

**ESCOLA POLITÉCNICA**

**Universidade de São Paulo**

**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA  
METALÚRGICA E DE MATERIAIS**

**TRABALHO DE FORMATURA**

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS  
PRODUZIDAS POR  
CONFORMAÇÃO POR "SPRAY"**

**SÉRGIO RICARDO HORN**

**SÃO PAULO  
1997**





**ÍNDICE**

<b>AGRADECIMENTOS</b>	<b>1</b>
<b>1. RESUMO</b>	<b>2</b>
<b>2. INTRODUÇÃO</b>	<b>3</b>
<b>3. O PROCESSO OSPREY</b>	<b>4</b>
3.1 DESCRIÇÃO DO PROCESSO	4
3.2 PARÂMETROS DO PROCESSO	7
3.3 VANTAGENS	8
3.3.1 MICROESTRUTURA	8
3.3.2 CUSTOS	9
3.3.3 CMMS	9
3.4 DESVANTAGENS	10
<b>4. ATOMIZAÇÃO</b>	<b>11</b>
4.1 ATOMIZAÇÃO A GÁS	11
4.2 ATOMIZAÇÃO A ÁGUA	13
4.3 ATOMIZAÇÃO CENTRÍFUGA	15
<b>5. CONSOLIDAÇÃO</b>	<b>17</b>
<b>6. MATERIAIS</b>	<b>18</b>

<b>6.1 LIGA Al- 25%Si- 5%Cu</b>	<b>18</b>
<b>6.2 LIGA AA 7075</b>	<b>19</b>
<b>7. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</b>	<b>20</b>
<b>7.1 PRÉ-FORMADOS</b>	<b>20</b>
<b>7.2 AMOSTRAS E CORPOS DE PROVAS</b>	<b>21</b>
<b>7.3 Prensagem isostática a quente (HIP)</b>	<b>25</b>
<b>7.4 TRATAMENTO TÉRMICO (TT)</b>	<b>26</b>
7.4.1 AL-SI-CU	26
7.4.2 AA 7075	27
<b>7.5 MICROSCOPIA ÓPTICA</b>	<b>27</b>
7.5.1 LIXAMENTO E POLIMENTO	28
7.5.2 POROSIDADE	28
7.5.2.1 Analisador de Imagens	28
7.5.2.2 Contagem manual	29
7.5.3 CONTRASTE DE DIFERENÇA DE INTERFERÊNCIA DE FASES (DIC)	29
7.5.4 ANODIZAÇÃO	29
<b>7.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA</b>	<b>30</b>
<b>7.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS</b>	<b>30</b>
7.7.1 ENSAIO DE TRAÇÃO	30
7.7.2 DUREZA	31
<b>8. DISCUSSÃO E RESULTADOS</b>	<b>32</b>
<b>8.1 PROPRIEDADES MECÂNICAS</b>	<b>32</b>
8.1.1 ENSAIO DE TRAÇÃO	32
8.1.1.1 AA 7075	32
8.1.1.2 Al-Si-Cu	38
8.1.2 ENSAIO DE FLEXÃO	41
8.1.3 DUREZA	41
8.1.3.1 AA 7075	41
8.1.3.2 Al-Si-Cu	42
<b>8.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL</b>	<b>43</b>
8.2.1 MICROESTRUTURA	43
8.2.1.1 Composição Química	43

8.2.1.2 Microscopia Óptica	44
8.2.1.3 Comparação Microestrutural	47
8.2.1.4 Contraste de Diferença de Interferência de Fase	49
8.2.1.5 Anodização	51
8.2.1.6 Tamanho de Grão	52
8.2.1.7 Microscopia Eletrônica de Varredura	53
8.2.2 DISTRIBUIÇÃO DE FASES	57
8.2.2.1 AA 7075	57
8.2.2.2 Al-Si-Cu	58
8.2.3 POROSIDADE	58
8.2.3.1 Al-Si-Cu	59
8.2.3.2 AA 7075	69
<b>9. SUMÁRIO</b>	<b>72</b>
9.1 AA 7075	72
9.2 Al-Si-Cu	73
<b>10. CONCLUSÕES</b>	<b>75</b>
<b>11. TRABALHOS FUTUROS</b>	<b>76</b>
<b>12. REFERÊNCIAS</b>	<b>77</b>

**ÍNDICE DE FIGURAS**

Figura 3-1 — Planta de conformação por "spray" (arranjo vertical e horizontal)	6
Figura 3-2 — Esquemática de parâmetros na conformação por "spray"	6
Figura 4-1 — Tipos de bocais para atomização a gás	12
Figura 4-2 — Configurações típicas de bocais utilizados na atomização a água.	15
Figura 4-3 — Desenho esquemático para atomização centrífuga.	16
Figura 7-1 — Pré-formado como recebido (liga AA 7075).	20
Figura 7-2 — Pré-formado como recebido (liga Al-Si-Cu).	20
Figura 7-3 — Localização das amostras metalográficas no pré-formado.	21
Figura 7-4 — Localização das amostras metalográficas no pré-formado.	22
Figura 7-5 — Corpo de prova (AA 7075) — unidade: mm.	23
Figura 7-6 — Corpo de prova (Al-Si-Cu) - unidade: mm.	23
Figura 7-7 — Localização dos corpos de prova no pré-formado (vista superior).	24
Figura 7-8 — Curva característica da prensagem isostática a quente usada.	25
Figura 7-9 — Curva característica tensão-deformação simplificada.	31
Figura 8-1 — Curva característica resultante do ensaio de tração (AA 7075 - CR).	35
Figura 8-2 — Curva característica resultante do ensaio de tração	36
Figura 8-3 — Curva característica resultante do ensaio de tração para a liga	39
Figura 8-4-1 — Micrografia da estrutura da liga AA 7075 (MO).	44
Figura 8-4-2 — Micrografia da estrutura da liga AA 7075 (MO).	44
Figura 8-5 — Micrografia da estrutura da liga Al-Si-Cu (MO).	45
Figura 8-6 — Micrografia da liga comercial A390. (250x) <sup>[9]</sup>	46
Figura 8-7 — Micrografia da liga Al-Si-Cu fundida.	47
Figura 8-8-1 — Comparação microestrutural (IM x OM) da liga Al-Si-Cu.	48
Figura 8-8-2 — Comparação microestrutural (IM x OM) da liga Al-Si-Cu.	48
Figura 8-9 — Microestrutura da liga AA 7075 (DIC).	50
Figura 8-10 — Microestrutura da liga Al-Si-Cu (DIC).	50
Figura 8-11 — Microestrutura anodizada da liga AA 7075.	51
Figura 8-12 — Microestrutura anodizada da liga Al-Si-Cu.	52
Figura 8-13 — AA 7075 (CR)	54
Figura 8-14 — AA 7075 (HIP)	54
Figura 8-15 — AA 7075 (TT)	54
Figura 8-16 — Al-Si-Cu (CR)	54
Figura 8-17 — Al-Si-Cu (HIP)	54
Figura 8-18 — Al-Si-Cu (TT)	54
Figura 8-19 — AA 7075 (CR)	55

