM
ENGENHARIA METALÚRGICA E MATERIAIS

ORIENTADOR

MANUEL FERNANDO GONÇALVES VIEIRA



SUPERVISORA NA EXTRUSAL

ENG^a MARGARIDA MARTINS

U. PORTO

FEUP FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

CANDIDATO *Francisco Carlos Boia Martins* *Código 200907750*

TÍTULO *Controlo Microestrutural de Biletes de Alumínio para Extrusão*

DATA *29 de março 2016*

LOCAL *Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto – Sala F103*

JÚRI *Presidente Prof^a Laura Ribeiro*

Arguente Prof^a Ana Maria Pinto (DEM-EEUM)

Orientador Pro. Manuel Vieira

Resumo

O objetivo da presente dissertação foi estudar alguns parâmetros microestruturais de biletos de alumínio para extrusão, nomeadamente a camada de refusão, segregação inversa, tamanho de grão e percentagem de transformação dos intermetálicos β em α .

Foram analisadas e comparadas amostras de biletos da liga 6060 de 3 fornecedores diferentes. Estes biletos apresentavam-se no estado homogeneizado tal como são recebidos pela Extrusal.

A camada de refusão foi medida por microscopia ótica com assistência a *software* específico. A segregação inversa foi analisada por Microscopia Eletrónica de Varrimento de alta resolução, com Microanálise por Raios X (SEM/EDX). O tamanho de grão foi analisado através de microscopia ótica e quantificado através do *software* LAS. A percentagem de transformação dos intermetálicos AlFeSi foi calculada pela percentagem relativa de alfa. As duas fases intermetálicas foram diferenciadas pelo fator de forma crítico. Foram ainda estudadas outras formas de caracterização destes intermetálicos, nomeadamente através da composição química e pela determinação da estrutura cristalina. Foram também realizados ensaios de dureza. Os valores da camada de refusão dependem do fornecedor e variam entre 70 μm e 100 μm . Relativamente à percentagem de transformação dos intermetálicos AlFeSi, a maior percentagem medida foi de cerca de 96% e a menor de 86%, sendo esta inferior ao mínimo aceitável segundo as *Best Practice* de um dos principais fabricantes mundiais de biletos de alumínio.

Abstract

The main objective of this work was to study some microstructural parameters of aluminium extrusion billets, such as shell zone, inverse segregation, grain size and β to α intermetallics transformation rate.

There were analysed and compared samples of 6060 alloy billets from 3 different suppliers. Those billets were in the homogenized state as they are received in Extrusal.

The shell zone was measured by optical microscopy assisted with image analysis software. Inverse segregation was analysed by high resolution Scattering Electron Microscopy, with X-Ray Microanalysis (SEM/EDX). Grain size was analysed by optical microscopy and quantified with LAS software. The intermetallic transformation rate was achieved by quantifying the α fraction rate. Both phases were distinguished through a critical aspect ratio. There were also studied other characterization techniques, by its chemical composition and by its crystal structure. There were also performed hardness tests.

Shell zone thickness varies from 70 to 100 μm , depending on the supplier. The major transformation rate was of 96 %, while the minor 86 % which is just under the minimum value given by the *Best Practice* of one of the major aluminium billets producer worldwide.

Índice

Resumo.....	i
Abstract.....	iii
Índice	v
Lista de Figuras	viii
Lista de Tabelas.....	x
Abreviaturas e Símbolos	xi
1 Objetivos.....	1
2 Introdução	2
2.1 Alumínio e as ligas 6xxx.....	2
2.2 Produção de perfis de alumínio	5
2.3 Extrusão de alumínio na Extrusal	6
2.4 Vazamento.....	8
2.5 Homogeneização	10
2.6 Intermetálicos AlFeSi	10
2.6.1 Fase β monoclinica	11
2.6.2 Fase α_h hexagonal.....	11
2.6.3 Fase α_c cúbica.....	11
2.6.4 Influência da composição química na taxa de transformação.....	13
2.6.5 Caraterização de Intermetálicos.....	13
2.7 Camada de Refusão e Segregação Inversa	17
2.8 Controlo de Qualidade na Extrusal	20
2.9 Best Practice	20
2.9.1 Tamanho de Grão	21
2.9.2 Segregação Inversa e Camada de Refusão.....	21
2.9.3 Transformação do Intermetálico β em α	21
3 Materiais e Métodos	22
3.1 Ligas 6060	22
3.2 Amostragem	22
3.3 Preparação Metalográfica.....	23
3.4 Ensaios de Dureza.....	24
3.4.1 Dureza Brinell.....	24
3.5 Microscopia Ótica	25

3.6	Microscopia Eletrónica de Varrimento (SEM)	26
3.6.1	EDX.....	26
3.6.2	EBSD	26
4	Análise de Resultados	27
4.1	Durezas.....	27
4.2	Caracterização de Grão	30
4.3	Fator de Forma	35
4.4	Camada de Refusão e Segregação Inversa	36
4.5	Caracterização de Intermetálicos	44
4.6	Fator de Forma	47
5	Conclusões	49
6	Sugestões de Trabalho Futuro	50
7	Bibliografia	51

Lista de Figuras

Figura 1 - Histograma da produção primária de Alumínio por regiões e países [1].	3
Figura 2 - Aplicação do alumínio por sectores na Europa [2].	3
Figura 3 - Esquema Temperatura vs Tempo dos ciclos térmicos de todo o processo de um produto extrudido. Desde o vazamento e homogeneização (na primeira imagem) ao processo de extrusão e posterior envelhecimento.	6
Figura 4 - Esquema de uma linha de extrusão da Extrusal.	8
Figura 5 - Esquema de vazamento de biletos por Direct Chill [14].	9
Figura 6 - Ciclos de homogeneização de biletos de alumínio [15].	10
Figura 7- Transformação de β em α nas ligas Al-Mg-Si (6005A). (a) fase β , estrutura de vazamento. (b) partículas de α_c transformadas a partir de β após homogeneização. Ambas as imagens foram obtidas por microscopia ótica e possuem a mesma escala [8].	12
Figura 8 - Histograma de rácios Fe/Si analisados por EDX. As barras mais claras são de uma amostra de referência de fase β . As barras mais escuras de fase α . Os resultados resultam da análise de mais de 500 partículas em cada amostra [9].	14
Figura 9 - Medições EDX da percentagem atómica de Fe e Si. Em (a) intermetálicos β e em (b) intermetálico α [4].	14
Figura 10 - Padrões de difração calculados e medidos para α e β [8].	16
Figura 11 - Padrões EBSD (linhas de Kikuchi) de fases intermetálicas. a) intermetálico β . b) intermetálico α [4].	17
Figura 12 - Camada de refusão de uma liga 6063 [11].	18
Figura 13 - Diferenciação entre a) um bilote em que se nota a olho nu a camada de refusão, e b) um bilote vazado com a tecnologia AirSlip, onde não se observa qualquer camada de refusão. ...	18
Figura 14 - Perfil de composição química da superfície de um bilote homogeneizado de uma liga 6063 [12].	19
Figura 15 - Bolachas serradas a partir de um bilote de alumínio.	22
Figura 16 - Amostras montadas.	23
Figura 17 - Amostras de meia-bolha para ensaios de dureza Brinell. Os pontos pretos são os locais de indentação.	24
Figura 18 - Durómetro.	25
Figura 19 - Gráfico do perfil de durezas Brinell das amostras dos fornecedores A, B e C.	28
Figura 20 - Imagem obtida por microscopia ótica de uma amostra do fornecedor A atacada com reagente Weak. a) Zona superficial. b) Zona interior (~1cm da superfície)	30
Figura 21 Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor B atacada com reagente Weak. a) Zona superficial. b) Zona interior (~1cm da superfície)	31

Figura 22 Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor C atacada com reagente Weak. a) Zona superficial. b) Zona interior (~1cm da superfície)	31
Figura 23 - Distribuição de tamanho de grão das zonas interiores (à esquerda) e superficiais (à direita) dos três fornecedores A, B e C. As escalas não são iguais.	33
Figura 24 - Relação de proporcionalidade quasi linear entre diâmetro do grão e 1//HBW.	35
Figura 25 -Distribuição do fator de forma da amostra do fornecedor C.....	36
Figura 26 - Camada superficial de uma liga 6060 (Fornecedor A). (a) Microscopia ótica; (b) SEM....	36
Figura 27 - Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor A atacada com reagente Weak. A vermelho está medida a camada de refusão.....	37
Figura 28 - Camada superficial de uma liga 6060 (Fornecedor B). (a) Microscopia ótica; (b) SEM....	37
Figura 29 - Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor B atacada com reagente Weak. A vermelho está medida a camada de refusão.....	38
Figura 30 - Camada superficial de uma liga 6060 (Fornecedor C). (a) Microscopia ótica; (b) SEM....	38
Figura 31 - Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor C atacada com reagente Weak. A vermelho está medida a camada de refusão.....	39
Figura 32 - Imagem obtida por SEM da região superficial da amostra do fornecedor A. Cada Zona "Z" a vermelho indica um campo analisado por EDX. Cada zona está à distância da superfície indicada na imagem.....	40
Figura 33 - Perfil de composição química da zona superficial da amostra do fornecedor A obtida por EDX.	41
Figura 34 - Imagem obtida por SEM da região superficial da amostra do fornecedor B. Cada Zona "Z" a vermelho indica um campo analisado por EDX. Cada zona está à distância da superfície indicada na imagem.....	42
Figura 35 - - Perfil de composição química da zona superficial da amostra do fornecedor B obtida por EDX.	42
Figura 36 - Imagem obtida por SEM da região superficial da amostra do fornecedor C. Cada Zona "Z" a vermelho indica um campo analisado por EDX. Cada zona está à distância da superfície indicada na imagem.....	43
Figura 37 - Perfil da composição química da zona superficial da amostra do fornecedor C obtida por EDX.	44
Figura 38 -a) Micrografia SEM de partículas intermetálicas. b) gráfico das composições atômicas obtidas por EDX assinaladas a vermelho em (a).	45
Figura 39 - a) Micrografia SEM de partículas intermetálicas. b) gráfico das composições atômicas obtidas por EDX assinaladas a vermelho em (a).	46
Figura 40 - Frequência de fatores de forma de intermetálicos da amostra do fornecedores A, B e C.	47

Lista de Tabelas

Tabela 1 - Propriedade Gerais de Alumínio.....	2
Tabela 2 - Ligas de Alumínio e suas Aplicações [3].....	4
Tabela 3 - Estruturas dos intermetálicos predominantes nas ligas 6xxx [8]. Os valores das duas colunas da direita foram calculados pelo autor da presente dissertação.	15
Tabela 4 - Composição química das ligas 6060 estudadas (Tabela cedida pela Extrusal).	22
Tabela 5 - Durezas Brinell por distância à superfície	29
Tabela 6 - Durezas Brinell por amostra.....	29
Tabela 7 - Comparação de médias de número de tamanho de grão entre zonas superficiais e interiores de cada amostra.	34
Tabela 8 - Comparação de médias de número de tamanho de grão entre amostras par-a-par. Em cada amostra consideram-se conjuntamente os valores do interior e superfície.	34
Tabela 9 - Diâmetro médio de grão das amostras dos diferentes fornecedores (valores em μm).....	34
Tabela 10 - Espessura média da camada de refusão de cada fornecedor.....	39
Tabela 11 - Percentagens atômicas de vários elementos presentes nos intermetálicos analisados nas amostras dos diferentes fornecedores. A última linha identifica a estequiometria que melhor encaixa nos rácios medidos.	46
Tabela 12 - Transformação β em α calculada a partir do fator de forma com valor crítico 3,5.	48
Tabela 13 - Transformação β em α calculada a partir do fator de forma com valor crítico 3,7	48

Abreviaturas e Símbolos

MO - Microscopia ótica

SEM - Microscopia Eletrónica de Varrimento (*Scanning Electron Microscopy*)

EBSD - *Electron Backscattered Diffraction*

AlFeSi - Intermetálicos de Alumínio Ferro e Silício

Fe, Si, Mn, ... - Elementos Químicos

β - Beta

α - Alfa

1 Objetivos

O tema desta dissertação foi proposto pela EXTRUSAL - Companhia Portuguesa de Extrusão, SA com o objetivo de incluir um controlo de qualidade da matéria prima, billetes de ligas de alumínio da série 6xxx, no momento da receção na empresa.

Pretende-se encontrar métodos expeditos e de baixo custo que permitam analisar e comparar ligas semelhantes, mas produzidas por diferentes fornecedores.

De acordo com conhecimento prévio existente na empresa, pretende-se controlar alguns parâmetros com importância na extrudabilidade dos billetes tais como tamanho de grão, percentagem de transformação dos intermetálicos AlFeSi, camada de refusão e segregação inversa.

O objetivo da dissertação é verificar se há diferenças nestes parâmetros entre três fornecedores diferentes e selecionar métodos para medir as características supramencionadas.

2 Introdução

2.1 Alumínio e as ligas 6xxx

O alumínio é o metal mais abundante e o terceiro elemento mais frequente na crosta terrestre. Graças às suas características, sintetizadas na Tabela 1, tem vindo a ser crescentemente utilizado em aplicações de engenharia e na construção, desde a descoberta do processo de Hall para a extração de alumínio em 1886. As Figura 1 e Figura 2 referem-se à evolução da produção primária e aplicações finais por sector do alumínio. É de referir que para além de ser relativamente barato comparado com outros metais, a sua resistência específica é muito interessante já que permite ter estruturas leves e simultaneamente resistentes.

Após extraído a partir da bauxite natural (principal mineral que o contém), o alumínio pode ser ligado com outros elementos metálicos, originando diferentes ligas.

Tabela 1 - Propriedade Gerais de Alumínio

Baixa massa volúmica: 2,7 g / cm ³
Elevada resistência à corrosão atmosférica
Módulo de Elasticidade: 70.000 MPa
Ponto de fusão moderado: 660°C
Elevada condutibilidade elétrica e térmica
Bom poder refletor
Não tóxico
Reciclável

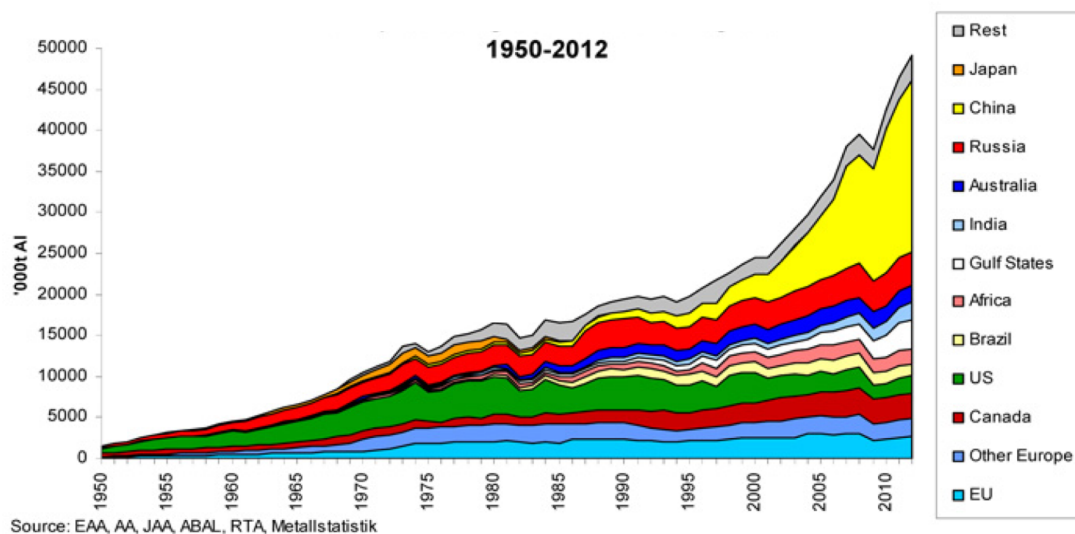


Figura 1 - Histograma da produção primária de Alumínio por regiões e países [1].

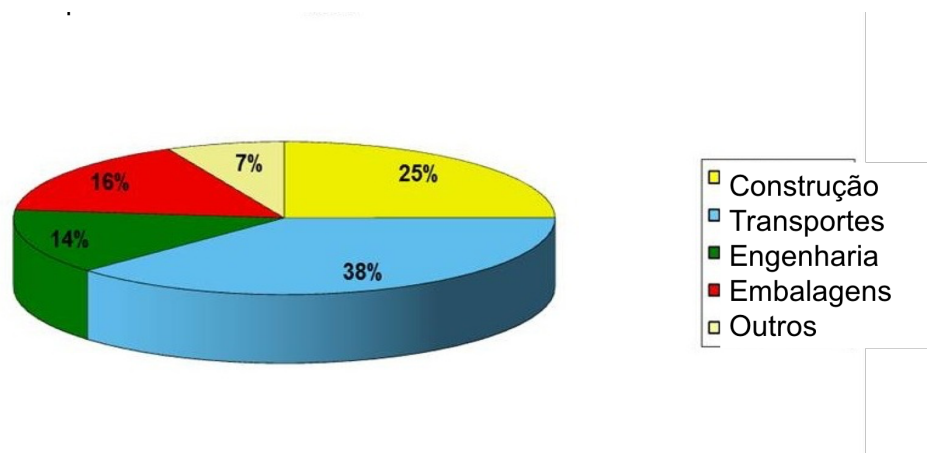


Figura 2 - Aplicação do alumínio por sectores na Europa [2].

As ligas podem ser de conformação plástica ou de fundição, sendo que as de conformação plástica são designadas por quatro dígitos. O primeiro indica o elemento de liga principal, o segundo as modificações na liga original, e os últimos dois a composição química, exceto para a série 1xxx em que indicam o grau de pureza da liga já que é de alumínio comercialmente puro. As principais aplicações e algumas propriedades mecânicas das séries supramencionadas são apresentadas de forma geral na Tabela 2 [3].

Tabela 2 - Ligas de Alumínio e suas Aplicações [3].

Série	Composição	Rp 0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A %	Aplicações
1xxx	Al Puro	30 100	100 135	Até 50	Folhas de Alumínio, decoração, painéis para arquitetura, condutores elétricos
2xxx	Até 4,5% Cu (+Mn, Si, Mg) Endurecível por precipitação	Até 480	Até 520	5-20	Estruturas para indústria aeroespacial
3xxx	Até 1% Mn, Mg Endurecível por deformação	Até 215	Até 290	5	Embalagens de alimentos (latas), radiadores
4xxx	12% Si (+Mg, Ni, Cu) Endurecível por precipitação	-295	-325	0,5	Ligas de brasagem, elétrodos de soldadura
5xxx	Até 5% Mg (+Cr, Mn) Endurecível por encruamento	Até 350	Até 415	15	Indústria naval e de transporte
6xxx	Até 1,5% Mg, Si Endurecível por precipitação	-275	-310	12	Perfis extrudidos, caixilharia e estruturas de veículos
7xxx	Até 8% Zn (+Mg, Cu, Cr) Endurecível por precipitação	500	575	11	Ligas de elevada resistência mecânica
8xxx	Outras, ligas Al-Li Endurecível por precipitação	n/d	n/d	n/d	Ligas especiais

As ligas da série 6xxx são ligas cujos principais elementos de liga são o magnésio e o silício. Estas ligas são as preferidas para extrusão de biletas de alumínio devido à sua elevada capacidade de deformação plástica associada a uma boa resistência à corrosão e resistência mecânica específica. São também preferidas por serem endurecíveis por precipitação, através de tratamento térmico de envelhecimento. Apesar da construção, nomeadamente caixilharia, representar um dos mercados maiores para esta indústria, estas ligas têm cada vez maior importância em aplicações com elevada exigência de tolerâncias geométricas, de qualidade superficial e de propriedades mecânicas. Estas qualidades são particularmente relevantes na indústria automóvel, mas também na indústria marinha, militar e aeroespacial.