Figura 8-20 — AA 7075 (HIP)	55
Figura 8-21 — AA 7075 (TT)	55
Figura 8-22 — Al-Si-Cu (CR)	55
Figura 8-23 — Al-Si-Cu (HIP)	55
Figura 8-24 — Al-Si-Cu (TT)	55
Figura 8-25 — Fractografia da liga AA 7075 (CR).	56
Figura 8-26 — Fractografia da liga Al-Si-Cu (CR).	56
Figura 8-27 — Distribuição de porcentagem em área dos poros no pré-formado.	68
Figura 8-28 — Distribuição do tamanho médio de poro no pré-formado. [ $\mu\text{m}$ ]	69
Figura 8-29 — Distribuição da porcentagem em área de poros no pré-formado. [ $\mu\text{m}$ ]	71
Gráfico 8-1 — Distribuição de fração de área de poros em função do número de campos.	61
Gráfico 8-2 — Distribuição do tamanho médio de poro no intervalo $[0;100] \mu\text{m}^2$ .	66

### ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 4-1 — Condições de operação usuais na atomização a gás.	12
Tabela 4-2 — Condições de operação usuais na atomização a água.	13
Tabela 7-1 — Condições e tratamentos térmicos.	26
Tabela 8-1 — Propriedades mecânicas da liga AA 7075 (IM) <sup>[15]</sup>	33
Tabela 8-2 — Propriedades mecânicas da liga AA 7075 (OM) <sup>[16]</sup>	33
Tabela 8-3 — Propriedades mecânicas da liga AA 7075 (OM) <sup>[21]</sup>	33
Tabela 8-4 — Propriedades Mecânicas (AA 7075).	36
Tabela 8-5 — Propriedades mecânicas da liga 390.0 solubilizada e envelhecida. <sup>[11]</sup>	38
Tabela 8-6 — Propriedades mecânicas (Al-Si-Cu).	40
Tabela 8-7 — Resultados do ensaio de dureza Brinell. [HB]	41
Tabela 8-8 — Composição Química (% em peso).	43
Tabela 8-9 — Tamanho de grão (AA 7075).	53
Tabela 8-10 — Porcentagem de partículas de 2ª fase.	57
Tabela 8-11 — Dados estatísticos de fração de área de poros.	60
Tabela 8-12 — Dados estatísticos de tamanho médio de poro. ( $\mu\text{m}^2$ )	64
Tabela 8-13 — Detalhamento do intervalo $[0;100]$ de tamanho médio de poro. ( $\mu\text{m}^2$ )	65
Tabela 8-14 — Porcentagem em área de poros no pré-formado.	70

**ÍNDICE DE ANEXOS**

<i>Anexo I — Rotina para detecção da porosidade.</i>	80
<i>Anexo II — Ensaio de Tração (Formulário).</i>	83
<i>Anexo III — Dureza Brinell (formulário).</i>	84
<i>Anexo IV — Rotina para detecção de partículas de 2<sup>a</sup> fase.</i>	85
<i>Anexo V — Tabela de dados estatísticos de diâmetro equivalente. [<math>\mu\text{m}</math>]</i>	89

## AGRADECIMENTOS

Ao Dr. Jesualdo Luiz Rossi, do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), pela orientação dada no projeto de pesquisa, pela supervisão deste trabalho e, também, pelos conselhos acadêmicos.

Ao Prof. Dr. Hélio Goldenstein, do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP, pela ajuda na elaboração deste trabalho.

À Marcinha, técnica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP, e a todos os técnicos e amigos do IPEN, pelo auxílio prestado durante o desenvolvimento deste trabalho.

A meus pais e irmãos, pelo apoio de sempre.

A CNPq/PIBIC pelo financiamento deste projeto de pesquisa.

## 1. RESUMO

O presente trabalho foi desenvolvido com duas ligas de alumínio — AA7075 e Al-Si-Cu — produzidas por conformação por "spray". O material está sendo caracterizado, microestruturalmente e mecanicamente, nos estados: como recebido; após tratamentos térmicos; após prensagem isostática a quente.

A caracterização microestrutural foi realizada por microscopia óptica e eletrônica de varredura. Amostras foram retiradas dos pré-formados em posições específicas, sendo então lixadas e polidas para a observação metalográfica.

Por microscopia óptica, determinou-se a quantidade e distribuição da porosidade no pré-formado. Caracterizou-se a porosidade em termos da sua fração em área, quantidade, tamanho e distribuição de poros. Uma análise das fases presentes, em termos da coloração, tipo, forma e fração em área, também foi feita.

Por microscopia eletrônica de varredura, caracterizou-se o material em termos da composição química das fases observáveis e das superfícies de fratura de corpos de prova.

A caracterização mecânica foi realizada por ensaios de tração, flexão e por medidas de dureza. Os resultados dos ensaios de tração e flexão estão sendo apresentados na forma de limite de escoamento, limite de resistência, alongamento e estrição.

## 2. INTRODUÇÃO

Durante anos a engenharia vem melhorando e desenvolvendo novos metais e materiais. Para as ligas de alumínio, em particular, houve progresso devido ao desenvolvimento de novos métodos de produção, como a metalurgia do pó (MP) e a conformação por "spray" (OM). Esses métodos ocorrem por processos de solidificação rápida e permitem obter ligas com composições diferentes das obtidas pelos processos de lingotamento convencionais (IM).

Basicamente, essas novas ligas podem ser divididas em quatro grupos <sup>[1]</sup>:

- (i) ligas de alta resistência (Al-Zn-Mg-Cu)
- (ii) ligas refratárias (Al-Fe-X)
- (iii) ligas de baixa densidade/alta dureza (Al-Li-X)
- (iv) compósitos de matriz metálica (CMMs).

As ligas produzidas via MP contém fraturas típicas de óxidos que se formam na superfície do pó e não desaparecem durante a consolidação. Entretanto, se a atomização e a consolidação forem realizadas numa única etapa, numa atmosfera inerte, como por exemplo no processo "Osprey", os óxidos contidos podem ser reduzidos e a ductilidade melhorada sensivelmente.

### **3. O PROCESSO OSPREY**

#### **3.1 DESCRIÇÃO DO PROCESSO**

O processo Osprey (OM) é uma tecnologia rápida e flexível para produzir ligas solidificadas rapidamente e CMMs de forma compacta. Este processo foi desenvolvido na década de 70 pela Osprey Metals Ltd, em Neath, Wales. Em 1985, avanços consideráveis quanto a ligas de alumínio foram obtidos pela instalação da primeira planta em escala laboratorial.<sup>[1]</sup>

Nesse processo, um forno de indução produz um filete homogêneo de metal líquido, em pressão constante, que é atomizado na forma de gotículas extremamente finas pela ação de um jato de água ou de gás inerte (nitrogênio<sup>[1]</sup>, argônio<sup>[2]</sup>) com velocidades<sup>[1]</sup> próximas a do som. Essas gotículas são então depositadas num disco coletor giratório, também chamado de substrato.

Alguns resultados<sup>[3]</sup> sugerem que, sob condições normais de operação, aproximadamente 50 a 70 % do "spray" é solidificado durante o vôo na forma de gotículas totalmente solidificadas e parcialmente solidificadas. Este modo de solidificação ocorre em altas taxas de resfriamento (da ordem de  $10^3$  a  $10^4$  °C/s<sup>[1]</sup>) e resulta em uma microestrutura de pequena escala nas gotículas solidificadas e parcialmente solidificadas que chegam na superfície de deposição.

A consolidação das gotículas, que é provavelmente o mais crítico e menos entendido estágio na conformação por "spray", ocorre quando uma mistura de gotículas sólidas, líquidas ou semilíquidas do "spray" sofrem impacto nas suas respectivas superfícies.

No disco coletor é formado um tarugo compacto, com densidade<sup>[1]</sup> maior que 95 % da densidade teórica, submetido a um processo de solidificação complexo. Cada

tarugo alcançará sua densidade máxima durante processos convencionais de laminação, forjamento, extrusão, etc.

A geometria do pré-formado<sup>[3]</sup> é controlada pela configuração e movimento do substrato e do "spray". Discos cilíndricos ou tarugos de 300 mm de diâmetro e 1m de altura são produzidos por "spray" oscilante em um substrato que é inclinado para o eixo do "spray". Placas ou tiras de até 1 m de largura e espessura maior que 5 mm podem ser produzidas em um modo semi contínuo por oscilação do "spray" através da largura de uma correia horizontal. Produtos tubulares são fabricados por deposição na superfície de um mandril rotativo pré-aquecido.

A figura 3-1<sup>[4]</sup> esquematiza dois arranjos — vertical e horizontal — de uma planta de conformação por "spray". A figura 3-2<sup>[3]</sup> indica, de forma simplificada, os parâmetros envolvidos em uma planta de conformação por "spray".

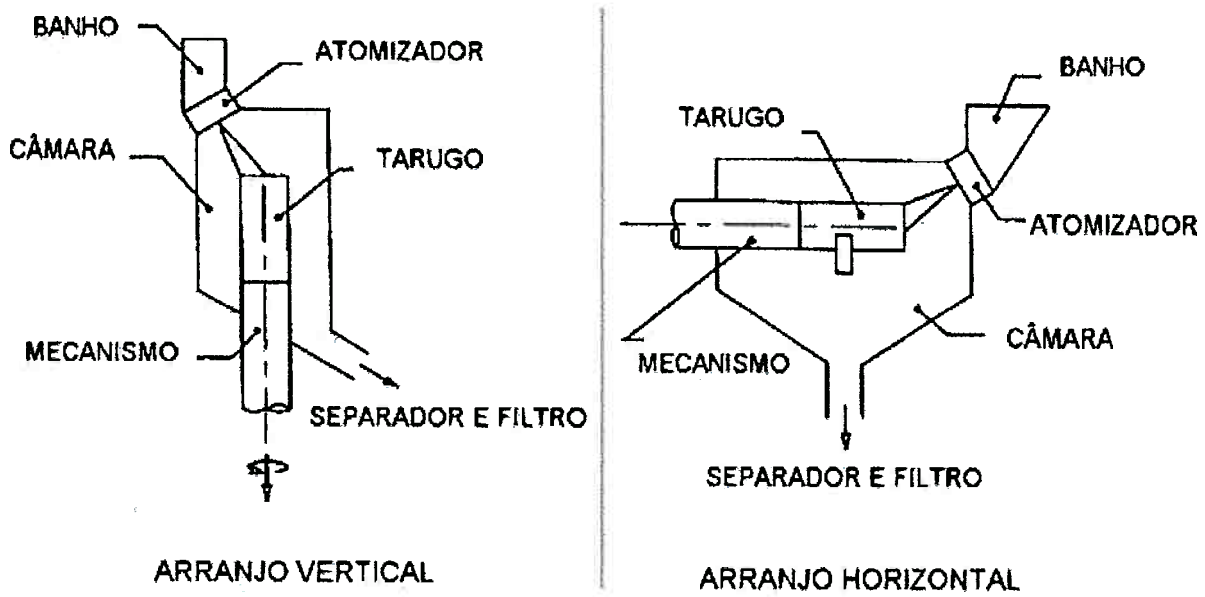


Figura 3-1 – Planta de conformação por "spray" (arranjo vertical e horizontal)