Apesar de os principais elementos de liga serem o magnésio e silício, a sua composição química contém mais elementos, como o hidrogénio e outros que podem ser vestígios do processo de extração, como ferro, sódio, lítio, cálcio, titânio,

vanádio ou crômio, e ainda alguns compostos como óxidos, nitratos e carbonatos. Alguns dos elementos, como o crômio, o titânio e o lítio, podem ser adicionados posteriormente já que desempenham um papel importante na melhoria de algumas propriedades. Outros elementos que podem ser adicionados com vista a melhorar a liga são o manganês, zircônio e escândio que atuam como refinadores de grão, melhorando a resistência mecânica [4].

Um dos fatores de maior importância nestas ligas é o rácio entre o magnésio e o silício. A presença do Mg_2Si é o principal responsável pelo endurecimento através do tratamento térmico de envelhecimento. Este composto tem um rácio Mg/Si de 1,73 e a adição destes elementos à liga é feita tendo em conta este fator. Normalmente um destes elementos encontra-se em excesso, quase sempre o silício. O excesso de silício melhora a resistência mecânica e a formabilidade, mas aumenta a tendência para a corrosão intergranular. Já o excesso de magnésio tem o efeito oposto. O Mg_2Si dissolve-se na solução sólida a altas temperaturas, mas a redução da solubilidade a temperaturas inferiores faz com que precipite [4][5] .

A presença de ferro reduz tanto a ductilidade como a tenacidade, pela formação de intermetálicos grosseiros formados com o alumínio e outros elementos, tais como cobre, níquel, manganês e silício [4]. A literatura refere, entre outros, os seguintes intermetálicos: $FeAl_3$, Fe_2SiAl_8 , $FeMg_3Si_6Al_8$ e $FeAl_6$.

Neste trabalho serão abordados os intermetálicos $AlFeSi$ mais importantes presentes nestas ligas e também a influência da composição química no seu processo de formação e transformação.

2.2 Produção de perfis de alumínio

A produção de perfis de alumínio inicia-se no vazamento dos biletos que constituem a sua matéria prima. Após homogeneização, os biletos estão aptos a ser extrudidos, e posteriormente envelhecidos. Podem ainda ser tratados ou ter acabamentos superficiais. Um esquema da produção de perfis pode ser visualizada na Figura 3. Posteriormente irão ser pormenorizados as várias etapas do processo referidas.

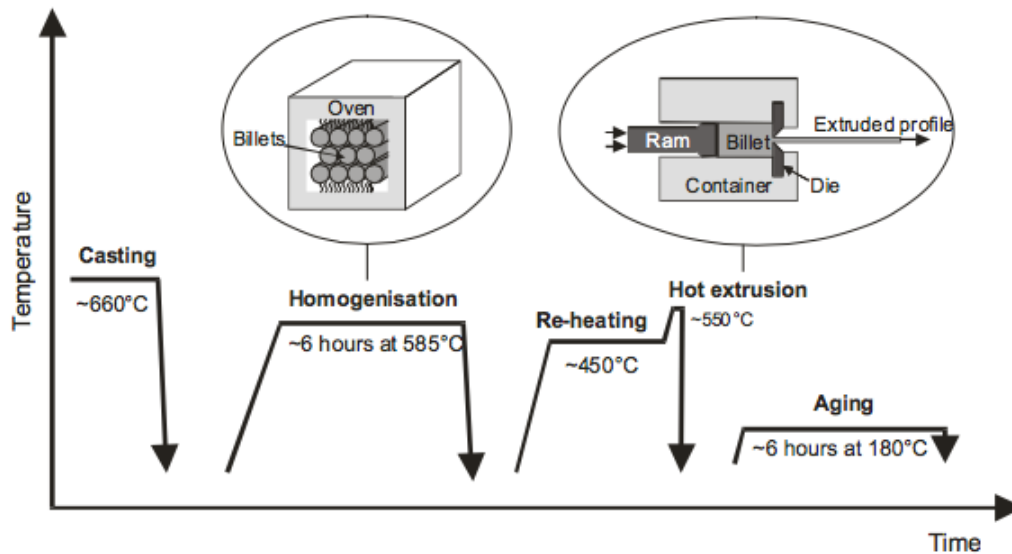


Figura 3 - Esquema Temperatura vs Tempo dos ciclos térmicos de todo o processo de um produto extrudido. Desde o vazamento e homogeneização (na primeira imagem) ao processo de extrusão e posterior envelhecimento.

2.3 Extrusão de alumínio na Extrusal

A extrusão de alumínio é um processo em que um bilete cilíndrico de alumínio é pressionado por uma prensa contra uma matriz originando produtos de secção constante.

Na Extrusal são rececionados os biletos de alumínio de primeira fusão e armazenados por lotes consoante a liga e o fornecedor de onde proveio a matéria-prima. Existe um primeiro controlo de qualidade visual, dimensional e de confirmação dos certificados de qualidade que acompanham os biletos.

Quando um determinado lote é selecionado para extrudir, os biletos são transportados para junto das rampas de alimentação e o processo inicia-se com uma limpeza simples da superfície para eliminação de sujidades e algumas impurezas superficiais que possam existir.

Após a escovagem, os biletos entram no forno de pré-aquecimento onde são aquecidos de um modo mais homogéneo possível. Este forno funciona a gás e é constituído por três zonas de aquecimento permitindo um aquecimento gradual e evitando, por um lado, que o bilote fique exposto a temperaturas elevadas durante

um período de tempo prolongado, e por outro, gradientes térmicos. As temperaturas variam consoante a liga e o tipo de perfil a extrudir.

À saída do forno os biletos são cortados e transportados até ao contentor da prensa que se mantém aquecido a uma temperatura constante. Em seguida o bilote é extrudido. Antes da extrusão a matriz é também aquecida para evitar choques térmicos.

À saída da matriz os perfis podem ser arrefecidos em ar ou água, dependendo da liga e do perfil. Normalmente o perfil é “puxado” por um *puller*, que garante uma velocidade de saída constante de forma a garantir um produto regular. Numa mesma série de produção, os perfis são extrudidos em contínuo, sendo cortados a cada bilote que é prensado. Este corte é precisamente feito da zona onde um bilote se junta ao anterior. O perfil, já cortado, é preso em ambas as pontas e esticado, de forma a que o perfil fique direito e sem curvaturas.

As zonas junto às emendas dos biletos são eliminadas, uma vez que são zonas de maior heterogeneidade. Após passarem no banco de tração as barras são cortadas em barras de comprimento inferior e colocadas em contentores que são transportados para os fornos de envelhecimento, caso os perfis sejam envelhecidos, ou para a expedição.

Os perfis, após o envelhecimento, podem ainda sofrer um tratamento de superfície de anodização ou lacagem, de acordo com os requisitos do cliente.

As condições iniciais do bilote são cruciais para uma boa extrudabilidade e para um produto final com as propriedades e qualidades desejadas, desde as propriedades mecânicas, à resposta aos tratamentos térmicos e tratamentos de superfície posteriores, à qualidade superficial e à adesão de pinturas ou revestimentos. É então fundamental garantir que a matéria-prima da extrusão possui determinadas características essenciais para um produto final sem defeitos mantendo uma boa produtividade. Estas características dependem naturalmente do processo de obtenção dos biletos de alumínio. Na Figura 4 é apresentado esquematicamente o processo de produção de um perfil de alumínio, numa linha de extrusão da Extrusal.

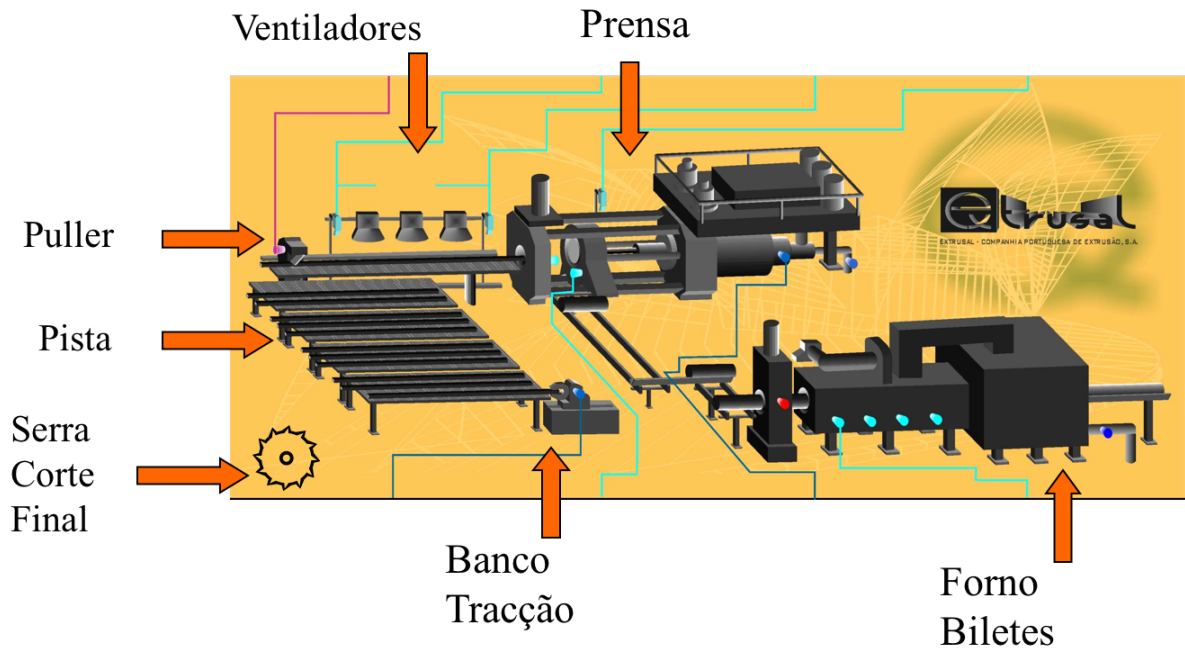


Figura 4 - Esquema de uma linha de extrusão da Extrusal.

2.4 Vazamento

Apesar de haver mais que um método ou técnica de vazamento, o mais utilizado é o *Direct Chill Casting* (DC), que é utilizado desde 1930 na Alemanha, Estados Unidos da América e antiga União Soviética para fabricar biletas para extrusão e lingotes para laminagem. O princípio deste método consiste em dois passos, um arrefecimento direto no molde metálico, seguido de um arrefecimento com jatos de água diretamente na superfície. Pode visualizar-se um esquema do método na Figura 5. O metal líquido começa por ser vazado para um molde arrefecido por água, sendo que o fundo é uma base móvel descendente. Após o metal solidificar na base e junto ao molde lateral (arrefecimento primário), esta base começa a descer a uma velocidade constante (velocidade de vazamento) [6].

A camada sólida superficial, *Shell Zone*, vai-se formando junto ao molde, sendo que o metal líquido/semilíquido no interior é sustentado por esta camada já solidificada. O arrefecimento secundário ocorre logo após o bilete passar o limite inferior do molde, ao ser arrefecido por jatos de água, que são responsáveis por cerca de 95 % da extração de calor do bilete. O processo vertical acaba quando a base atinge o

fundo. O topo do bilete possui sempre defeitos de rechupe por ser a última zona a solidificar, sendo cortado no fim [6].

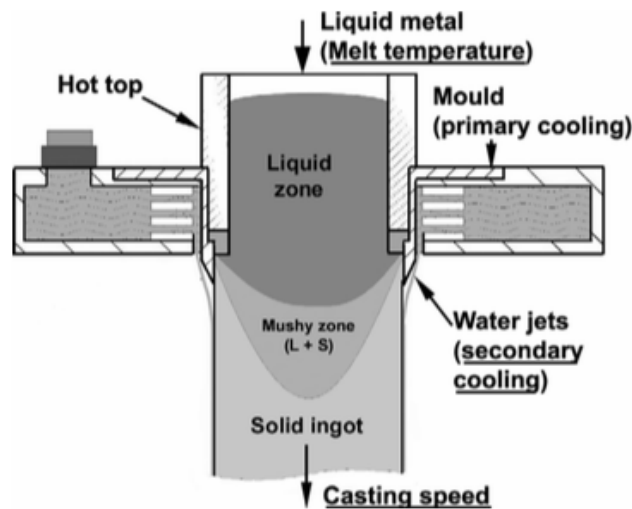


Figura 5 - Esquema de vazamento de biletas por Direct Chill [7].

Os melhoramentos que se têm vindo a desenvolver nesta técnica focam-se principalmente no arrefecimento primário, em que os moldes arrefecidos por água foram substituídos por técnicas que diminuíssem a severidade do arrefecimento. Estas alterações resultaram da necessidade de melhorar a extrudabilidade e qualidade dos produtos extrudidos pela melhoria da qualidade superficial e estrutural dos biletas. Atualmente a técnica base para uma superfície aceitável é através da utilização da passagem de ar (*AirFlow*) entre a superfície do bilete e a do molde, por um lado para obter uma camada de segregação menos espessa pela redução da severidade do arrefecimento, e por outro pela diminuição do contacto entre superfícies que provoca vários defeitos na superfície do bilete, tais como juntas frias e marcas de deslizamento [6].

Estes defeitos podem levar a fissuração dos materiais durante os processos subsequentes como a extrusão e laminagem. É necessário remover ou pelo menos reduzir esta camada superficial, sendo que é economicamente melhor produzir um bilete vazado já com uma superfície aceitável ao invés de ter que remover esta camada superficial numa etapa posterior.

2.5 Homogeneização

A homogeneização dos biletos de alumínio tem como objetivo melhorar a extrudabilidade e consequente produtividade, bem como as propriedades mecânicas e qualidade superficial dos perfis extrudidos. O aquecimento até à temperatura de homogeneização, entre 530 e 600 °C, deve ser suficientemente lento para evitar a fusão de eutéticos grosseiros, cerca de 250 °C/h, seguido de um estágio de cerca de 8 h. O arrefecimento deve ser também controlado sendo vulgares velocidades de arrefecimento de 200 °C/h [8]. Na Figura 6 podem observar-se exemplos de ciclos de homogeneização de biletos de alumínio da liga 6xxx.

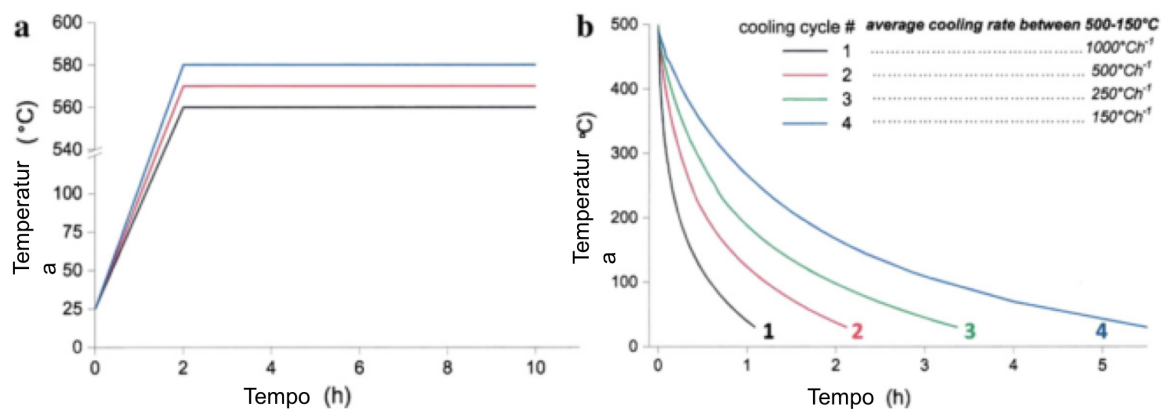


Figura 6 - Ciclos de homogeneização de biletos de alumínio [16].

2.6 Intermetálicos AlFeSi

O ferro é praticamente insolúvel na matriz de alumínio, pelo que se liga ao silício em excesso e ao próprio alumínio, que existe em abundância, formando intermetálicos, que constituem cerca de 1% da percentagem volúmica total. Estes intermetálicos formam-se, durante a solidificação, nos extremos das dendrites de alumínio, segundo uma reação eutética, o que justifica o seu aparecimento em forma de placa. A maioria destes intermetálicos, após solidificação, são constituídos pela fase intermetálica β -AlFeSi, sendo que pode formar-se também a fase cúbica α_c -Al(Fe,Mn)Si, designada por “Chinese-Script-Like” ou seja, com uma morfologia semelhante à de um carater chinês. Estes intermetálicos não se dissolvem na matriz

metálica de alumínio mesmo após longos períodos de homogeneização. Estes apenas se transformam, tanto em composição química como em morfologia [9].

2.6.1 Fase β monoclinica

A fase β -AlFeSi tem uma estrutura cristalina monoclinica. Esta é a fase intermetálica predominante das estruturas de solidificação das ligas 6xxx. Apresenta uma morfologia em forma de placas com comprimentos até 20 μm e espessuras entre 0,1 a 1 μm . A estequiometria mais normal desta fase é Al_5FeSi , sendo que esta não contém manganês, ao contrário do que acontece com as várias fases α .

2.6.2 Fase α_h hexagonal

A estequiometria da fase hexagonal é aproximadamente $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ com concentrações de ferro entre 30 e 33 %, e de Si entre 5 a 12 %. Esta fase forma-se nas ligas 6xxx com teores de manganês, crómio e vanádio inferiores a 0,01%. Maiores concentrações destes elementos levam à estabilização da fase cúbica α_c , que está estruturalmente relacionada com a fase α_h . Esta fase, mais estável, resulta da transformação a partir da fase β -AlFeSi durante o processo de homogeneização do produto vazado, quando as ligas são de elevada pureza. No entanto, nas ligas industriais, que possuem adições de manganês ou crómio, esta transformação raramente se observa, sendo que a fase β -AlFeSi se transforma normalmente na fase cúbica α_c referida anteriormente [9].

2.6.3 Fase α_c cúbica

Nas ligas de extrusão, são necessárias pequenas adições de vanádio, crómio e/ou manganês para formar a fase α_c durante a homogeneização. Esta é a fase mais estável, observando-se mesmo para tempos longos de homogeneização. É necessária a presença de 1,5 % de manganês na fase para esta ser estável. Os átomos de ferro são substituíveis por átomos de vanádio, crómio e/ou manganês. A estequiometria desta fase é, de forma geral, $\text{Al}_{15}(\text{Fe}_x\text{Mn}_{1-x})_3\text{Si}$ ou $\text{Al}_{12}(\text{Fe}_x\text{Mn}_{1-x})_3\text{Si}_2$.