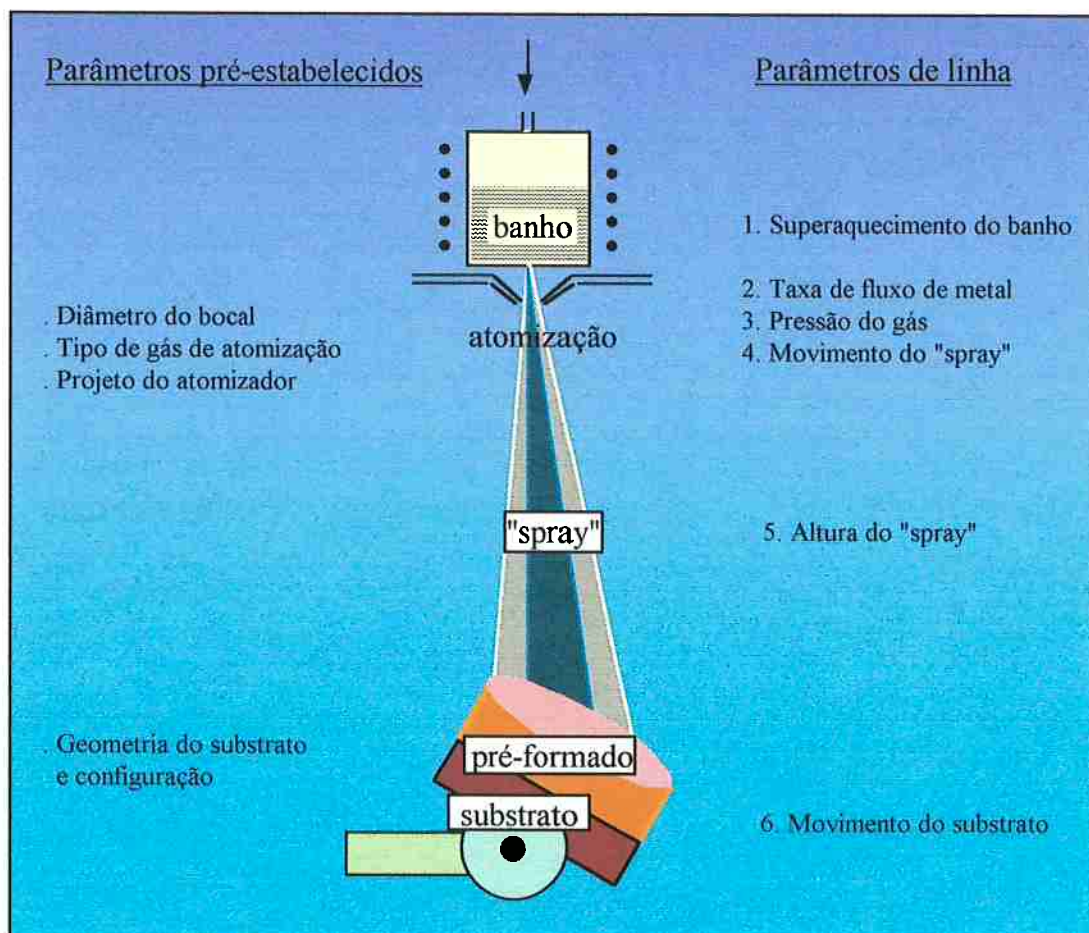


Figura 3-2 – Esquematização de parâmetros na conformação por "spray"

### 3.2 PARÂMETROS DO PROCESSO

Na conformação por spray, os parâmetros controláveis do processo, que afetam o resultado da microestrutura são<sup>[2]</sup> :

1. A parcela de superaquecimento para fusão. Isto determina a viscosidade do banho, e portanto a taxa de alimentação, que também é afetada pelos demais itens;
2. O diâmetro do orifício do tubo de vazamento;
3. A pressão do gás atomizante e as características geométricas do atomizador, definem o fluxo de gás e a alimentação do metal para fluxo de gás proporcional. Esta proporcionalidade define a distribuição de tamanho das gotículas e, com o coeficiente de transferência de calor convectivo, a velocidade de resfriamento para a solidificação de partículas metálicas;
4. O orifício do tubo de vazamento em função da distância do substrato e a velocidade de resfriamento definem a quantidade de fase líquida presente nas gotículas metálicas em cada posição do voo, exercendo influência sobre a capacidade de incorporação de partículas de reforço na matriz metálica;
5. A pressão usada para a injeção de partículas de reforço;
6. O número, a localização espacial dos injetores cônicos, sua regulação para a taxa de alimentação de partículas injetadas e sua orientação. Tudo isto contribui para a fração volumétrica de reforço incorporada no sólido depositado;
7. A fração volumétrica de líquido presente nas gotículas antes do impacto com o substrato;
8. O valor do coeficiente de transferência de calor durante o estágio de deposição.

### 3.3 VANTAGENS

Uma das mais importantes vantagens do processo Osprey é a produção de uma microestrutura muito fina, homogênea e livre de segregações, combinada com uma fina distribuição de fases primárias. Isto também pode ser obtido pela metalurgia do pó convencional. Porém, o processo Osprey permite uma seqüência mais curta e simplificada das etapas de processo.

#### 3.3.1 Microestrutura

A formação da microestrutura<sup>[3]</sup> durante a deposição por "spray" se inicia durante o vôo das gotículas e se completa após a solidificação dessas gotículas na superfície de depósito, resultando em uma microestrutura em pequena escala devido as altas taxas de resfriamento.

Sob condições ótimas, a microestrutura do material depositado exibe pouca ou nenhuma evidência de individualidade ou de estratificação das partículas. É usual obter-se uma microestrutura uniforme, com grãos finos e com pouca segregação, contrastando fortemente com a estrutura grosseira, segregada e dendrítica dos materiais fundidos convencionalmente.

Em ligas mais complexas, contendo duas ou mais fases, o efeito da conformação por "spray" é o de produzir uma distribuição uniforme das fases endurecedoras, com ou sem o benefício de tratamentos termomecânicos pós-solidificação. Uma grande atração do processo é a alta taxa de deposição de metal, 60 kg/s<sup>[5]</sup>.

Devido à atomização por gás inerte e à operação de deposição, o processo Osprey elimina o problema de filmes óxidos<sup>[6]</sup>, uma vez que a liga processada só existe na forma de partículas por poucos mili-segundos. Conseqüentemente, o oxigênio encontrado em ligas de alumínio é tipicamente menor que 50 ppm, taxa menor que a alcançada pela MP (2000 ppm).

### 3.3.2 Custos

Quando um número de etapas do processo é significativamente reduzido tem-se uma diminuição considerável nos custos do processo. A difícil e longa etapa de manipulação do pó, por exemplo, pode ser omitida na conformação por "spray".

A degaseificação à vácuo e o extenso trabalho a quente para eliminar filmes de óxidos são desnecessários no processo Osprey. Entretanto, uma simples rota de extrusão ou forjamento é necessária para eliminar 1-3 % da porosidade que existe no tarugo, rendendo um componente de alta e uniforme qualidades metalúrgicas.

### 3.3.3 CMMs

O reforço de ligas podem ser realizadas por injeção de partículas cerâmicas junto as gotículas atomizadas com subsequente co-deposição para a formação de um CMM. Conseqüentemente, OM oferece um rota atrativa para produção de ligas avançadas ou compósitos de alumínio que não podem ser produzidas por IM ou que enfrentam problemas de razões técnicas e, ou, econômicas por MP. Essas características permitem acrescentar uma parcela de elementos de ligas significativamente maior que nas ligas via IM, permitindo que novas composições sejam criadas.

### 3.4 DESVANTAGENS

A conformação por "spray" atinge velocidades de resfriamento<sup>[1]</sup> da ordem de  $10^3$  a  $10^4$  K.s<sup>-1</sup>, menor que a alcançada na MP (superior a  $10^6$  K.s<sup>-1</sup>). Desse modo, tem-se uma menor supersaturação durante a solidificação e, portanto, as ligas produzidas via OM alcançam uma microestrutura mais grossa se comparada com a MP. Além disso, uma certa fração de gotículas do "spray" não é depositada no tarugo, restando como excesso de pó (não consolidado). Esta perda de pó não consolidado, bem como o alto consumo de nitrogênio e precauções apropriadas de segurança, resultam num considerável aumento nos custos se comparado aos processos de lingotamento convencionais (IM). Por esta razão, a tecnologia Osprey é pretendida não como uma concorrente ao IM, mas como um método alternativo futuro para a MP.

## **4. ATOMIZAÇÃO**

Pós metálicos podem ser obtidos por métodos químicos e físico-químicos, por processo eletrolítico, por processamento mecânico ou por atomização de metais líquidos. Dentre os métodos de fabricação de pós metálicos a atomização é atualmente o mais importante, tendo grande versatilidade de aplicações. Na conformação por "spray", a atomização é utilizada para obtenção de gotículas extremamente finas.

A atomização consiste basicamente na desintegração de um filete de metal líquido pela ação de um gás ou líquido com velocidades próximas a do som, produzindo gotículas de metal nos estados sólido, líquido e semilíquido.

As principais técnicas de atomização de metais líquidos são: atomização a vácuo, centrífuga, por eletrodo rotativo, a gás, ultra-sônica e a água. As técnicas de atomização mais aplicadas são: atomização a água, a gás (ar, nitrogênio ou argônio) e centrífuga; técnicas essas que serão descritas em seguida. [7]

### **4.1 ATOMIZAÇÃO A GÁS**

Na atomização a gás, um filete de metal líquido é transformado em gotículas pela ação de um jato de gás. A desintegração do filete é causada pela transferência de energia cinética do meio de atomização ao filete de metal líquido. Na prática, utiliza-se ar ou gases inertes como nitrogênio ou argônio.

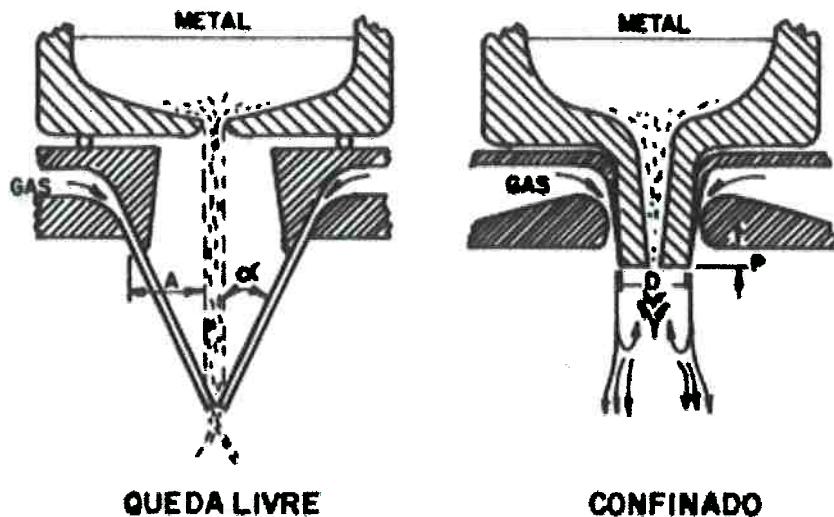


Figura 4-1 — Tipos de bocais para atomização a gás

Tipicamente, os bocais podem ser do tipo queda livre ou confinado e são ilustrados na figura 4-1. Os bocais tipo queda livre são os mais utilizados pela simplicidade de operação. Os bocais confinados promovem a desintegração do filete em regiões muito próximas à saída do bocal, sendo mais eficientes na produção de pós finos, estando, no entanto, mais sujeitos a problemas de entupimento.

Existe um grande número de interrelações entre variáveis de processo e seu resultado nos materiais. Dessa forma, diversas equações empíricas são propostas para a previsão do tamanho, forma e distribuição do tamanho de partículas. De modo geral observa-se que uma diminuição do tamanho médio das partículas é favorecido por uma elevação da pressão e vazão do gás e, ou, pela diminuição da distância do jato de fluido em relação ao metal líquido. Condições típicas de operação na atomização a gás estão descritas na tabela 4-1.

Pressão de gás	1,4 - 4,2 MPa
Velocidade do gás	50 - 150 m/s
Superaquecimento	100 - 200 °C
Ângulo de incidência	15 - 90 °

Tabela 4-1 — Condições de operação usuais na atomização a gás.

As gotículas atomizadas a gás são tipicamente esféricas e lisas, com uma velocidade de resfriamento em torno de  $10^2$  °C/s. O diâmetro médio das partículas é de cerca de 150  $\mu\text{m}$ , com rendimentos de até 40 % para faixas abaixo de 44  $\mu\text{m}$ .

Aços especiais, titânio e superligas são normalmente produzidos por atomização a gás inerte, enquanto ligas de cobre e alumínio são atomizadas a ar.

## 4.2 ATOMIZAÇÃO A ÁGUA

A atomização a água é similar à atomização a gás no tocante a parâmetros de processo e dispositivos de atomização. Condições de operação típicas estão ilustradas na tabela 4-2.

Pressão de água	3,5 - 21 MPa
Velocidade do água	40 - 150 m/s
Superaquecimento	100 - 250 °C
Ângulo de incidência	< 30 °

Tabela 4-2 — Condições de operação usuais na atomização a água.

A velocidade do fluido de atomização é um dos parâmetros mais importantes no processo de atomização. Devido à maior densidade da água em relação a um gás (cerca de 1000 vezes maior), as pressões necessárias durante a atomização a água devem ser muito altas para que se atinja a mesma velocidade das partículas durante a atomização. Para um gás, uma pressão tão baixa quanto 90 Pa teoricamente é suficiente para acelerar um partícula a uma velocidade de 300 m/s; para a água é necessária uma pressão de 8000 Pa para se atingir uma velocidade de 150 m/s.

A eficiência energética do processo — que é a relação da energia cinética transformada em energia superficial das gotículas pela energia superficial do filete — é muito baixa, em torno de 4 %, sendo necessária uma grande quantidade de energia para se atingir altas pressões. A quantidade de água utilizada, por unidade de

massa de metal produzido, é extremamente sensível à geometria do bocal. O processo é significativamente mais barato que a atomização a gás, a menos que o fluido de atomização utilizado seja o ar.

As partículas obtidas por atomização a água são geralmente irregulares, com uma superfície rugosa e oxidada. O excesso de óxido superficial pode ser removido ou diminuído através de redução por hidrogênio ou por lixiviação química.

A obtenção de pequenos tamanhos de partículas é favorecida por altas pressão e velocidade de água, baixa vazão de metal líquido e pequena distância do jato em relação ao filete. O aumento no superaquecimento do metal líquido tende também a reduzir o tamanho das partículas devido a um decréscimo de sua tensão superficial.

Um bom controle da forma das partículas pode ser exercido na atomização a água. O pó torna-se menos irregular e aproxima-se da esfericidade com o aumento do superaquecimento e do ângulo de incidência dos jatos de água. Ligas com um pequeno intervalo de solidificação apresentam maior tendência para a esfericidade. A presença de um forte formador de óxidos na liga metálica, como o alumínio por exemplo, causará uma tendência para a obtenção de pós irregulares.