Verificam-se gradientes de manganês nas partículas de α , provavelmente causadas pela difusão inversa durante o processo de homogeneização.

Existem diferentes tipos de fases intermetálicas α que podem estar presentes nas ligas 6xxx: (a) as formadas durante o vazamento, (b) as que aparecem sob a forma de dispersóides e (c) as que se formam pela transformação de β . Apesar da estrutura cristalina de todas estas ser cúbica, os três tipos possuem diferenças na morfologia, tamanho e distribuição.

A fase α_c formada durante o vazamento apresenta uma morfologia designada frequentemente por “Chinese-Script” como já referida, dado que numa secção bidimensional, o eutético tem morfologia semelhante à de um carácter chinês. É arredondada e apresenta grandes variações no comprimento e espessura, com tamanhos de 5 μm aproximadamente. Esta fase apresenta normalmente razões elevadas de Fe/Mn.

Os dispersóides formam-se na matriz de alumínio durante a homogeneização. As ligas com elevado teor de Mn formam este constituinte uniformemente distribuído e com tamanhos entre 50 a 200 nm. Esta fase tem razões de Fe/Mn baixas, sendo a sua estequiometria aproximadamente $\alpha_c\text{-Al}_{12}\text{Mn}_3\text{Si}$.

A fase α_c resultante da transformação de β em α , apresenta-se como uma cadeia de partículas localizadas nos locais onde estavam originalmente situadas as placas de β com tamanho de aproximadamente 1 μm . A razão de Fe/Mn nestas partículas é intermédia, já que o Mn se difunde nas partículas desta fase durante a homogeneização.[9]

Na figura Figura 7 são apresentada as morfologias das fases β e α .

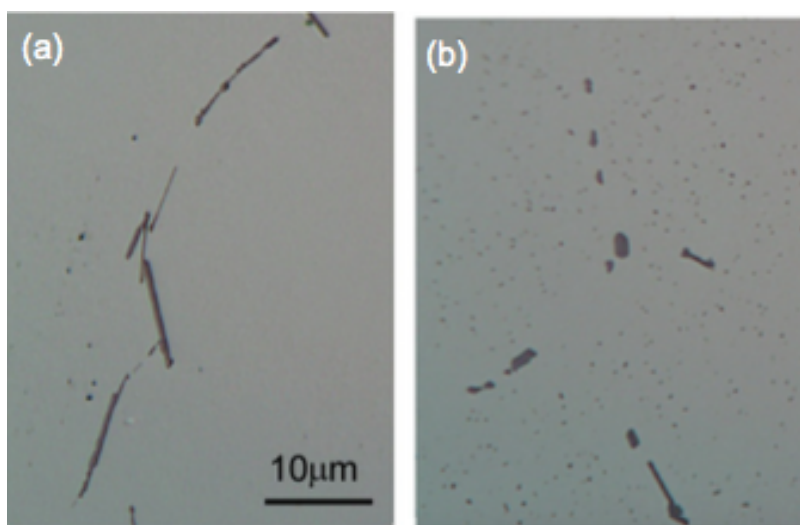


Figura 7- Transformação de β em α nas ligas Al-Mg-Si (6005A). (a) fase β , estrutura de vazamento. (b) partículas de α_c transformadas a partir de β após homogeneização. Ambas as imagens foram obtidas por microscopia ótica e possuem a mesma escala [9].

2.6.4 Influência da composição química na taxa de transformação

A percentagem de transformação de β em α é normalmente determinada pela percentagem de fase α relativamente ao total de intermetálicos presentes. Esta determinação é um dos principais objetivos deste trabalho.

A composição das ligas 6xxx, nomeadamente no que diz respeito ao teor de manganês e silício, tem influência direta nas taxas de transformação da fase β em α e na estabilidade das fases. Embora esta taxa de transformação não seja importante para a análise dos parâmetros estruturais, para o processo de homogeneização industrial é crucial, pelo tempo que este demora [9].

O manganês atua como um catalisador, podendo aumentar a taxa de transformação até duas ordens de grandeza. Numa liga com uma composição de manganês de aproximadamente 0,01 wt %, a fase β transforma-se em α cúbica e posteriormente em α hexagonal, que é a fase termodinamicamente estável. Já para teores mais elevados de Mn (0,02-0,10 wt %) a transformação é apenas para α cúbica [9].

No caso do silício, teores de aproximadamente 0,45 wt % mostram uma taxa de transformação bastante rápida. Para teores de silício de 0,80 wt % não há praticamente transformação, e para teores de 0,10 wt % a fase β é estável, não se transformando de todo [9].

2.6.5 Caracterização de Intermetálicos

A caracterização e diferenciação das fases intermetálicas presentes nas ligas de alumínio 6xxx têm sido tema de estudo de vários investigadores. Pelo menos quatro técnicas foram estudadas para esta caracterização e diferenciação.

Através de EDX foi estudado o rácio Fe/Si em amostras que possuíam uma estrutura essencialmente com intermetálicos da fase β e outra com partículas α hexagonal Al_3Fe_2Si . Ao fazer uma análise da distribuição verificou-se que parece haver um valor crítico deste rácio, que neste caso foi considerado como 2,2, e que acima desse valor uma partícula poderia ser considerada α e abaixo β [10]. Um gráfico representativo deste estudo pode ser visto na Figura 8.

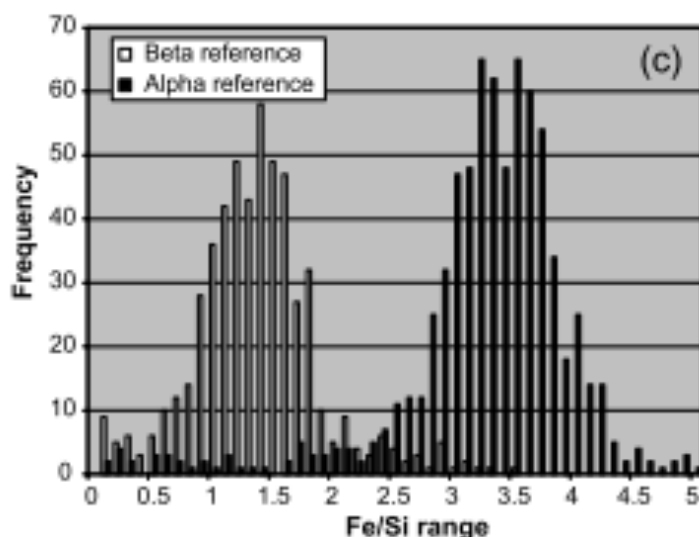
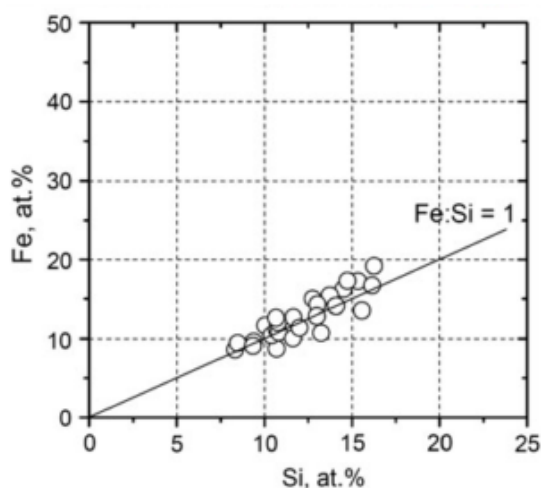
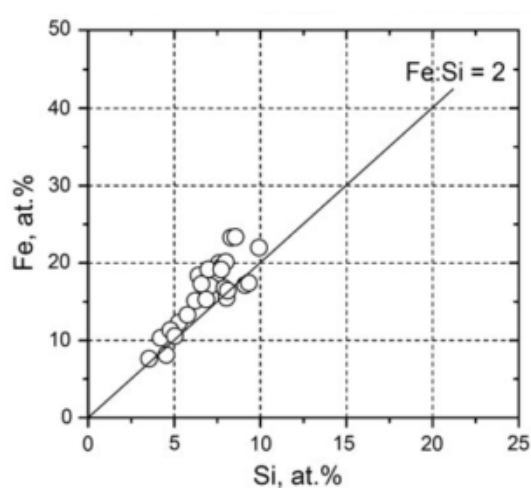


Figura 8 - Histograma de r cios Fe/Si analisados por EDX. As barras mais claras s o de uma amostra de refer ncia de fase β . As barras mais escuras de fase α . Os resultados resultam da an lise de mais de 500 part culas em cada amostra [10].

Outro estudo [9] caracteriza os intermet licos atrav s de microscopia  tica (MO), SEM, EDX e difrac o de raios-X (XRD), definindo valores cr ticos para a forma, r cio (Fe+Mn)/Si e picos de difrac o de raios X. S o utilizadas amostras com intermet licos exclusivamente α ou β como padr o. O fator de forma (comprimento/largura)   analisado por MO e SEM e o autor determina o seu valor cr tico como sendo entre 3,5 e 3,7. Acima deste valor as part culas seriam da fase β e abaixo da fase α , isto  , justificado pela forma alongada de β e arredondada de α . [9]



(a)



(b)

Figura 9 - Medi es EDX da percentagem at mica de Fe e Si. Em (a) intermet licos β e em (b) intermet lico α [4].

Uma forma mais direta de determinar a fase através da relação (Fe+Mn)/Si é associando este valor diretamente à estequiometria de uma determinada fase [4]. Estas relações são apresentadas na Tabela 3. São também apresentados os resultados deste tipo de medição em intermetálicos β e α na Figura 9.

Tabela 3 - Estruturas dos intermetálicos predominantes nas ligas 6xxx [9]. Os valores das duas colunas da direita foram calculados pelo autor da presente dissertação.

Notação	Estequiometria	Rede / Grupo espacial	Parâmetros de rede	Densidade (kg/m ³)	(Fe+Mn)/Si	Al/(Fe+Mn+Si)
β	Al _{4,5} FeSi, Al ₅ FeSi	Monoclínica	a=6.12Å b=6.12Å c = 41.5 Å $\beta = 91^\circ$	3300-3350	1	2,25 2,5
α_h	Al ₈ Fe ₂ Si	Hexagonal/ P6 ₃	a=b=12.3Å c=26.2Å	3580	2	2,66
α_c	Al ₁₂ Fe ₃ Si, Al ₁₂₋₁₅ Fe ₃ Si ₁₋₂	Cubica /Im ₃	a=12.56Å	3640	3 3-1,5	3
	Al ₁₂ (FeMn) ₃ Si, Al ₁₅ (FeMn) ₃ Si ₂	Cubica/ Im ₃ - Pm ₃	a = 12.56-12.68 Å	3640-3630	3 1,5	3
	Al ₁₂ Mn ₃ Si Al ₁₅ Mn ₃ Si ₂ Al ₉ Mn ₂ Si	Cubica /Pm ₃	a=12.68Å	3630	3 1,5 2	3

O rácio (Fe+Mn)/Si é determinado por EDX por análise da intensidade e é definido o valor crítico como sendo 1,8. Para valores mais elevados a fase seria α e abaixo β . Também por EDX é definido um valor crítico para a intensidade relativa de Mn, em que para valores inferiores a 0,9% a fase é mais provável ser β e acima deste valor

será α [9]. Este mesmo autor combina estes 3 parâmetros de forma a tentar minimizar os erros. Há sempre um erro associado a qualquer um dos fatores e nenhuma análise é 100 % certa, isto é, apesar da redução de erros, poderá sempre haver um intermetálico que não se encaixa nos valores críticos calculados.

O XRD identifica as fases comparando os picos dos padrões de difração medidos com dados cristalográficos conhecidos dos intermetálicos, como exemplificado na Figura 10. A quantificação é feita pela medição da intensidade dos picos principais.

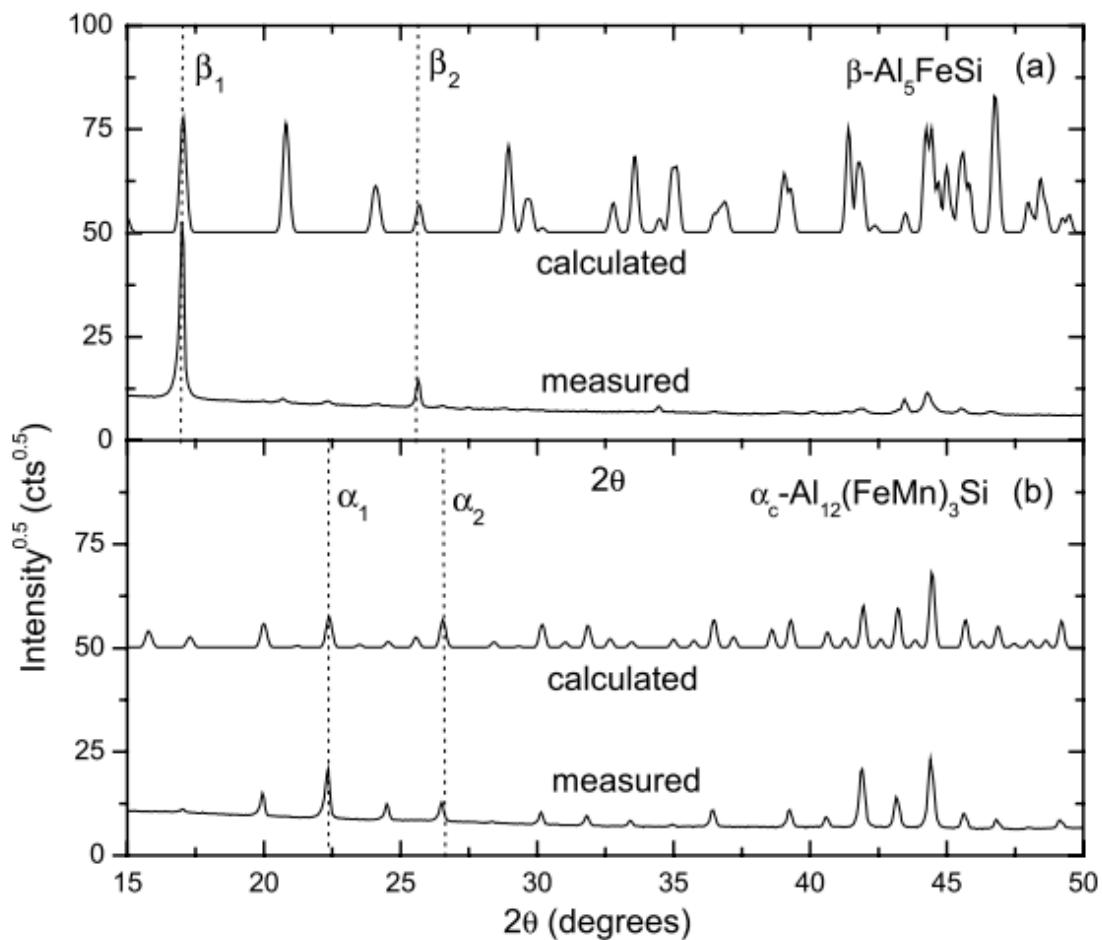


Figura 10 - Padrões de difração calculados e medidos para α e β [9].

A análise por EBSD é feita identificando a estrutura cristalina pelas linhas de Kikuchi e comparando os valores com uma base de dados. Estas estruturas são apresentadas na Tabela 3. Na Figura 11 são apresentados exemplos de medições num intermetálico β e numo α .

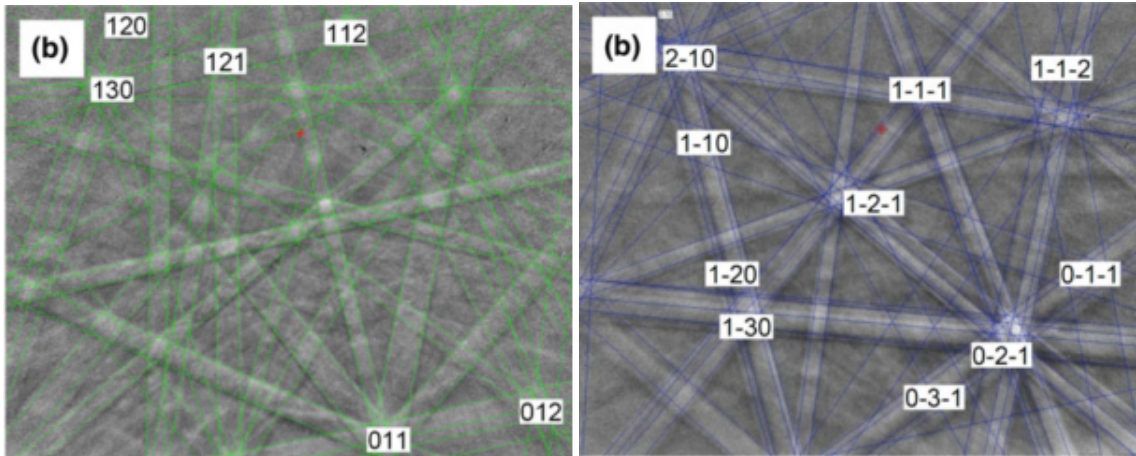


Figura 11 - Padrões EBSD (linhas de Kikuchi) de fases intermetálicas. a) intermetálico β . b) intermetálico α [4].

2.7 Camada de Refusão e Segregação Inversa

A camada de refusão, ou *shell zone*, é uma macrosegregação superficial definida como sendo uma distribuição heterogênea de elementos de liga com diferenças de composição entre a parte exterior e interior desta área [6].

Esta camada forma-se durante o vazamento de biletos junto à superfície e é o resultado de um reaquecimento pelo metal líquido da primeira camada solidificada. Devido às condições de vazamento, nomeadamente o arrefecimento primário, é formada uma camada sólida que visa suportar o metal ainda líquido no interior. Após este arrefecimento rápido na superfície, o metal líquido do interior reaquece esta camada, e o líquido, localmente enriquecido em elementos de liga, move-se intercelular ou intergranularmente por esta camada em direção à superfície, tornando-a rica em elementos de soluto. Este processo designa-se por segregação inversa, já que normalmente a segregação ocorre no sentido da solidificação [10]. Apesar de esta ser a justificação geralmente aceite para este efeito, outros autores defendem uma teoria ligeiramente diferente. A teoria é que a solidificação, numa zona superficial limitada por uma camada de óxidos, ocorre precisamente no sentido da superfície [11] não sendo um processo de solidificação inversa.

Com as tecnologias mais recentes de vazamentos de biletos, esta camada é muito reduzida, inferior a 200 μm . Na figura abaixo pode ver-se um exemplo desta camada.