O rendimento do processo aumenta com a elevação da pressão de água. Rendimentos de aproximadamente 60 % na fração menor que 500  $\mu\text{m}$  são atingidos com pressão de água de 5 MPa. Para aços inoxidáveis, com pressão de água de 13,8 MPa, alcança-se um rendimento de até 90 % na fração menor que 150  $\mu\text{m}$ . A velocidade de resfriamento é uma ordem de grandeza superior à atomização a gás, aproximadamente  $10^3$  °C/s.

Os bocais são elementos de fundamental importância no processo, podendo ser divididos em três tipos: de fonte pontual, plana ou anulares. As configurações típicas de bocais utilizados para a atomização a água estão ilustradas na figura 4-2.

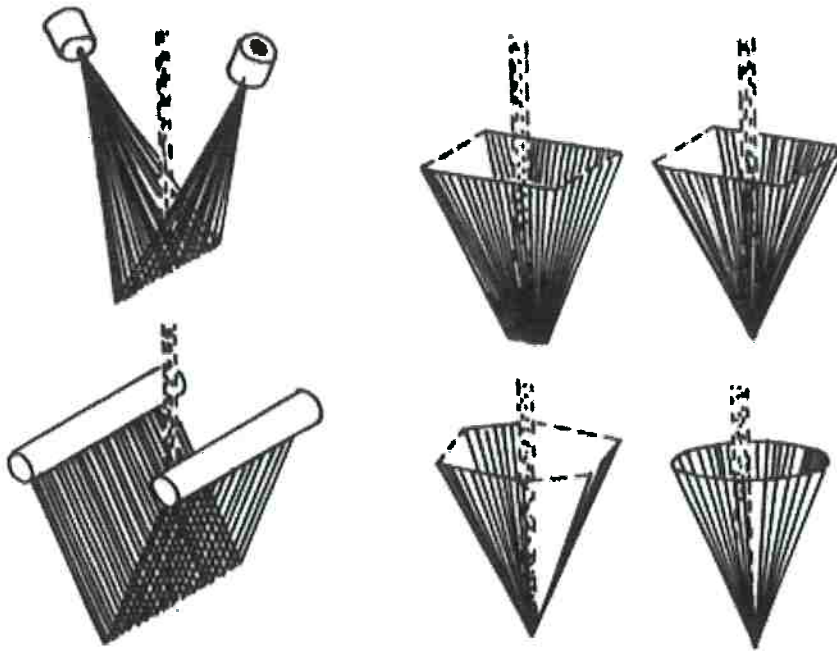


Figura 4-2 — Configurações típicas de bocais utilizados na atomização a água.

### 4.3 ATOMIZAÇÃO CENTRÍFUGA

Na atomização centrífuga, um filete de metal líquido é fragmentado na forma de gotículas ao atingir um prato ou disco refrigerado em alta rotação. As partículas são resfriadas no ambiente de coleta, ou por ação de um gás inerte incidente sobre as gotículas assim que estas são arremessadas do disco rotativo. Os principais problemas do processo estão ligados ao desgaste por erosão, dissolução e oxidação do prato do centrifugador.

A figura 4-3 ilustra um desenho esquemático de disco e copo rotativos para atomização centrífuga.

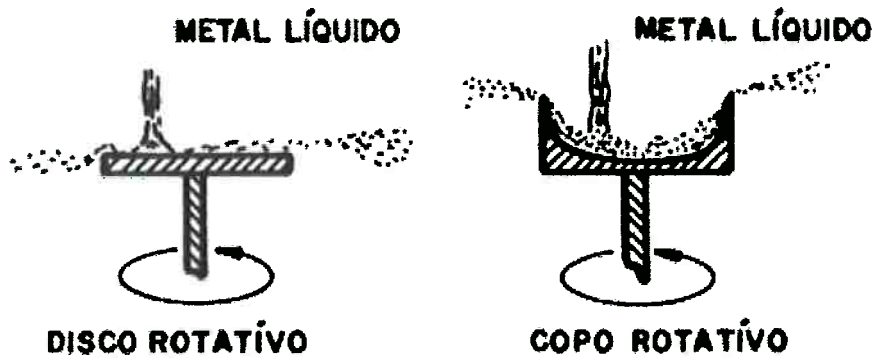


Figura 4-3 — Desenho esquemático para atomização centrífuga.

As gotículas apresentam formato que variam desde o tipo esférico à escama. O diâmetro médio dos pós esféricos obtidos por atomização centrífuga é relativamente grosseiro, em torno de  $200 \mu\text{m}$ .

Esse tipo de atomização pode alcançar taxas de resfriamento da ordem de até  $10^6 \text{ }^\circ\text{C/s}$ .

## 5. CONSOLIDAÇÃO

A solidificação dos depósitos formados por "spray" (a fração do líquido no "spray" que não se solidificou no vôo) é governada pela magnitude relativa do tempo de solidificação, o intervalo de tempo do impacto das gotículas sucessivas e do intervalo de solidificação da liga.<sup>[3]</sup>

No estágio inicial de deposição, as gotículas chegam na superfície sólida fria, conseqüentemente o líquido respingado irá solidificar-se rapidamente antes do impacto da outra gotícula. Portanto o contorno dos respingos são bem definidos e os depósitos são relativamente porosos devido aos interstícios entre respingos.

Com a continuação do depósito, a temperatura e o tempo de solidificação para o respingo na superfície do depósito aumentam gradualmente. Quando o tempo de solidificação excede o tempo de chegada entre as gotículas, uma camada semilíquida coexiste na superfície do depósito. A presença de líquido nessa camada elimina a porosidade.

## **6. MATERIAIS**

No presente trabalho foram utilizadas duas ligas de alumínio:

- liga comercial AA 7075 —será aplicada a letra **A** posterior à numeração das amostras para designar que se trata de uma amostra (ou corpo de prova) desta liga;
- e
- liga Al-Si-Cu, a qual aplicar-se-á a letra **B**.

### **6.1 LIGA Al- 25%Si- 5%Cu**

As ligas do sistema Al-Si-Cu<sup>[8,9,10,11]</sup> formam uma família de ligas que podem ser fundidas em areia, coquilhas ou em matriz fechada, podendo ser fundida ou tratada termicamente. Suas características de fundição, fundição sob pressão e resistência à corrosão são superiores às ligas Al-Cu, enquanto que a sua resistência e usinabilidade são superiores às ligas Al-Si.

Adições de cobre, em ligas Al-Si hipereutéticas, promovem um reforço adicional à matriz através de envelhecimento, isto é, pela precipitação de fases duras e frágeis tal como a fase AlCu<sub>2</sub>, por exemplo.

De certa forma, entende-se que adições de cobre aumentam a resistência e a dureza da liga, mas em contrapartida há reduções de ductilidade e resistência a corrosão.

A liga Al-Si-Cu estudada foi produzida via conformação por "spray" e atinge uma microestrutura em escala muito fina do que a microestrutura obtida por processos de fundição convencionais. Isso será discutida posteriormente no item 8.

As ligas do sistema Al-Si são utilizadas principalmente na indústria automobilística devido às atrativas combinações de baixo coeficiente de expansão térmica, boa resistência ao desgaste e boa estabilidade térmica. Esforços para

maximizar estas propriedades baseiam-se em adições de silício que resultam em uma inaceitável perda de ductilidade e tenacidade devido à formação excessiva de partículas grandes de silício primário.

A conformação por "spray" pode oferecer uma rota alternativa, associada à metalurgia do pó, capaz de produzir ligas hipereutetóides —elevado teor de silício — mantendo uma dispersão refinada de silício primário a fim de diminuir as perdas de ductilidade e tenacidade.

Ligas do sistema Al-Si, contendo alto teor de silício, são usadas na produção de tubos para revestimento de cilindros de motores da Mercedes-Benz. <sup>[5,12]</sup>

## 6.2 LIGA AA 7075

As ligas de alumínio AA 7075<sup>[13,14]</sup> são ligas de alta resistência do sistema Al-Zn-Mg endurecíveis por precipitação, contudo muitas destas ligas sofrem adições de cobre para melhorar sua resistência ao trincamento atribuível à corrosão sob tensão. Há, porém, uma importante gama de ligas de média resistência contendo pouco ou nenhum cobre que têm a vantagem de ser prontamente soldável. Estas ligas diferem de outras ligas soldáveis de alumínio devido ao envelhecimento por precipitação ocorrer à temperatura ambiente.

Esta liga tem composição química nominal<sup>[15]</sup> em porcentagem em peso: 1,20-2,00 Cu; 2,1-2,9 Mg; max 0,30 Mn; max 0,40 Si; max 0,50 Fe; 0,18-0,28 Cr; 5,1-6,1 Zn; max 0,20 Ti; max 0,05 para cada outro elemento (totalizando um máximo de 0,15); Al (balanço).

A liga AA 7075 é empregada<sup>[15,16]</sup> tipicamente onde são requeridas boa resistência mecânica e boa resistência a corrosão, sua maior aplicação dá-se na fabricação de componentes aeroespaciais. Há grande aplicação também em outros componentes estruturais, tais como na indústria automobilística. Outro uso comum dessa liga ocorre em utensílios domésticos.

## 7. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 7.1 PRÉ-FORMADOS

O material deste trabalho foi cedido pela Osprey Metals Ltd. Os pré-formados no estado como recebido foram fotografados e estão mostrados nas figuras 7-1 e 7-2 para os ligas AA 7075 e Al-Si-Cu, respectivamente.



Figura 7-1 — Pré-formado como recebido (liga AA 7075).



Figura 7-2 — Pré-formado como recebido (liga Al-Si-Cu).

## 7.2 AMOSTRAS E CORPOS DE PROVAS

Objetivando a caracterização microestrutural, foram retiradas algumas amostras de cada material. A localização das amostras está esquematizada na figura 7-3 para a liga AA 7075 e figura 7-4 para a liga Al-Si-Cu.

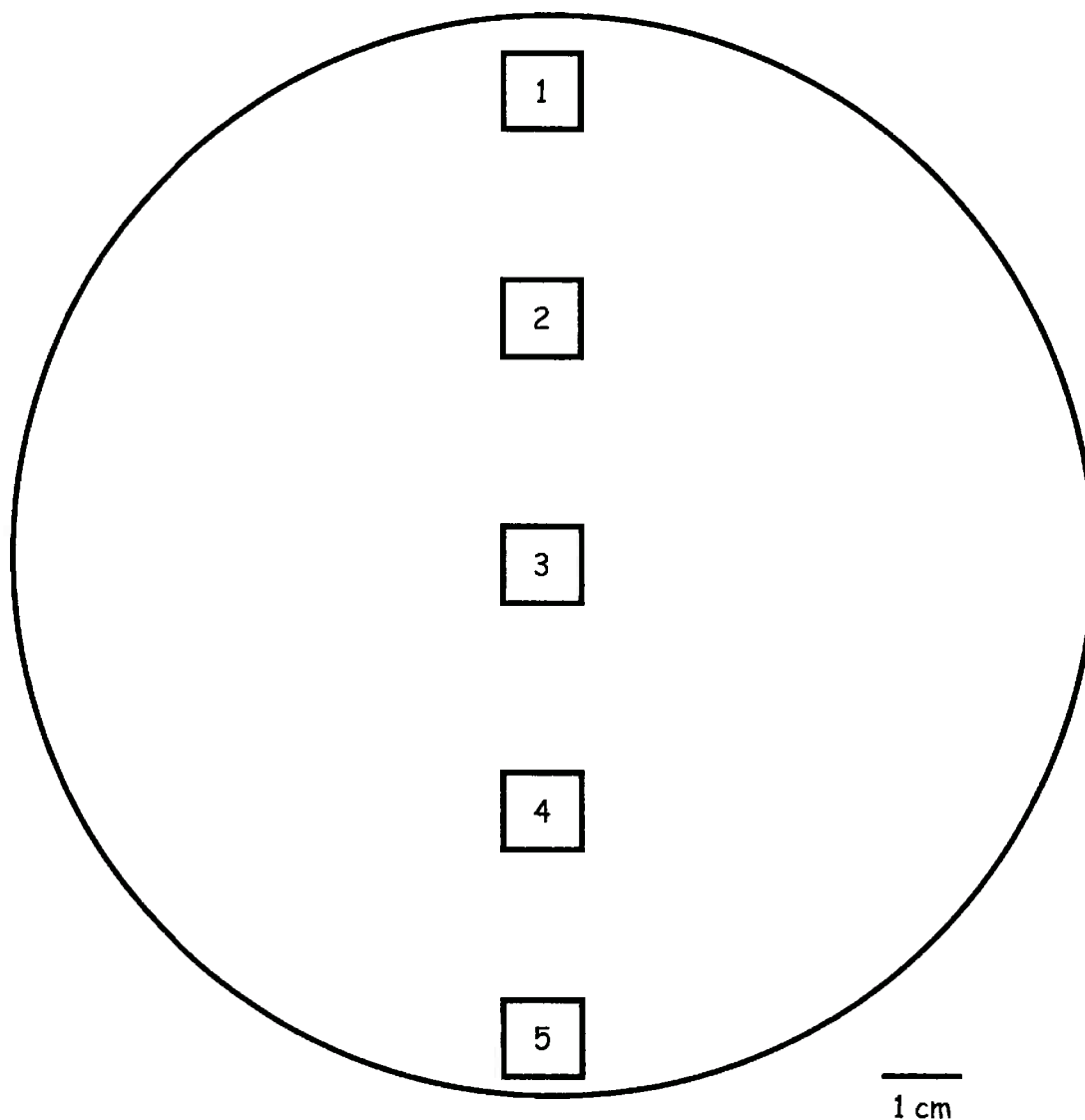


Figura 7-3 – Localização das amostras metalográficas no pré-formado.  
Vista horizontal – Amostra A (AA 7075).