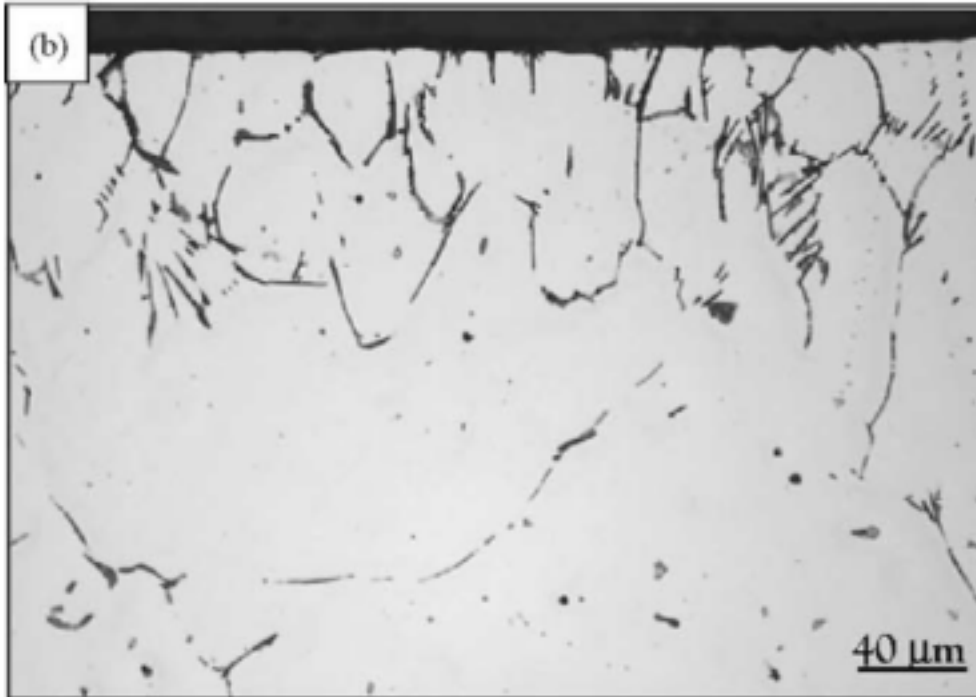
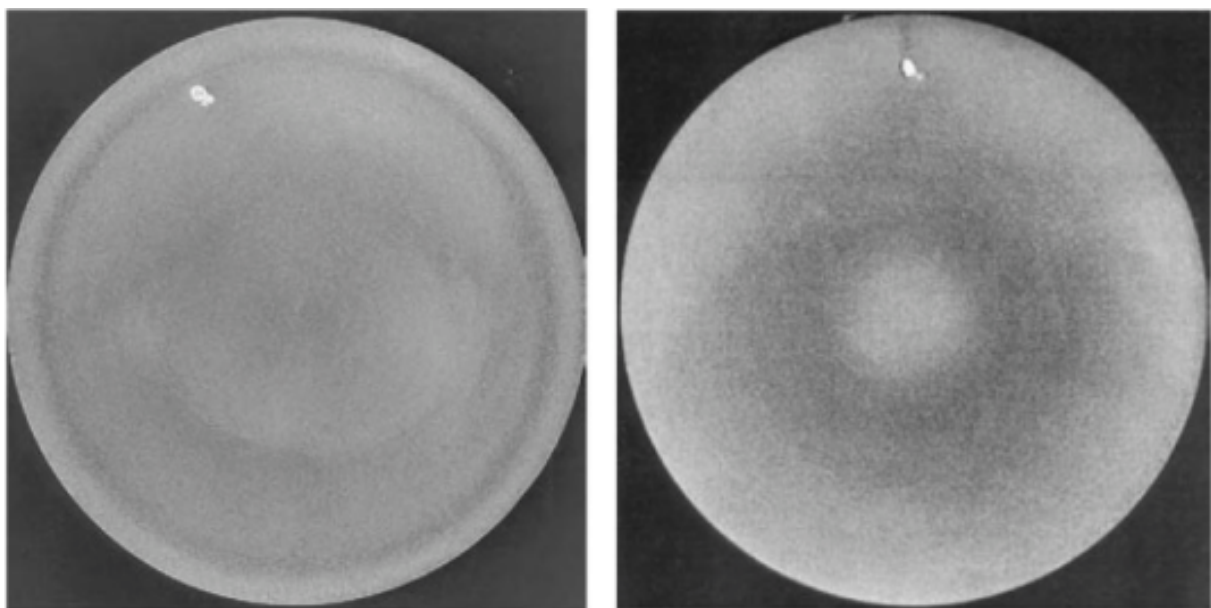


Figura 12 - Camada de refusão de uma liga 6063 [12].

Em biletos produzidos em condições de vazamento inadequadas ou com tecnologias mais antigas podem-se verificar diferenças significativas, visíveis a olho nu quando o biletote é atacado quimicamente. Na Figura 13 é mostrado um exemplo de um biletote com uma camada de refusão significativa (figura 13.a) e uma em que esta camada é praticamente inexistente (figura 13.b).



(a)

(b)

Figura 13 - Diferenciação entre a) um biletote em que se nota a olho nu a camada de refusão, e b) um biletote vazado com a tecnologia AirSlip, onde não se observa qualquer camada de refusão.[13]

A variação da composição química à superfície foi objeto de diversos estudos (por exemplo, [6], [11], [14]). Num dos trabalhos, a medição é feita cortando, com um torno, camadas superficiais de uma bolacha de bilete, como se fossem segmentos de rodelas de cebola com 3-4 mm. Estas amostras são colocadas num prensa de 20 toneladas para serem endireitadas e analisadas num espectrómetro ótico de emissão, de forma a obter a composição química da amostra. O processo repete-se várias vezes.

No entanto, normalmente recorre-se à análise por SEM/EDX para determinar a variação da composição. São feitas análises a diferentes distâncias da superfície; primeiro os incrementos são pequenos (10 μm) e depois são maiores (até 100 μm), medindo até 1 mm de profundidade. Na figura 14 é apresentado um gráfico demonstrativo da composição química de uma liga 6063 homogeneizada e de uma zona sem defeitos superficiais. Na figura é evidente a existência de uma camada superficial (com cerca de 200 μm de espessura) mais rica em Fe, Si e Mg.

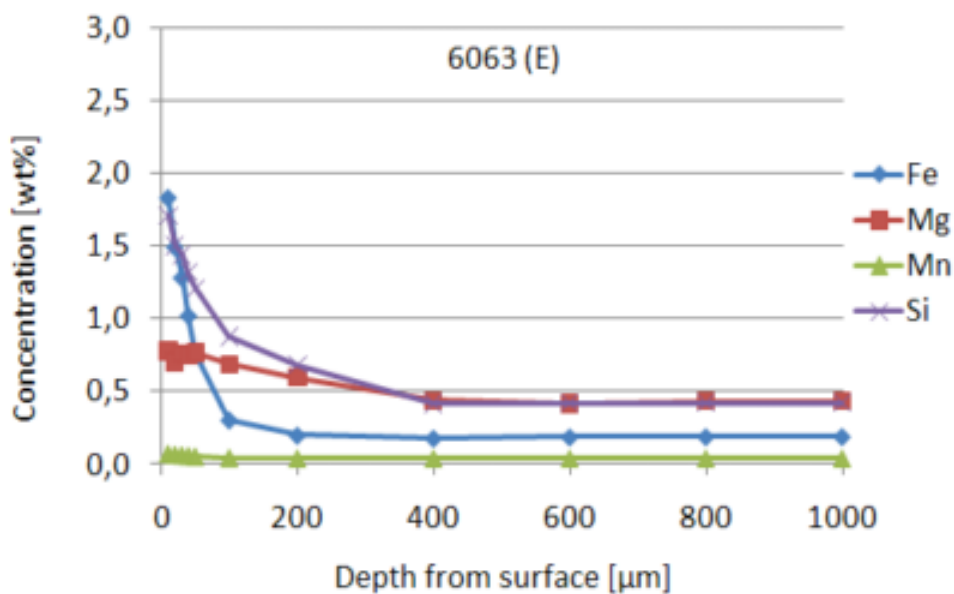


Figura 14 - Perfil de composição química da superfície de um bilete homogeneizado de uma liga 6063 [14].

2.8 Controlo de Qualidade na Extrusal

A Extrusal é uma empresa certificada pelas normas ISO 9001 havendo um sólido Sistema de Gestão de Qualidade transversal a toda a empresa

No que diz respeito ao Processo de Extrusão, são realizados diversos controlos de qualidade tanto na produção como no laboratório que apoia esta secção. No decorrer da extrusão são feitos ensaios de controlo de cotas, aspeto visual, peso e dimensões. Enquanto que os ensaios feitos na produção são realizados em todos os perfis extrudidos, no laboratório existe uma seleção que obedece a procedimentos internos definidos pela empresa. No laboratório podem ser realizados diferentes ensaios, nomeadamente ensaios de tração, dureza Brinell, rugosidade entre outros específicos de cliente.

Nos tratamentos de superfície, uma vez que a Extrusal é certificada relativamente aos produtos de anodização e lacagem, são realizados os controlos exigidos pelas marcas Qualanod e Qualicoat, respetivamente. No Laboratório de Tratamento de Superfícies, são realizados diariamente análises aos banhos, ensaios destrutivos e não destrutivos em amostras que sofrem o mesmo tratamento que os perfis na lacagem e na anodização.

2.9 Best Practice

As Best Practice são normas internas que algumas empresas ou grupos utilizam para avaliar e normalizar produtos e processos de forma a melhorar a produtividade e obter melhores resultados, isto é, reduzir as variações indesejadas dos processos de fabrico de forma a obter consistentemente um produto de elevada qualidade. No caso dos produtos são normalmente utilizadas quando não existem normas oficiais que avaliem ou regulem a qualidade de determinados parâmetros ou não sejam aplicadas a determinados produtos.

Neste caso foi fornecido pela empresa o relatório de um estágio realizado numa empresa produtora de billetes de alumínio (ALCOA), que aborda precisamente este tema e que serviu de ponto de partida à atual dissertação.

No relatório, no que diz respeito aos billetes de alumínio, são referidos os seguintes parâmetros: Camada de refusão, segregação inversa, tamanho de grão, composição química e transformação do intermetálico β em α . Para cada parâmetro é definida uma cor, verde, amarelo ou vermelho, conforme o valor desse parâmetro seja bom, aceitável ou mau, respetivamente. Nesta dissertação não é abordado o controlo da composição química uma vez que este já é feito na empresa de forma periódica. Abaixo são apresentados os métodos e valores apresentados no relatório supramencionado [15].

2.9.1 Tamanho de Grão

No que diz respeito ao tamanho de grão são considerados os seguintes valores:

- O tamanho médio de grão é igual ou inferior a 135 μm = **Verde**.
- O tamanho médio de grão é maior que 135 μm e menor ou igual a 150 μm = **Amarelo**.
- O tamanho médio de grão é maior que 150 μm = **Vermelho**.
-

2.9.2 Segregação Inversa e Camada de Refusão

Os valores para a camada de segregação inversa são:

- Segregação inversa menor ou igual a 250 μm e camada de refusão menor ou igual a 1,50 mm = **Verde**.
- Segregação Inversa entre 250 μm e 300 μm e camada de refusão maior ou igual a 2,00 mm = **Amarelo**.
- Segregação Inversa maior que 300 μm e a camada de refusão maior que 2,00 mm = **Vermelho**.
-

2.9.3 Transformação do Intermetálico β em α

Para este parâmetro os valores considerados são:

- Transformação de β para α maior ou igual a 93% = **Verde**.
- Transformação de β para α menor que 93% e maior ou igual a 87% = **Amarelo**.
- Transformação de β para α menor que 87 % = **Vermelho**.

3 Materiais e Métodos

3.1 Ligas 6060

As ligas estudadas são todas ligas de alumínio da série 6xxx, mais especificamente 6060. As suas composições químicas são apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4 - Composição química das ligas 6060 estudadas (Tabela cedida pela Extrusal).

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Pb	OT
A	0.40-0.45	0.18-0.22	0.02	0.03	0.40-0.45	0.02	0.02	0.02		0.1
B	0.40-0.45	0.17-0.22	<0.02	0.025-0.035	0.40-0.45	0.01	0.02	0.02		0.15
C	0.45-0.50	0.16-0.22	0.025	0.03-0.06	0.37-0.42	0.02	0.025	0.02	0.01	0.1

3.2 Amostragem

As amostras são cortadas em partes manuseáveis a partir de bolachas, que por sua vez, são secções transversais serradas de um bilete. A Figura 15 mostra um exemplo das bolachas referidas.

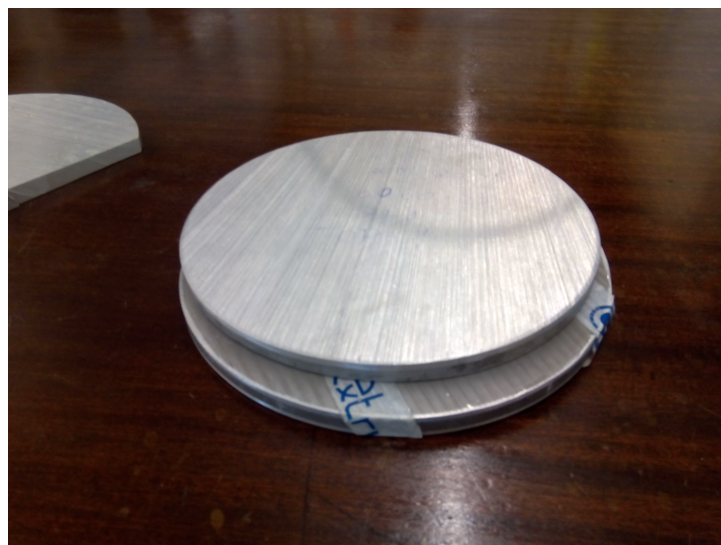


Figura 15 - Bolachas serradas a partir de um bilete de alumínio.

As amostras da zona interior do bilette não necessitam ser montadas em resina já que as extremidades das mesmas não são relevantes. As amostras que visam estudar a superfície do bilette são montadas em resina de forma a que quando sofrem as operações de desbaste e polimento as extremidades, nomeadamente a que representa a superfície do bilette, esteja em condições para ser analisada, conforme mostra a Figura 16

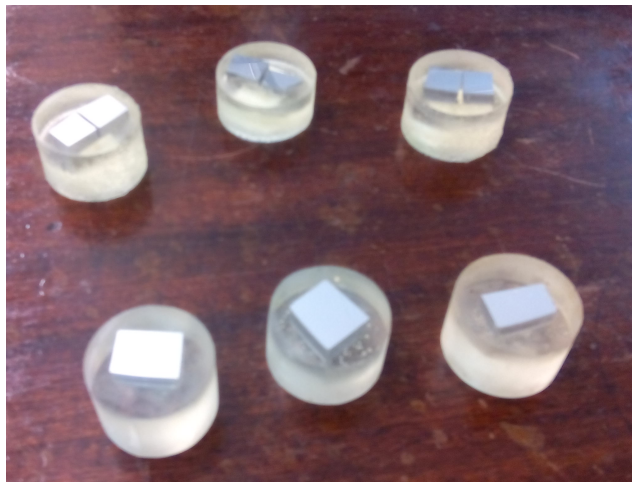


Figura 16 - Amostras montadas.

3.3 Preparação Metalográfica

A preparação das amostras é feita dependendo do objetivo e da zona que se pretende analisar. Todas as amostras são desbastadas com lixas de SiC com 180, 320, 600 e 1000 Mesh a 300 rotações por minuto e posteriormente polidas com suspensões de diamante de 6 e 1 μm desta vez a 150 rotações por minuto. São ainda polidas em solução de sílica coloidal 0,06 ou 0,03 μm de forma a obter uma superfície espelhada. Após o polimento, as amostras podem ser observadas diretamente em microscopia ótica ou atacadas ligeiramente com solução HF 0,5%, se se pretender visualizar os intermetálicos.

Para caracterizar os grãos é necessário visualizar as suas fronteiras. Deste modo foram experimentados vários ataques químicos. O que mostrou melhores resultados, isto é, fronteiras de grão bem definidas, sem sobreataque da restante microestrutura, foi o reagente de Weak constituído por 100 mL de água destilada,

4 g de permanganato de potássio e 1 g de hidróxido de sódio. O tempo de ataque deve ser entre os 5 e os 10 segundos.

Foram realizadas algumas experiências para visualizar a camada de refusão a olho nu ou através de lupa. A experiência foi feita atacando a amostra com água régia, solução de ácido clorídrico e ácido nítrico, em que se deveria verificar uma zona junto da superfície com uma cor diferente do interior do bilette (como na Figura 13). A reduzida espessura desta camada (cerca de 100 μm), não permitiu a sua observação desta forma. Verificou-se, no entanto, que é possível visualizar a camada de refusão ou a zona de segregação superficial sem ataque através de microscopia ótica, como se discutirá posteriormente.

3.4 Ensaaios de Dureza

3.4.1 Dureza Brinell

Foram feitos ensaios de dureza Brinell com uma carga de 31,25 Kg e indentador esférico de diâmetro 2,5 mm. Foram feitos 5 ensaios por cada distância à superfície, até ao interior da amostra como se pode ver na Figura 17. Os ensaios foram realizados no equipamento da Figura 18.

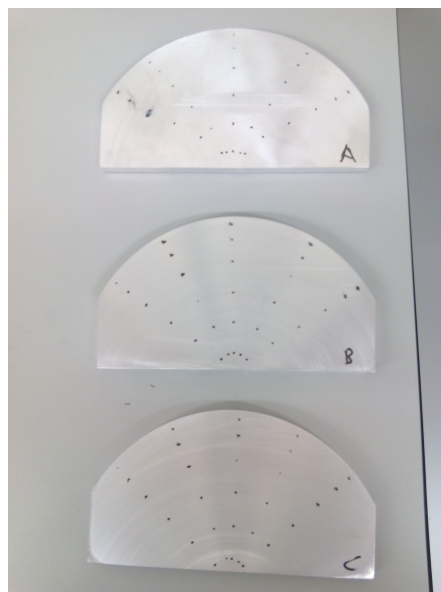


Figura 17 - Amostras de meia-bolha para ensaios de dureza Brinell. Os pontos pretos são os locais de indentação.



Figura 18 - Durómetro.

3.5 Microscopia Ótica

As amostras foram analisadas em microscopia ótica. Foram retiradas imagens das amostras sem ataque onde é possível visualizar os intermetálicos a negro. É possível também identificar e medir a camada de refusão, onde ocorre a segregação inversa, pela identificação de intermetálicos grosseiros.

Ainda através da microscopia ótica foi possível identificar e registrar imagens da microestrutura atacada com reagente de Weak, com as fronteiras de grão bem definidas.

Através também da microscopia ótica, desta vez num microscópio LEICA e com assistência do *software* LAS, analisaram-se e quantificaram-se os intermetálicos nas várias amostras sem ataque.

Através também deste *software*, e usando um módulo denominado *grain expert*, analisaram-se os grãos, em tamanho, forma e orientação, nas amostras atacadas. Este módulo reconhece através de análise de imagem as fronteiras de grão, no entanto, nem sempre as fronteiras são bem identificadas pelo que foi feita uma edição manual.

Para cada amostra analisaram-se duas zonas, uma superficial e outra a cerca de 1 cm da superfície. Em cada zona analisaram-se cinco campos.

3.6 Microscopia Eletrónica de Varrimento (SEM)

Foram analisadas 1 amostra de cada um dos lingotes por microscopia eletrónica de varrimento. Em cada uma obtiveram-se imagens da camada superficial e da zona mais afastada da superfície da amostra, assim como de alguns pormenores, como intermetálicos e outras inclusões.

Esta parte do estudo foi realizada no CEMUP com um FEI Quanta 400 FEG ESEM/EDAX Genesis X4M.

3.6.1 EDX

Esta técnica possibilita a análise de composição química por microanálise por raios X. É também gerado um ficheiro com diversos valores, nomeadamente da percentagem atómica e ponderal dos elementos analisados.

3.6.2 EBSD

Foram feitas tentativas de análise EBSD, recorrendo às linhas de Kikuchi para identificar os intermetálicos pela estrutura cristalina. No entanto, não foi possível a obtenção de resultados com qualidade suficiente, uma vez que esta técnica é altamente sensível à preparação metalográfica.

4 Análise de Resultados

Foram analisadas três amostras de biletos de ligas 6060 de três fornecedores diferentes. Estas amostras são da região superficial com cerca de 1 cm de espessura. Outras amostras semelhantes foram analisadas ao microscópio, no entanto apenas três foram selecionadas para a maioria das medições. Para as macrodurezas foram utilizadas meias bolachas dos biletos dos diferentes fornecedores.

4.1 Durezas

Realizaram-se ensaios de dureza Brinell nas amostras de meia-bolacha dos biletos dos três fornecedores. No gráfico da Figura 19, pode visualizar-se o perfil de durezas Brinell das amostras. Este perfil abrange o bilote desde a superfície até ao interior do bilote. O primeiro valor a 0,2 cm da superfície não é totalmente viável pois a sua proximidade à superfície não garante a distância mínima normalizada, que deve ser 4 vezes o diâmetro da indentação que é aproximadamente de 0,5 a 0,6 mm. Ao observar o gráfico, pode notar-se que existe uma variação semelhante das durezas ao longo do perfil das três amostras. Apesar de ser notória, esta variação é relativamente pequena. Uma variação de 1 ou 2 HBW não é uma variação que vá ter grande impacto nas características mecânicas da liga. Notam-se também diferenças entre as amostras. As amostras do fornecedor A e C diferem apenas em uma unidade HBW, e de forma constante ao longo do perfil. Já a amostra do fornecedor B é mais dura em duas unidades HBW relativamente à segunda amostra com maior dureza, também de forma constante ao longo do perfil.

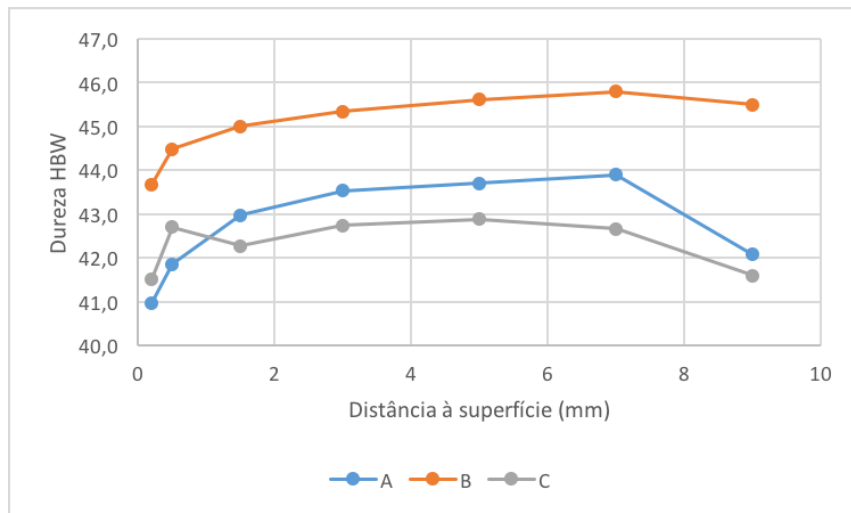


Figura 19 - Gráfico do perfil de durezas Brinell das amostras dos fornecedores A, B e C.

Os valores médios e respetivo desvio padrão são apresentados na Tabela 5. Os valores médios das amostras, que foram calculados por não se verificarem diferenças muito grandes entre distâncias na mesma amostra, encontram-se na Tabela 6. Como se pode verificar, os desvios padrão mostram que os valores medidos são bastante reprodutíveis, isto é, não há grande variação entre eles.

Tabela 5 - Durezas Brinell por distância à superfície

Distância à superfície (mm)		A	B	C
0,2	HBW	41	44	42
	Dev Pad	0,95	1,71	1,03
0,5	HBW	42	44	43
	Dev Pad	0,26	1,24	0,46
1,5	HBW	43	45	42
	Dev Pad	1,18	0,45	0,34
3	HBW	44	45	43
	Dev Pad	0,72	0,91	0,36
5	HBW	44	46	43
	Dev Pad	0,71	0,81	0,79
7	HBW	44	46	43
	Dev Pad	0,49	0,7	0,5
9	HBW	42	46	42
	Dev Pad	0,68	0,81	1,55

Tabela 6 - Durezas Brinell por amostra.

	HBW	Desvio Padrão
A	43	1,34
B	45	1,16
C	42	0,92

A diferença entre durezas poderá estar relacionada com o tamanho de grão. Essas diferenças advêm essencialmente do processo de vazamento e principalmente do ciclo de homogeneização, cujo tempo e temperatura influencia o crescimento do grão.

A relação entre dureza e tamanho de grão é descrita pela equação Hall-Petch, que genericamente mostra que a dureza é proporcional ao inverso do tamanho de grão. Na próxima secção será analisado se as diferenças de dureza podem ser explicadas pelas alterações de tamanho de grão.

4.2 Caracterização de Grão

Nas Figuras 20, 21 e 22 podem-se ver imagens obtidas por microscopia ótica da região superficial e interior das amostras. Pode observar-se que a microestrutura é visualmente semelhante em todas as amostras. Nota-se também que as amostras não reagiram ao ataque exatamente da mesma forma.

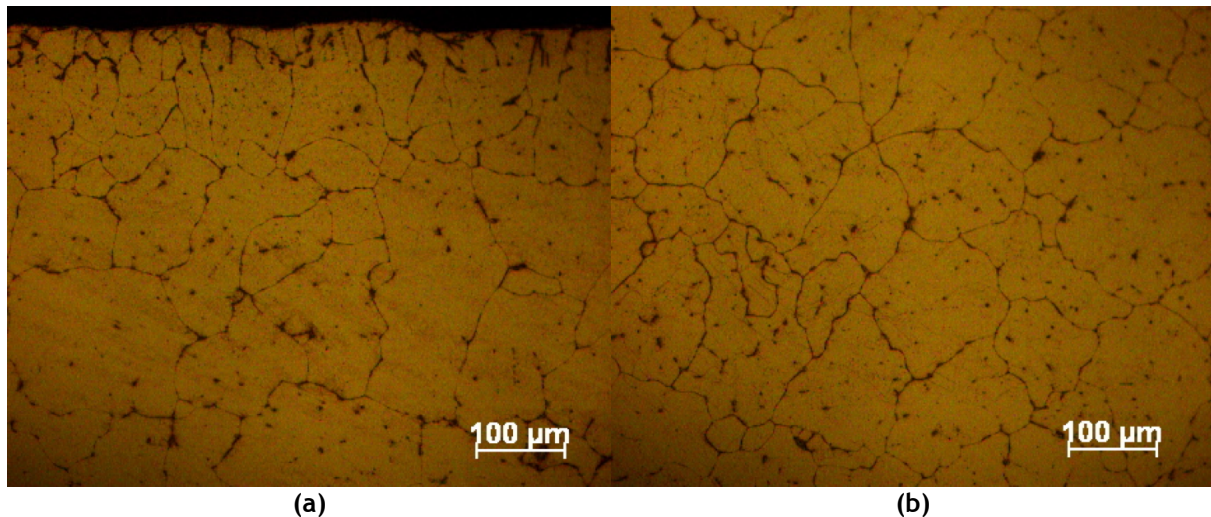


Figura 20 - Imagem obtida por microscopia ótica de uma amostra do fornecedor A atacada com reagente Weak. a) Zona superficial. b) Zona interior (~1cm da superfície)

Na amostra do fornecedor B (

(a)

(b)

Figura 21), as fronteiras de grão ficaram bem delineadas e a amostra sem sobreataque. Já nas outras duas foi mais difícil obter fronteiras bem definidas sem sobreataque da matriz de alumínio. No entanto, em todas as amostras conseguiram-se visualizar fronteiras definidas e passíveis de analisar, quer por observação direta ao microscópio quer através do *software* LAS. A identificação das fronteiras pelo *software* é mais difícil porque requer uma maior regularidade e definição.

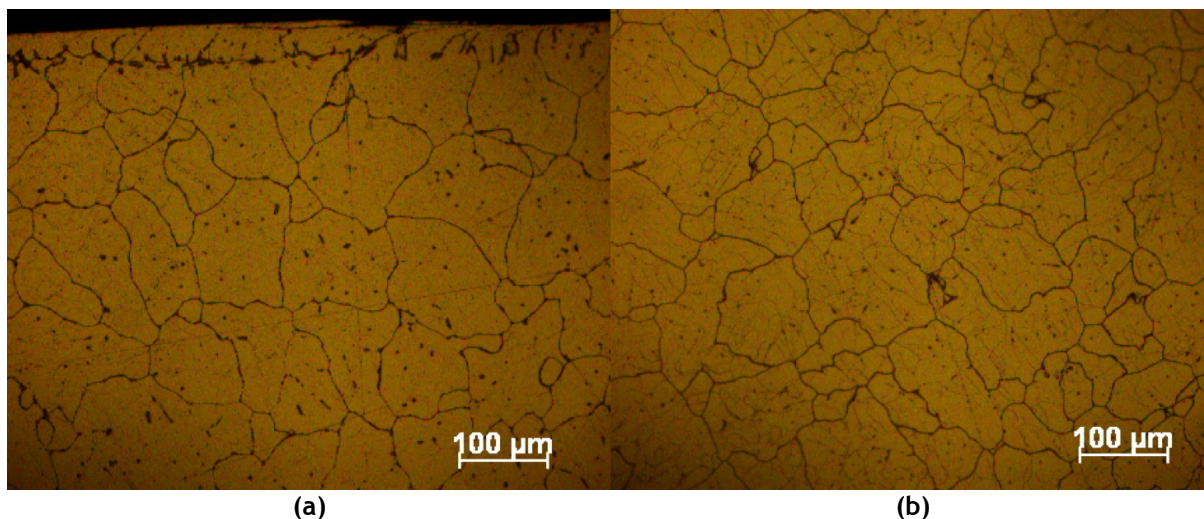


Figura 21 Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor B atacada com reagente Weak. a) Zona superficial. b) Zona interior (~1cm da superfície)

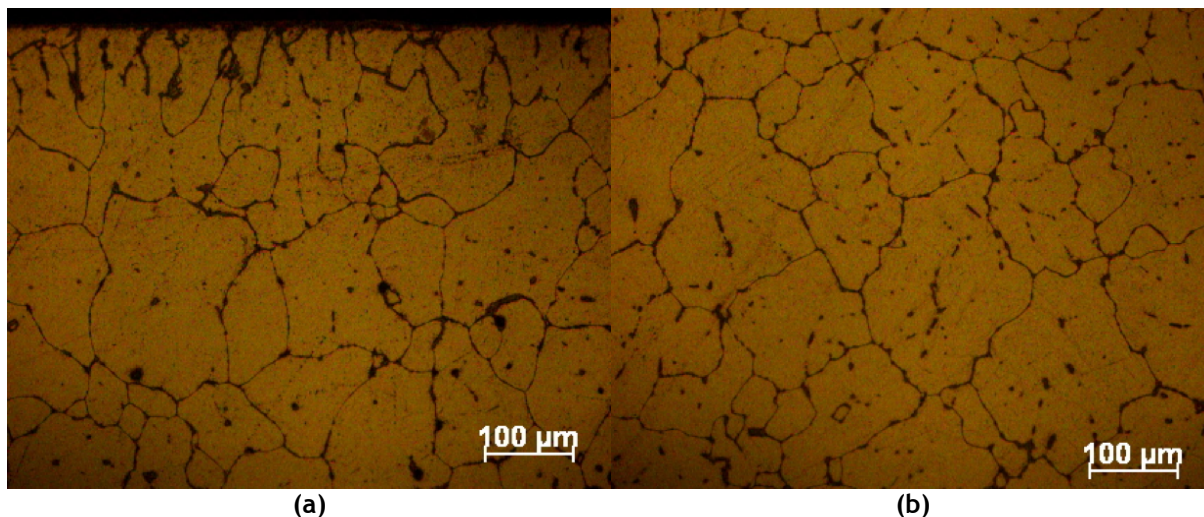


Figura 22 Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor C atacada com reagente Weak. a) Zona superficial. b) Zona interior (~1cm da superfície)

Em todas as amostras, no que diz respeito ao tamanho, forma e orientação, não se verificam, visualmente, diferenças significativas. No entanto há aparentemente um tamanho de grão menor na amostra do fornecedor B.

Na Figura 23 são apresentadas as distribuições de tamanho de grão de cada amostra nas zonas interiores e superficiais. Note-se que, em termos de distribuição de tamanho, o comportamento das amostras é relativamente normal do ponto de vista estatístico, apresentando uma assimetria positiva em todos os casos. As escalas dos eixos não são iguais, nomeadamente porque a contagem total de grãos é substancialmente diferente entre amostras.

Por subsistirem dúvidas sobre as diferenças entre amostras, analisaram-se estes resultados com o software de estatística IBM SPSS. Compararam-se as distribuições

de tamanho de grão e as médias das diferentes zonas e amostras analisadas. Os resultados são apresentados na Tabela 7 e Tabela 8.

Numa primeira fase, compararam-se as zonas interiores e superficiais de cada amostra (Tabela 7). Utilizaram-se os dados obtidos pelo *software* LAS relativos ao tamanho de grão de um número N de grãos. De forma a verificar a igualdade entre zonas, utilizou-se o SPSS para fazer um teste-t sobre as médias do tamanho de grão dessas zonas. Verificou-se para todas as amostras que as médias são iguais por não se poder rejeitar a hipótese nula. Note-se que à primeira vista as médias das zonas interior e superficiais das amostras no fornecedor A e B são muito semelhantes. Para a amostra do fornecedor C estas médias são aparentemente diferentes. No entanto, através deste teste podemos ver que na verdade essa diferença não é significativa e pode considerar-se que são estatisticamente iguais.

Fez-se também uma análise comparativa entre as amostras dos diferentes fornecedores par-a-par (Tabela 8). Uma vez verificada a igualdade entre as duas zonas dentro de cada amostra, utilizaram-se todos os valores (interior e superfície) do tamanho de grão das amostras para calcular a média do número de tamanho de grão em cada uma. Analisando os resultados verificam-se diferenças entre amostras. Mais uma vez utilizando o teste-t, verificam-se diferenças da amostra do fornecedor B para as outras amostras, sendo que a diferença das médias pode considerar-se significativa a 95% de confiança em ambos os casos (A vs B e B vs C). Relativamente à variância entre A e B, não há diferenças significativas. Por outro lado, entre B e C também a variância é significativamente diferente a 95 % de confiança, isto é, não só a média dos números de tamanho de grão são diferentes, mas a dispersão de resultados é significativamente diferente, sendo maior na do fornecedor C.

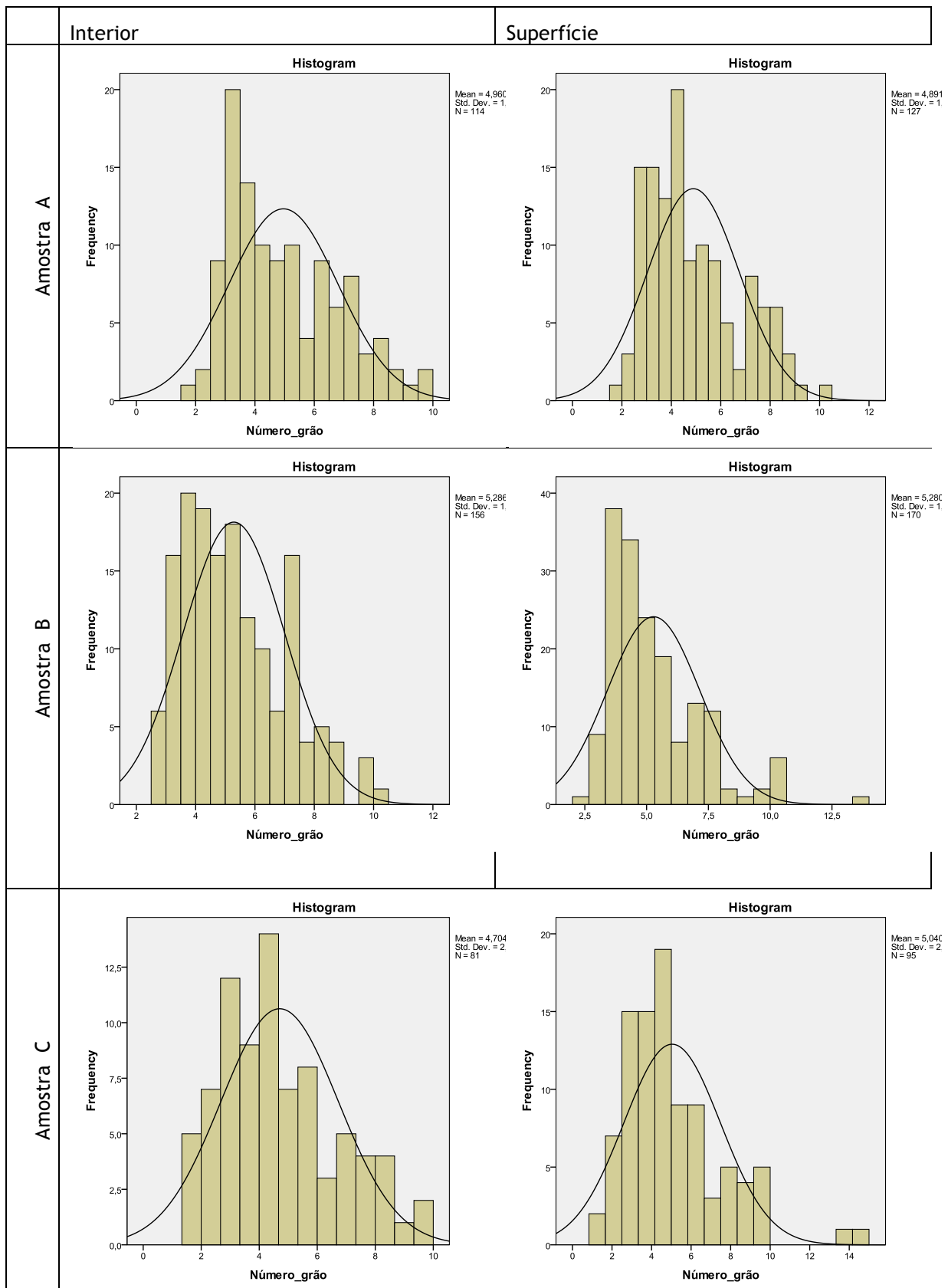


Figura 23 - Distribuição de tamanho de grão das zonas interiores (à esquerda) e superficiais (à direita) dos três fornecedores A, B e C. As escalas não são iguais.

Pode então considerar-se que o número de tamanho de grão é superior na amostra do fornecedor B e, portanto, o tamanho de grão médio inferior. Entre as amostras dos fornecedores A e C a diferença não é significativa e consideram-se iguais.

Tabela 7 - Comparação de médias de número de tamanho de grão entre zonas superficiais e interiores de cada amostra.

	Interior			Superfície			Teste-t
	N	Média	Dev Pad	N	Média	Dev Pad	Sig.
A	114	4,96	1,84	127	4,89	1,86	0,774
B	156	5,29	1,71	170	5,28	1,87	0,974
C	81	4,70	2,03	95	5,04	2,45	0,327

Tabela 8 - Comparação de médias de número de tamanho de grão entre amostras par-a-par. Em cada amostra consideram-se conjuntamente os valores do interior e superfície.

	N	Média	Dev Pad		Levene	Teste-t
					Sig.	Sig.
A	241	4,92	1,85	A vs B	0,255	0,020
B	326	5,28	1,80	A vs C	0,069	0,851
C	176	4,89	2,26	B vs C	0,005	0,045

Apesar de analisados os valores do número de tamanho de grão, a grandeza que melhor descreve o tamanho de grão, ou que pelo menos é mais perceptível de assimilar pelo observador é o diâmetro médio de grão. Este valor não é fornecido diretamente pelo *software* na folha *excel* gerada automaticamente, pelo que para o seu cálculo foi feito pela divisão por 2 da soma da largura e comprimento de cada grão (valores estes gerados automaticamente). Os valores dos diâmetros médios são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Diâmetro médio de grão das amostras dos diferentes fornecedores (valores em μm).

	A	B	C
Superfície	99,12 \pm 53,04	86,14 \pm 40,79	103,70 \pm 64,81
Interior	97,86 \pm 50,24	85,66 \pm 42,48	109,69 \pm 65,07

Comparando estes valores com os valores de dureza pode verificar-se, que tal como esperado pela equação de Hall-Petch, se verifica uma proporcionalidade inversa entre estes valores. A amostra C, por exemplo, é a que apresenta valores superiores

de tamanho de grão e apresenta também menor dureza. Isto verifica-se para as restantes amostras.

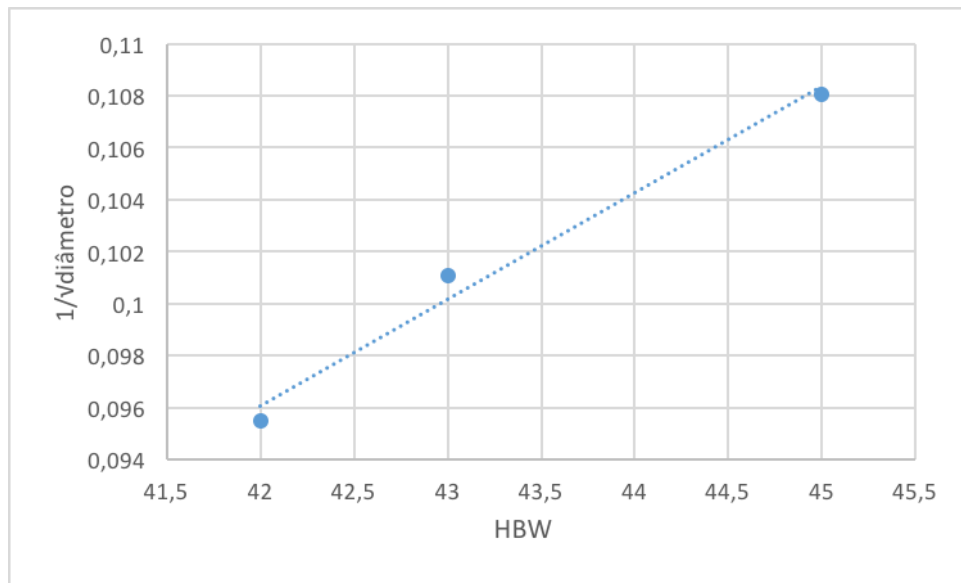


Figura 24 - Relação de proporcionalidade quase linear entre diâmetro do grão e $1/\sqrt{\text{HBW}}$.

4.3 Fator de Forma

O fator de forma é um parâmetro que visa caracterizar a forma de um dado elemento microestrutural. Neste caso é aplicado a grãos. Este parâmetro é o rácio entre o comprimento e a largura. Neste caso corresponde à razão entre o maior e menor diâmetros ortogonais medidos para um dado grão.

Na Figura 25 pode verificar-se que a distribuição do fator de forma é genericamente semelhante entre a zona interior e superficial da amostra e raramente excede o valor de 2,5, sendo o valor médio aproximadamente 1,5. Na prática isto significa que os grãos não apresentam alongamentos significativos. Estas distribuições são semelhantes em todas as amostras.

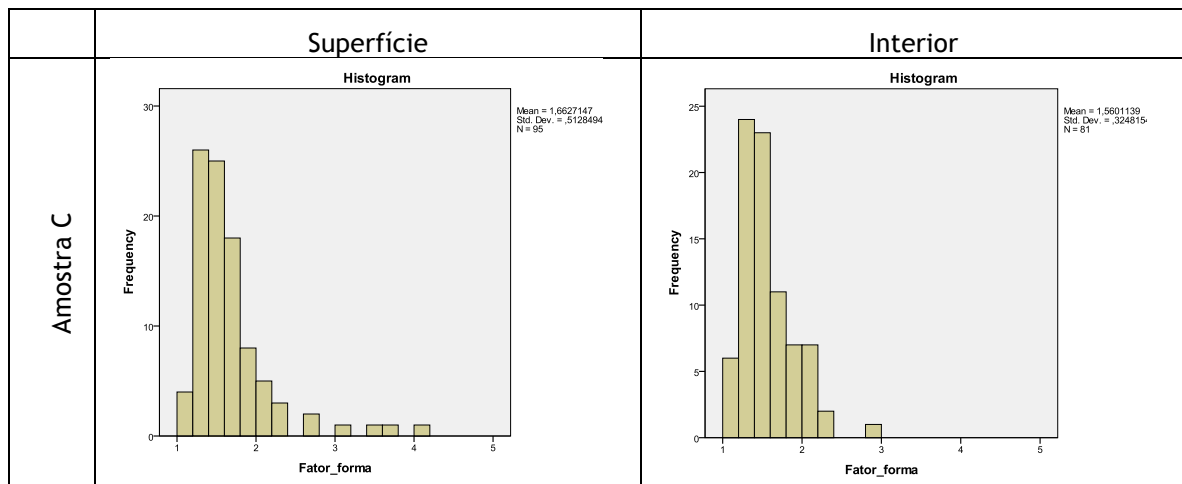


Figura 25 -Distribuição do fator de forma da amostra do fornecedor C.

4.4 Camada de Refusão e Segregação Inversa

Como já foi discutido na introdução teórica desta dissertação, a zona de intermetálicos grosseiros, à qual se associa a camada de refusão, está ligada diretamente à zona de maior concentração de elementos de liga causada pela segregação inversa. No entanto, a medição de ambas é feita de maneira distinta. Neste trabalho determinou-se através da análise de imagens, tanto por microscopia ótica como por SEM, a espessura da camada composta pelos intermetálicos grosseiros. As figuras seguintes mostram o aspecto das camadas de refusão das três amostras de fornecedores diferentes analisados por microscopia ótica e SEM. As figuras mencionadas são de campos representativos de cada amostra.

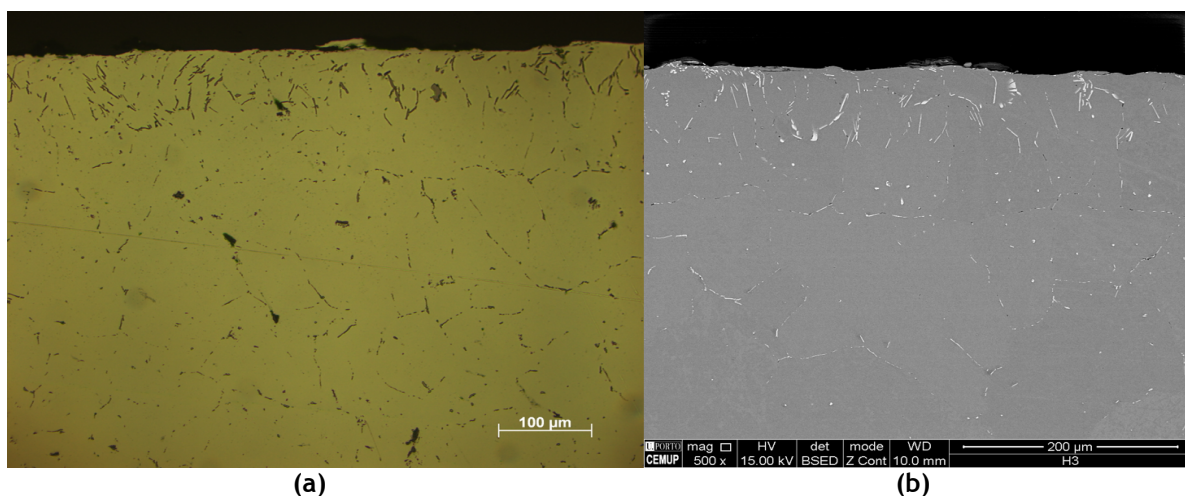


Figura 26 - Camada superficial de uma liga 6060 (Fornecedor A). (a) Microscopia ótica; (b) SEM.

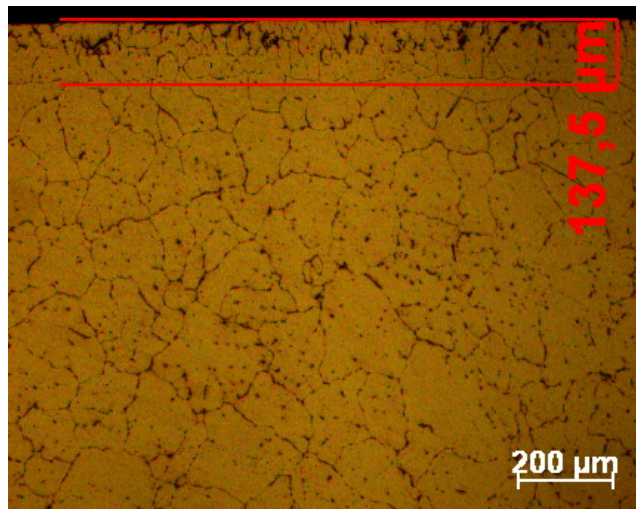
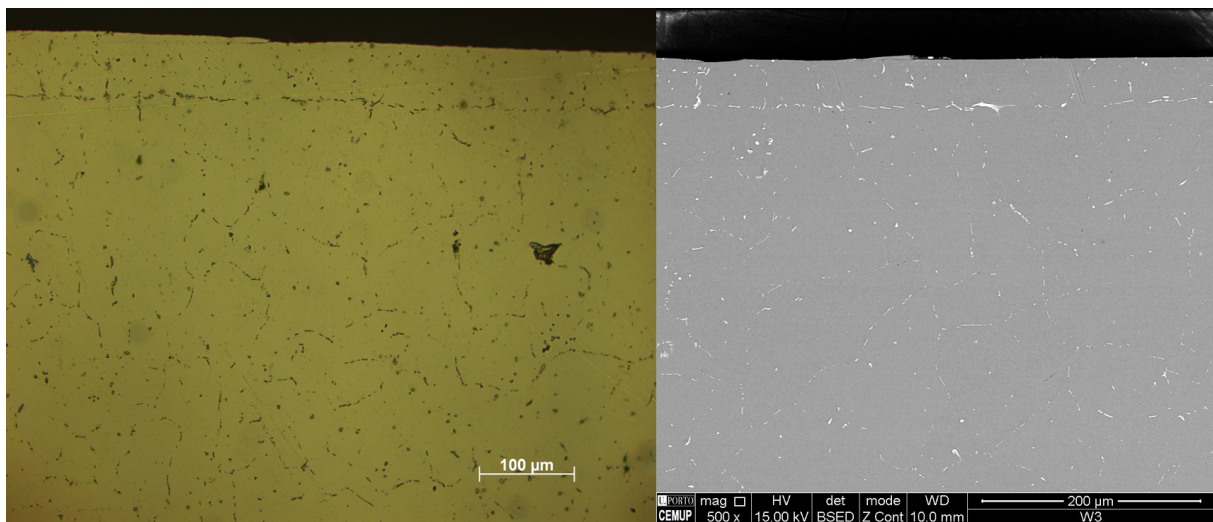


Figura 27 - Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor A atacada com reagente Weak. A vermelha está medida a camada de refusão.

Nas imagens relativas à amostra do fornecedor B, não se observam intermetálicos grosseiros junto à superfície como nas restantes amostras. No entanto, é notória uma linha formada por intermetálicos paralela à superfície. Apesar de nas imagens recolhidas, e na maior parte dos campos analisados, a superfície apresentar esta linha, existem zonas onde se verificam o tipo de intermetálicos grosseiros semelhante ao das outras amostras, com uma distância à superfície semelhante à da linha observada nesta amostra.



(a)

(b)

Figura 28 - Camada superficial de uma liga 6060 (Fornecedor B). (a) Microscopia ótica; (b) SEM.

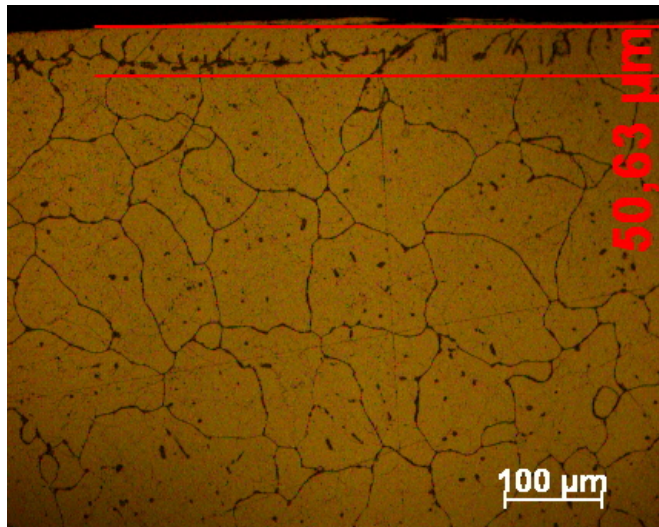


Figura 29 - Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor B atacada com reagente Weak. A vermelho está medida a camada de refusão.

Na amostra do fornecedor C é possível verificar, Figura 31, que a camada de refusão é ligeiramente superior à das amostras anteriores, atingindo pelo menos os 100 μm de espessura. Nota-se também na

(a)

(b)

Figura 30.a que a região mais interior da amostra aparenta ter menos intermetálicos, ou pelo menos intermetálicos mais dispersos e finos. Quando comparadas as imagens obtidas por SEM, essa diferença não é tão evidente.

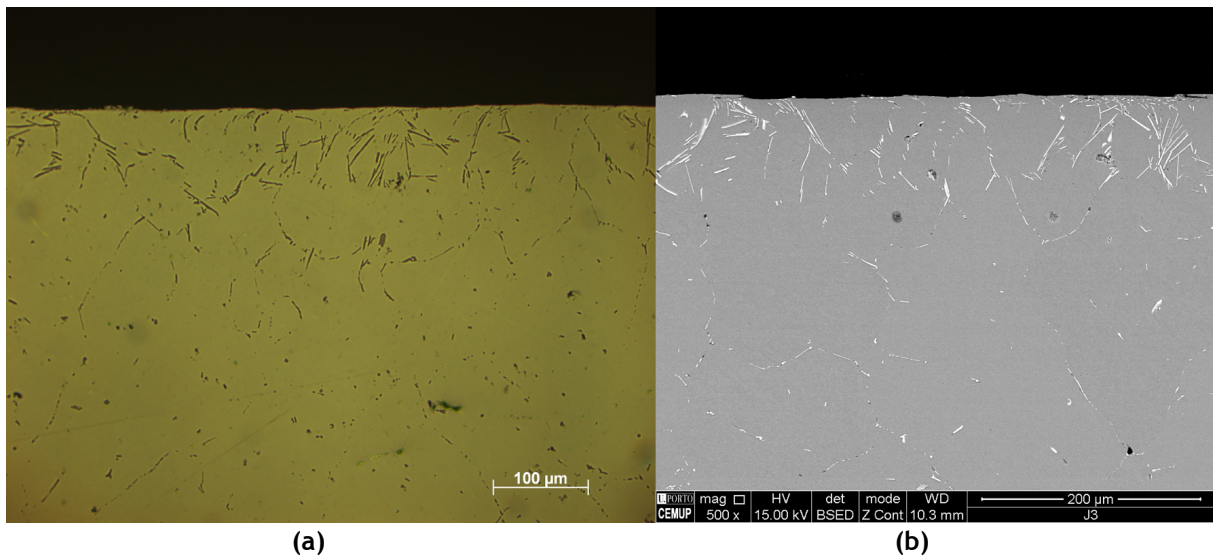


Figura 30 - Camada superficial de uma liga 6060 (Fornecedor C). (a) Microscopia ótica; (b) SEM.

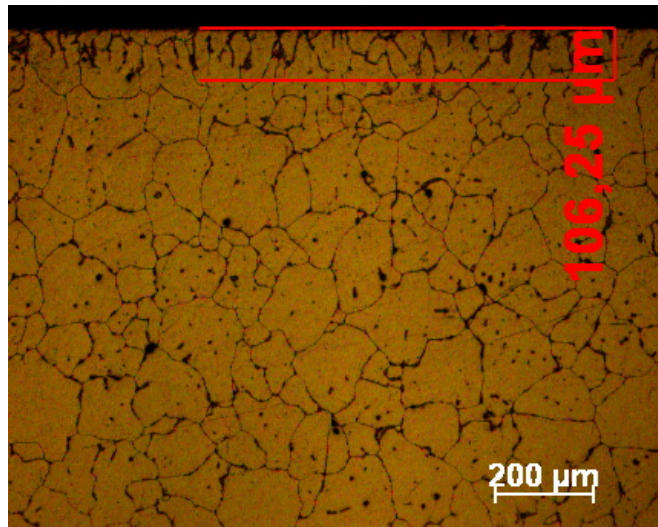


Figura 31 - Microscopia ótica de uma amostra do fornecedor C atacada com reagente Weak. A vermelho está medida a camada de refusão.

Foram feitas medições em 10 campos por amostra de forma a determinar um valor médio da espessura da camada de refusão de cada uma. Na Tabela 10 são apresentadas as espessuras médias para os biletos de cada fornecedor.

Tabela 10 - Espessura média da camada de refusão de cada fornecedor.

	A	B	C
Espessura (μm)	86,02	72,82	100,14
Desvio Padrão	5,43	5,68	6,39

Como já foi referido, a segregação inversa é um fenómeno que visualmente só é possível relacionar com a camada de refusão. Nas figuras seguintes, podemos visualizar, para cada amostra, as zonas onde se mediu a composição química, a que distância à superfície, e a percentagem ponderal dos quatro elementos mais representativos (Fe, Si, Mg e Mn) em cada uma dessas zonas. As distâncias à superfície a que foram realizadas as medições foram escolhidas com base em estudos anteriormente realizados. No entanto, o tempo disponível para a utilização do equipamento, determinou a medição de apenas quatro campos por amostra.

Note-se que, apesar de se analisarem campos com uma área que permite ter alguma validade estatística, o surgimento de, por exemplo, um intermetálico maior na área analisada pode alterar a composição nessa região.

Pelo gráfico da Figura 33 pode verificar-se que junto à superfície, nos campos Z1 e Z2, na zona da camada de refusão da Figura 22, a percentagem de elementos de liga

é superior à dos campos Z3 e Z4 da mesma figura o que aponta para o facto de que há realmente uma segregação dos elementos na superfície.

Analisando a variação para cada elemento, o de magnésio é ligeiramente positiva, do campo Z1 para Z2, descendo depois ligeiramente. Quando comparado com o gráfico de referência da Figura 14, apresentado na introdução deste trabalho, pode notar-se que o magnésio é o elemento que menos varia em ambos os casos. Já a sua percentagem, que segundo os valores obtidos por SEM variam entre 1 e 1,2 wt %, está bastante acima do esperado para a zona mais distante da superfície, fora da camada de refusão. Nesta zona, era esperado medir valores semelhantes ao do silício, na ordem dos 0,45-0,5 wt %, que corresponderia à composição teórica da liga. Este fenómeno vai verificar-se também para as amostras dos restantes fornecedores, como se poderá ver nos gráficos das Figuras 35 e 37. Ainda na amostra do fornecedor A, pode verificar-se que o silício é claramente superior na superfície, baixando até aproximadamente 0,6 wt %, e finalmente estabilizando, conforme esperado. Este valor, apesar de estar ligeiramente acima da composição teórica da liga, é bastante aceitável.

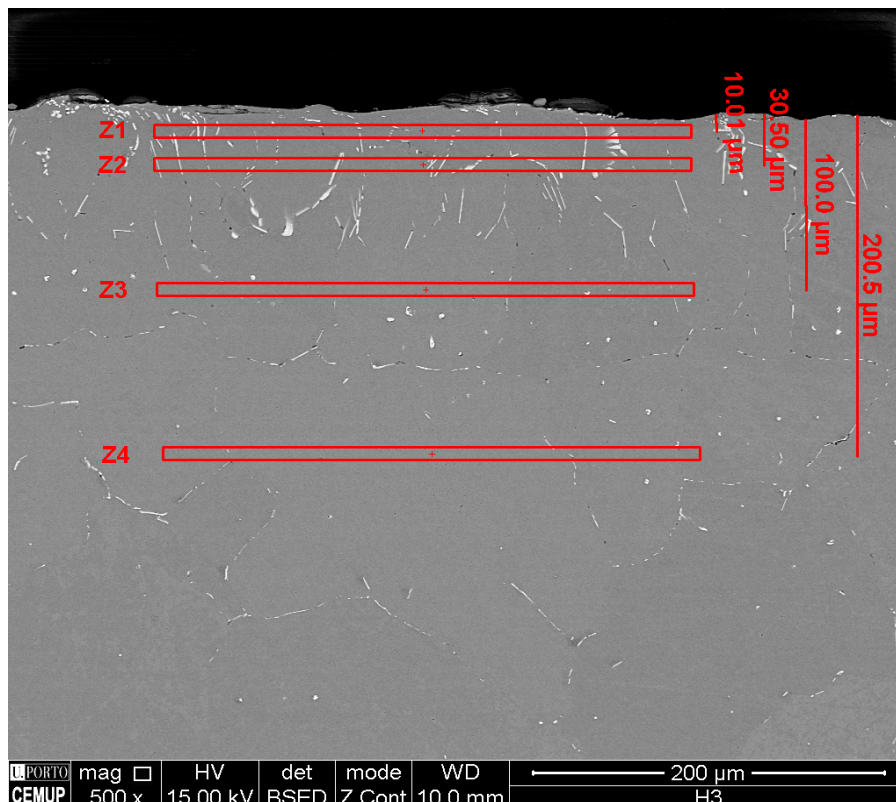


Figura 32 - Imagem obtida por SEM da região superficial da amostra do fornecedor A. Cada Zona "Z" a vermelho indica um campo analisado por EDX. Cada zona está à distância da superfície indicada na imagem.

As evoluções do ferro e manganês são parecidas entre si, apesar de a percentagem de ferro ser superior. Em ambos os casos, a descida da percentagem destes elementos vai de acordo com o esperado e o que se observa na Figura 32, em que a maior quantidade de intermetálicos grosseiros justifica a maior presença de ambos nos campos Z1 e Z2. Já as medições em Z3 e Z4 não deviam apresentar a. O valor para o ferro em Z3 aproxima-se do valor esperado de 0,2 wt % mas o valor medido em Z4, praticamente 0 wt %, é demasiado baixo. Já o manganês deveria apresentar em Z3 um valor semelhante ao apresentado em Z4.

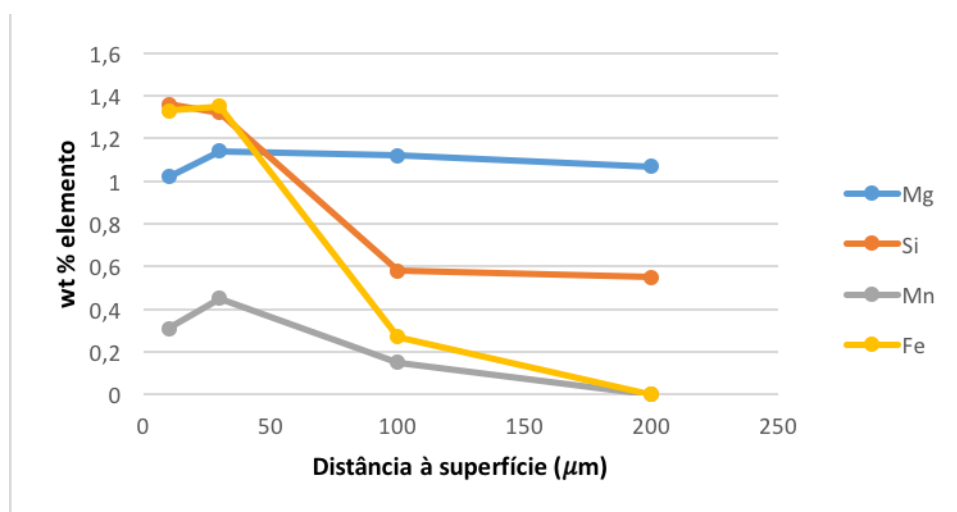


Figura 33 - Perfil de composição química da zona superficial da amostra do fornecedor A obtida por EDX.

Na Figura 35, referente à amostra do fornecedor B, o comportamento é ligeiramente diferente. Verifica-se novamente o valor médio elevado do magnésio, sem se verificar uma variação significativa da sua percentagem. Tanto o silício como o ferro apresentam concentrações mais elevadas próximo da superfície (campo Z8), mas já apresentam valores mais baixos, e próximos dos valores indicativos da composição da liga, ainda dentro da considerada camada de refusão (campo Z9). Nos campos Z10 e Z11 verifica-se a consistência da percentagem de silício; no entanto, o ferro é cerca do dobro do valor teórico da liga.

Nesta amostra, contrariamente à primeira, não se verifica a existência de intermetálicos grosseiros à superfície, o que pode justificar os menores valores de ferro e silício. Poder-se-à dizer que a segregação nesta amostra é mais reduzida, sendo que mesmo dentro da suposta camada de refusão, só se verifica no campo Z8, mesmo junto à superfície e com variação menos acentuada que na amostra anterior.

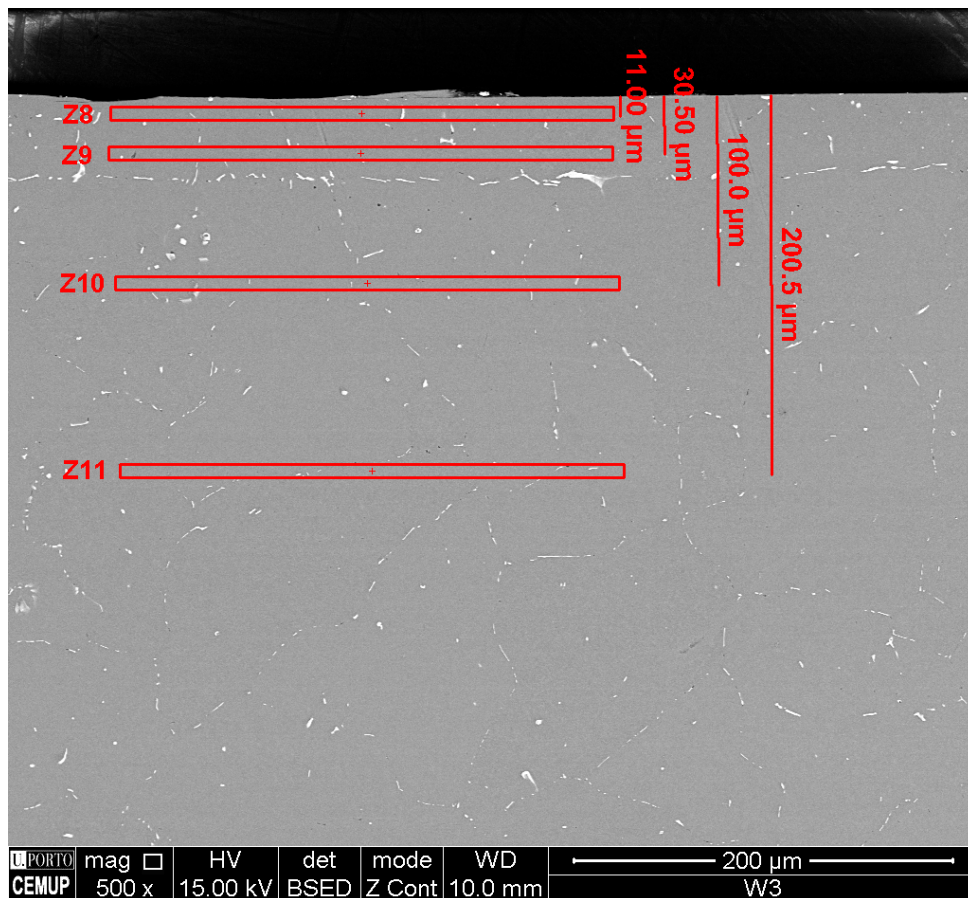


Figura 34 - Imagem obtida por SEM da região superficial da amostra do fornecedor B. Cada Zona "Z" a vermelho indica um campo analisado por EDX. Cada zona está à distância da superfície indicada na imagem.

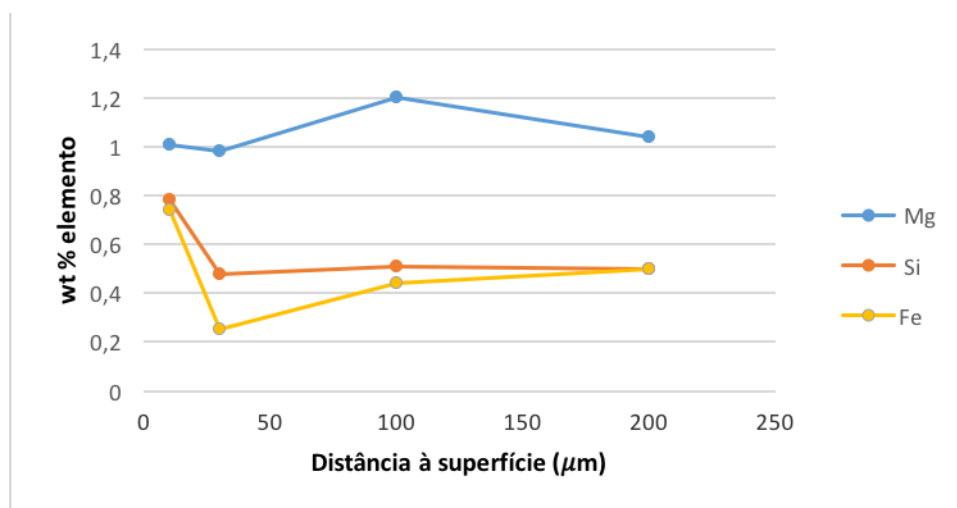


Figura 35 - - Perfil de composição química da zona superficial da amostra do fornecedor B obtida por EDX.

Na amostra do fornecedor C, volta a repetir-se o comportamento decrescente da concentração dos elementos ferro e silício. No entanto, este decréscimo é

aparentemente mais lento, pelo que parece indicar que a segregação é mais extensa, isto é, que o gradiente da composição se estende até uma maior distância da superfície. As percentagens de ferro e de silício são sempre significativamente superiores aos valores esperados nesta liga. Uma justificação para este fenómeno é que, mesmo o campo Z8, analisado nesta amostra a 200 μm da superfície, é ainda afetado pela segregação. Quando analisada a imagem obtida por SEM da Figura 36 da mesma amostra, é notório que, apesar da maior concentração de intermetálicos nos primeiros 100 micrómetros superficiais, a presença de intermetálicos na zona interior, onde se encontram os campos Z7 e Z8, é maior, comparada às outras amostras. A maior concentração de elementos nestes campos vai de encontro a essa maior quantidade de intermetálicos.

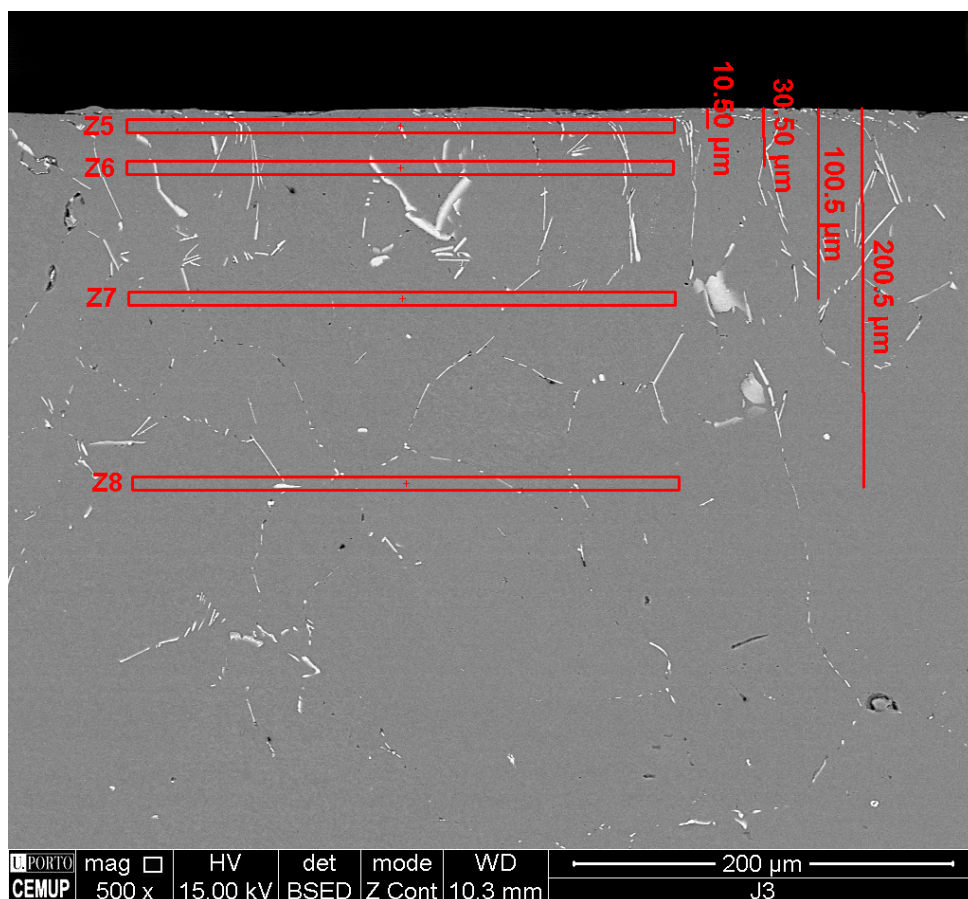


Figura 36 - Imagem obtida por SEM da região superficial da amostra do fornecedor C. Cada Zona "Z" a vermelho indica um campo analisado por EDX. Cada zona está à distância da superfície indicada na imagem.

Nesta amostra volta-se a verificar um comportamento do magnésio semelhante ao das amostras anteriores. Já a baixa percentagem de ferro no campo Z1 não é esperada é difícil de explicar.

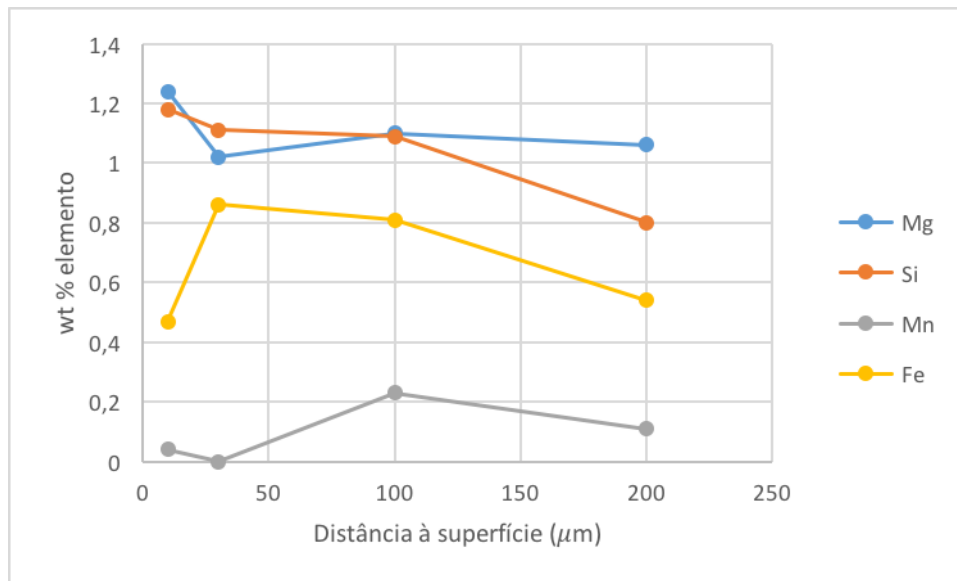


Figura 37 - Perfil da composição química da zona superficial da amostra do fornecedor C obtida por EDX.

4.5 Caracterização de Intermetálicos

A análise e estudo dos intermetálicos presentes nas amostras analisadas, as fases $\text{AlFeSi } \beta$ e α , é como já referido, um desafio na medida em que são fases difíceis de diferenciar por métodos convencionais. Sendo um dos objetivos desta dissertação facilitar o controlo de vários parâmetros, nomeadamente o valor da percentagem de transformação da Fase β em α , procurou-se encontrar um método expedito, e de baixo custo, que permitisse a identificação e distinção das mesmas. Neste caso, utilizar o fator de forma das partículas intermetálicas, observadas através de um microscópio ótico e com recurso a software de tratamento de imagem, é um método que poderia permitir cumprir os requisitos dos objetivos propostos.

Para que isto fosse concretizável seriam necessários vários fatores. Primeiro, seria necessário um método que, de forma fiável, pudesse caracterizar e distinguir as partículas intermetálicas. Para isto poder-se-ia utilizar SEM, com recurso a EDX, pela análise da composição química, e principalmente por EBSD, com a análise de estrutura cristalina que numa fase é monoclinica e noutra fase cúbica. Segundo, seria necessário possuir uma quantidade de dados para cada amostra que permitisse ter confiança estatística nos resultados.

O objetivo seria comparar os resultados obtidos pelas duas técnicas de observação, SEM e MO. A análise por SEM permite estabelecer uma relação entre a forma das

partículas e a sua composição. Esta relação permitiria definir um fator de forma crítico que serviria para quantificar a percentagem de cada fase (α e β) em microscopia ótica. A partir deste fator de forma crítico seria possível determinar o tipo de intermetálico através de MO e calcular a percentagem de transformação. Não foi, no entanto, possível obter uma quantidade suficiente de resultados em SEM que permitisse fazer este estudo.

Nas figuras seguintes é feita a análise de alguns intermetálicos e outros precipitados. O objetivo é identificar estas fases pela composição química através de SEM e eventualmente, se possível, relacioná-los com um determinado fator de forma. As imagens são captadas nas várias amostras.

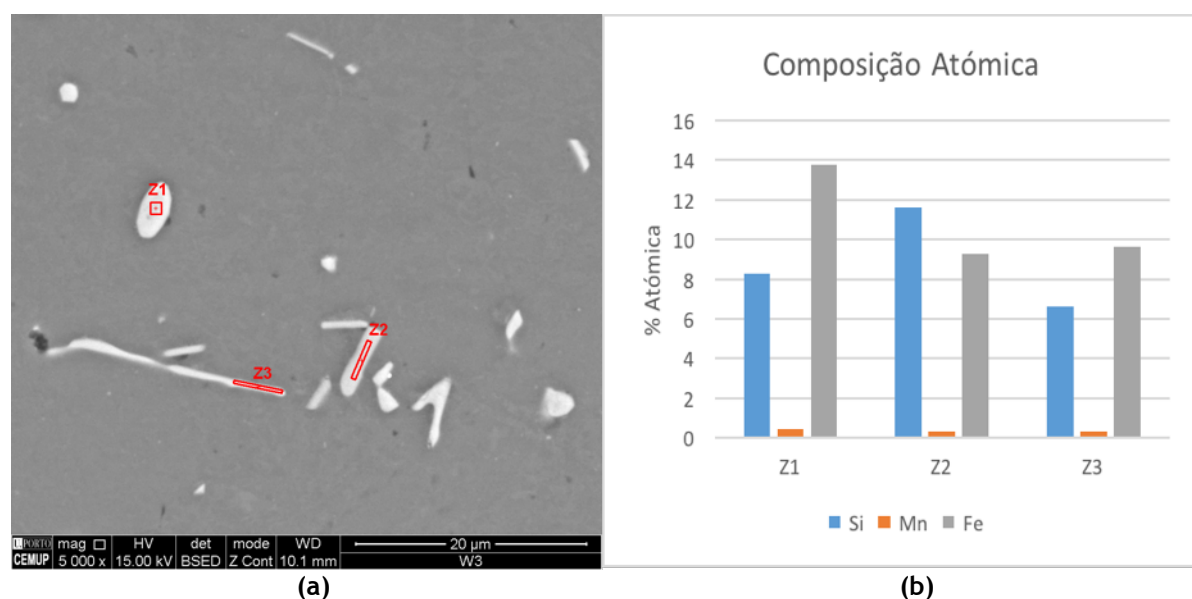


Figura 38 -a) Micrografia SEM de partículas intermetálicas. b) gráfico das composições atômicas obtidas por EDX assinaladas a vermelho em (a).

No gráfico da Figura 38.b podemos ver a composição atômica dos intermetálicos identificados como Z1, Z2 e Z3 na Figura 38.a. Apesar das medições serem feitas dentro das áreas marcadas por um retângulo estão sujeitas a alguns erros associados ao volume de interação da análise EDX. Devido ao reduzido tamanho dos intermetálicos, podem ser captados alguns sinais da zona em redor. O volume de interação mínimo é cerca de 1 μm. Nas zonas mais finas (zona Z3 da Figura 38 e Z5 da Figura 39) este tipo de erro é mais suscetível de acontecer porque o intermetálico é mais fino: há mais probabilidades de apanhar sinais da matriz de alumínio em redor.

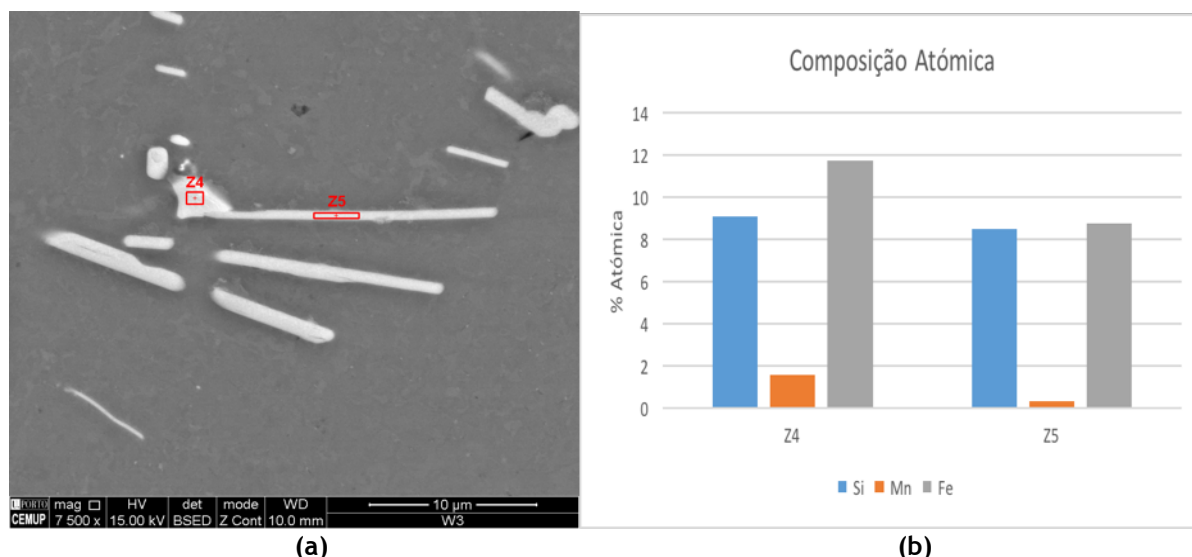


Figura 39 - a) Micrografia SEM de partículas intermetálicas. b) gráfico das composições atômicas obtidas por EDX assinaladas a vermelho em (a).

A análise química, em particular o rácio entre a composição dos elementos, nomeadamente o rácio (Fe,Mn)/Si, foi utilizada para identificar o intermetálico através da sua estequiometria. Para isto compararam-se os resultados experimentais com estruturas cristalinas referidas na bibliografia.

Na tabela seguinte são apresentados os valores obtidos para cada zona supramencionada nas figuras, e apresentada o intermetálico e estequiometria que melhor se adequa aos rácios (Fe,Mn)/Si obtidos. São também considerados os rácios Al/(Fe+Mn+Si). No entanto, como a percentagem de alumínio é mais influenciada pelo volume de interação foi o rácio (Fe,Mn)/Si que foi considerado.

Tabela 11 - Percentagens atômicas de vários elementos presentes nos intermetálicos analisados nas amostras dos diferentes fornecedores. A última linha identifica a estequiometria que melhor encaixa nos rácios medidos.

	Z1	Z2	Z3	Z4	Z5
Al	77,47	78,75	83,38	77,67	82,46
Si	8,28	11,64	6,64	9,05	8,5
Mn	0,45	0,32	0,31	1,57	0,3
Fe	13,8	9,29	9,67	11,71	8,74
(Fe+Mn)/Si	1,72	0,83	1,50	1,47	1,06
Al/(Fe+Mn+Si)	3,44	3,71	5,02	3,48	4,70
Intermetálico	$Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$	Al_5FeSi	$Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$	$Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$	Al_5Fe

4.6 Fator de Forma

Uma das formas mais expeditas de avaliar e distinguir os intermetálicos é precisamente pelo fator de forma, que como já referido é a razão entre a maior dimensão e a menor dimensão ortogonal.

O gráfico da Figura 40 mostra a distribuição do fator de forma das partículas intermetálicas AlFeSi identificadas e analisadas através do *software* LAS. As partículas com área inferior a $0,15 \mu\text{m}$ foram eliminadas por serem da dimensão das partículas Mg_2Si . O gráfico mostra uma distribuição semelhante nas três amostras, sendo que a grande maioria das partículas possuem evidentemente um fator de forma inferior a 5.

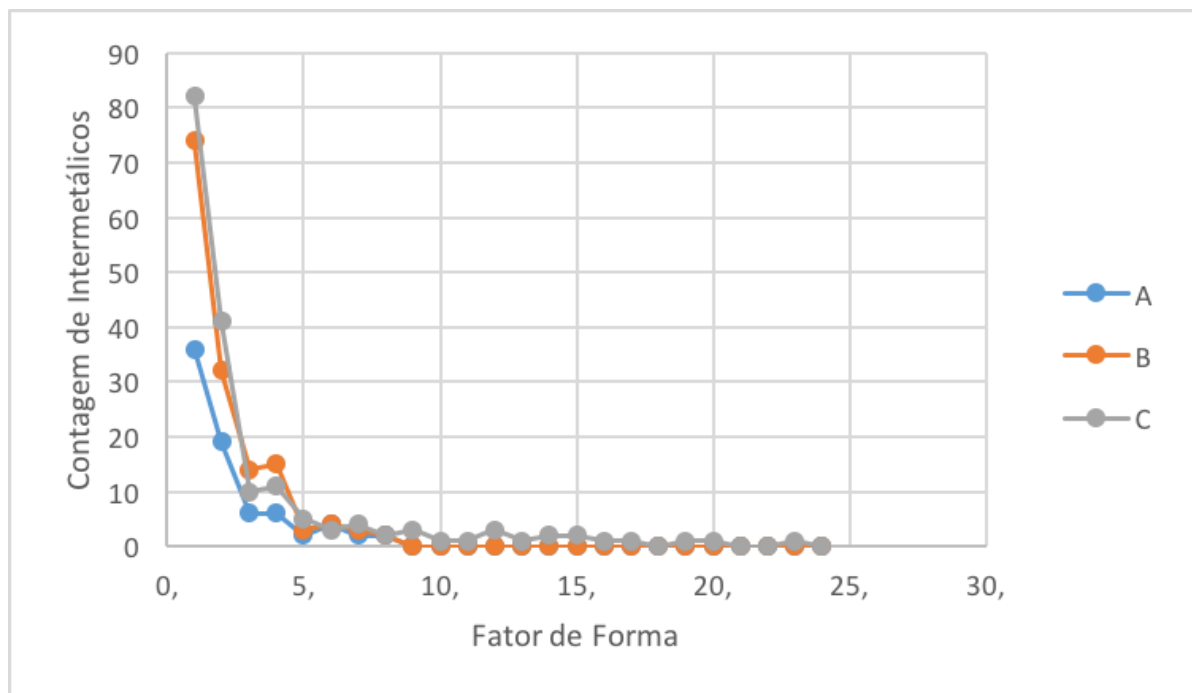


Figura 40 - Frequência de fatores de forma de intermetálicos da amostra do fornecedores A, B e C.

As tabelas 12 e 13 mostram a percentagem de transformação α em β calculados através dos fatores de forma críticos 3,5 e 3,7. Estes valores críticos são valores determinados por Kuijpers *et al.* [16].

Tabela 12 - Transformação β em α calculada a partir do fator de forma com valor crítico 3,5.

	A	B	C
Contagem	274	342	550
$\leq 3,5$	247	290	533
$> 3,5$	27	52	17
%Transformação $\beta \Rightarrow \alpha$	90,1	84,8	96,9

A amostra que apresenta maior percentagem de transformação $\beta \Rightarrow \alpha$ é, de acordo com o estudo realizado, a amostra do fornecedor C que seria neste parâmetro a de melhor qualidade, uma vez que a fase α contribui para uma melhor extrudabilidade.

Tabela 13 - Transformação β em α calculada a partir do fator de forma com valor crítico 3,7

	A	B	C
Contagem	274	342	550
$\leq 3,7$	249	296	535
$> 3,7$	25	46	15
%Transformação $\beta \Rightarrow \alpha$	90,9	86,5	97,3

Ao analisar estes resultados, e comparando os mesmos com os valores de referência das *Best Practice* apresentados na introdução do trabalho, podemos verificar que a amostra C é a única que se encontra num patamar ideal, acima dos 93 % de transformação. A amostra B apresenta-se num patamar aceitável acima dos 87 %. Já a amostra B encontra-se num patamar não aceitável com % inferior a 87 % apesar de estar no limite.

5 Conclusões

De forma geral as amostras não apresentam diferenças significativas entre si. Nenhuma das amostras apresenta defeitos maiores e, com os resultados experimentais deste trabalho, é difícil de as classificar como não sendo adequadas para extrusão, apesar da fraca percentagem de transformação que se observou na amostra B.

A camada de refusão apresenta uma espessura muito reduzida, sendo as três amostras adequadas à extrusão segundo os valores padrão das *Best Practice*. O bilete do fornecedor C possui a camada mais espessa e, neste ponto, seria o de pior qualidade.

No que toca às propriedades mecânicas, a amostra C seria agora a com melhor qualidade. De facto, esta amostra é a mais macia, com maior tamanho de grão, e a de mais alta extrudabilidade. Estes menores valores de dureza também poderiam ser relacionados com a percentagem de transformação. Como já referido, uma maior percentagem de transformação, isto é uma maior percentagem de alfa, vai tornar o material mais macio e mais conformável. Estes resultados, tamanho de grão (e dureza, que é dependente) e percentagem de transformação, têm outro ponto em comum, que é a sua dependência do processo de homogeneização. A maior percentagem de transformação associada a um maior tamanho de grão sugere que o processo de homogeneização foi mais intenso na amostra C.

Finalmente, convém referir que o efeito do tamanho de grão inicial poderá ser atenuado porque as amostras são pré-aquecidas antes da extrusão, mas a percentagem de intermetálicos por transformar é mais determinante.

A camada de refusão não é eliminada de todo durante este processo pelo que seria eventualmente o principal fator de qualidade. Como é feita uma escovagem aos biletos antes de entrarem no forno de pré-aquecimento, desde que eliminada uma camada suficiente da superfície, a camada de refusão deixaria de ter influência na extrusão, e neste caso seria a percentagem de transformação o elemento qualitativo mais importante.

6 Sugestões de Trabalho Futuro

Na continuação desta dissertação poderão ser realizados os mesmos ensaios sobre outras ligas, nomeadamente as 6061 e 6082 que são bastante utilizadas na Extrusal. Pode também ser feito um estudo sobre a influência do tempo e temperatura a que os biletos são sujeitos no pré-aquecimento. Este trabalho pode ser feito fora do ambiente empresarial, replicando as condições em fornos para tratamentos térmicos, estudando nomeadamente o crescimento do tamanho de grão e crescimento de precipitados.

A nível científico, o estudo mais aprofundado da caracterização e quantificação dos intermetálicos AlFeSi pode ser explorado, nomeadamente através de XRD, que não foi feito nesta dissertação e por EBSD em que não se obtiveram resultados.

7 Bibliografia

- [1] European Aluminium, “History of primary aluminium production evolution worldwide.” [Online]. Available: <http://www.european-aluminium.eu/production-primary-aluminium-production-evolution-worldwide/>. [Accessed: 02-Feb-2016].
- [2] European Aluminium, “Consumption - End-use markets for aluminium products 2011.” [Online]. Available: <http://www.european-aluminium.eu/consumption-end-use-markets-for-aluminium-products-2010/>. [Accessed: 02-Feb-2016].
- [3] F. Viana, “Apontamentos de Materiais Metálicos: Alumínio.” pp. 1-6, 2010.
- [4] L. Sweet, S. M. Zhu, S. X. Gao, J. A. Taylor, and M. A. Easton, “The Effect of Iron Content on the Iron-Containing Intermetallic Phases in a Cast 6060 Aluminum Alloy,” vol. 42, no. July, pp. 1737-1749, 2011.
- [5] M. S. Silva, C. Barbosa, O. Acselrad, and L. C. Pereira, “Effect of Chemical Composition Variation on Microstructure and Mechanical Properties of a 6060,” vol. 13, no. April, pp. 129-134, 2004.
- [6] N. Bayat and T. Carlberg, “Surface Structure Formation in Direct Chill (DC) Casting of Al Alloys,” *Jom*, vol. 66, no. 5, pp. 700-710, 2014.
- [7] R. Nadella, D. G. Eskin, Q. Du, and L. Katgerman, “Macrosegregation in direct-chill casting of aluminium alloys,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 53, no. 3, pp. 421-480, 2008.
- [8] Y. Birol, “Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 23, no. 7, pp. 1875-1881, 2013.
- [9] N. Kuijpers, *Kinetics of the β -AlFeSi to α -Al (FeMn) Si transformation in Al-Mg-Si alloys.* .
- [10] P. Ashtari and K. Gatenby, “Reheating of solid shell during twin belt-casting of an Al-Fe-Si alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 58, no. 2, pp. 150-153, 2008.
- [11] T. Carlberg, N. Bayat, and M. Erdegren, “Surface Segregation and Surface

Defect Formation During Aluminum Billet Casting,” *Trans. Indian Inst. Met.*, no. Vd, pp. 1-5, 2015.

- [12] Y. Birol, “The effect of homogenization practice on the microstructure of AA6063 billets,” vol. 148, pp. 250-258, 2004.
- [13] B. Cantor and K. O’Reilly, *Solidification and Casting*. CRC Press, 2002.
- [14] M. Erdegren and T. Carlberg, “Surface Defects on Direct Chill As-Cast 6Xxx Aluminum Billets,” no. September, pp. 675-680, 2011.
- [15] M. V. Zimmermann Goulart, “Relatório de Estagio Curricular - ALCOA.”
- [16] Y. Birol, “Optimization of homogenization for a low alloyed AlMgSi alloy,” *Mater. Charact.*, vol. 80, no. Table 1, pp. 69-75, 2013.