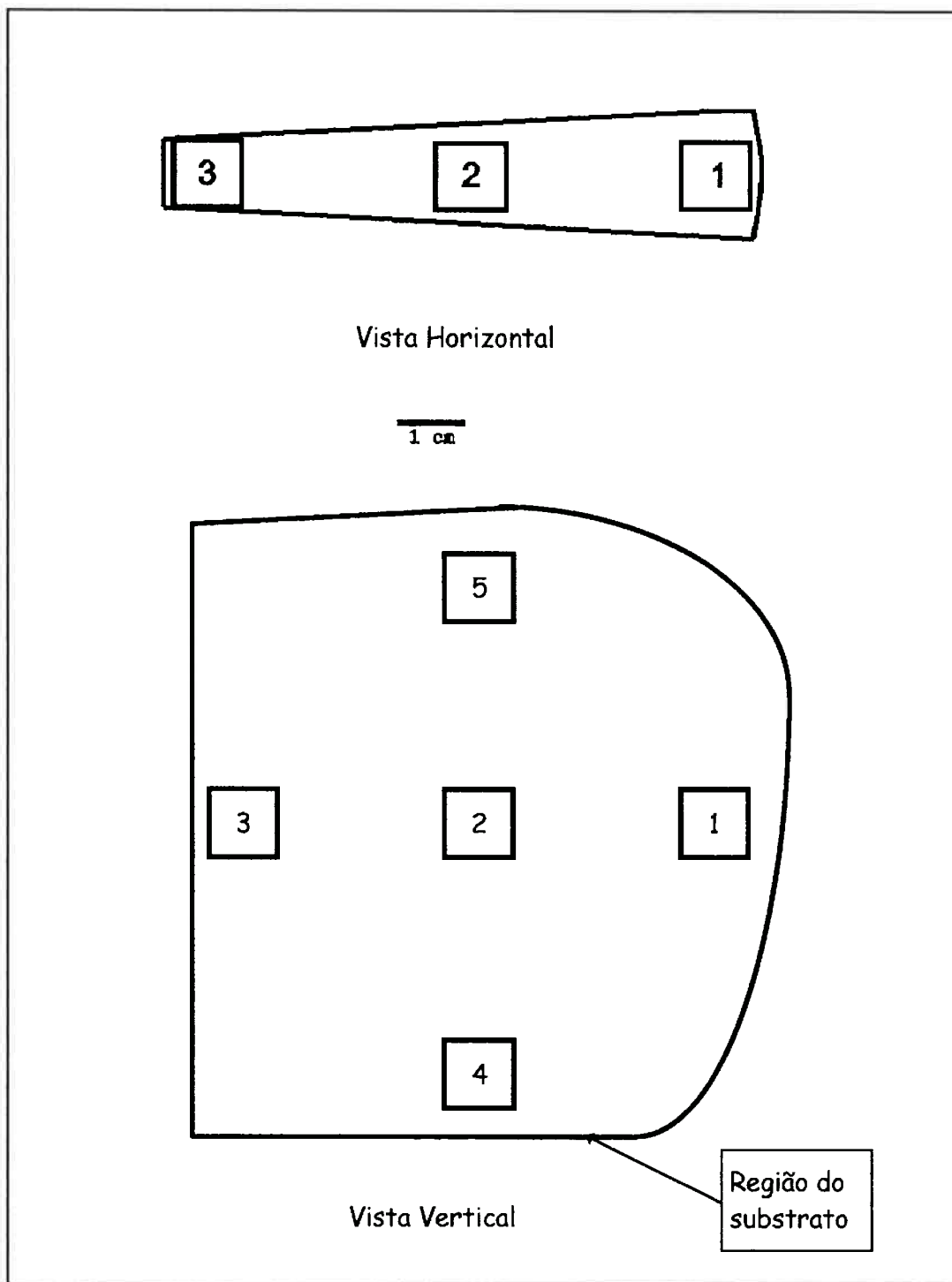
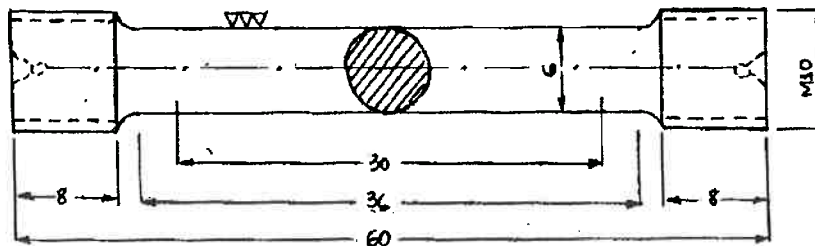


Figura 7-4 — Localização das amostras metalográficas no pré-formado.  
Amostra B (Al-Si-Cu).

Quanto a caracterização mecânica, foram usinados corpos de prova (cp) para a execução de ensaios mecânicos de tração e flexão.

Para efetuar o ensaio de tração foram fabricados corpos de prova cilíndricos, com cabeça com rosca, conforme norma DIN 50125 [17], como o esquematizado na figura 7-5.



Corpo de prova redondo, com cabeça com rosca. Diâmetro interno da rosca = 7,77

Figura 7-5 – Corpo de prova (AA 7075) – unidade: mm.

Na figura 7-6 é mostrado um corpo de prova cilíndrico para realização de ensaio de flexão, seguindo dimensões descritas na norma ASTM F417-78 [18].

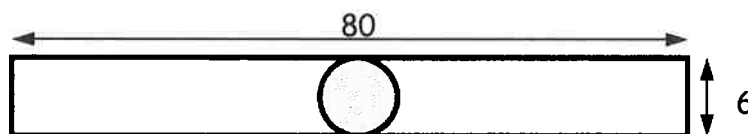


Figura 7-6 – Corpo de prova (Al-Si-Cu) - unidade: mm.

Na figura 7-7 pode-se observar a vista superior de cada pré-formado, ilustrando a região de onde foram retirados cada corpo de prova, sendo que os corpos de prova.

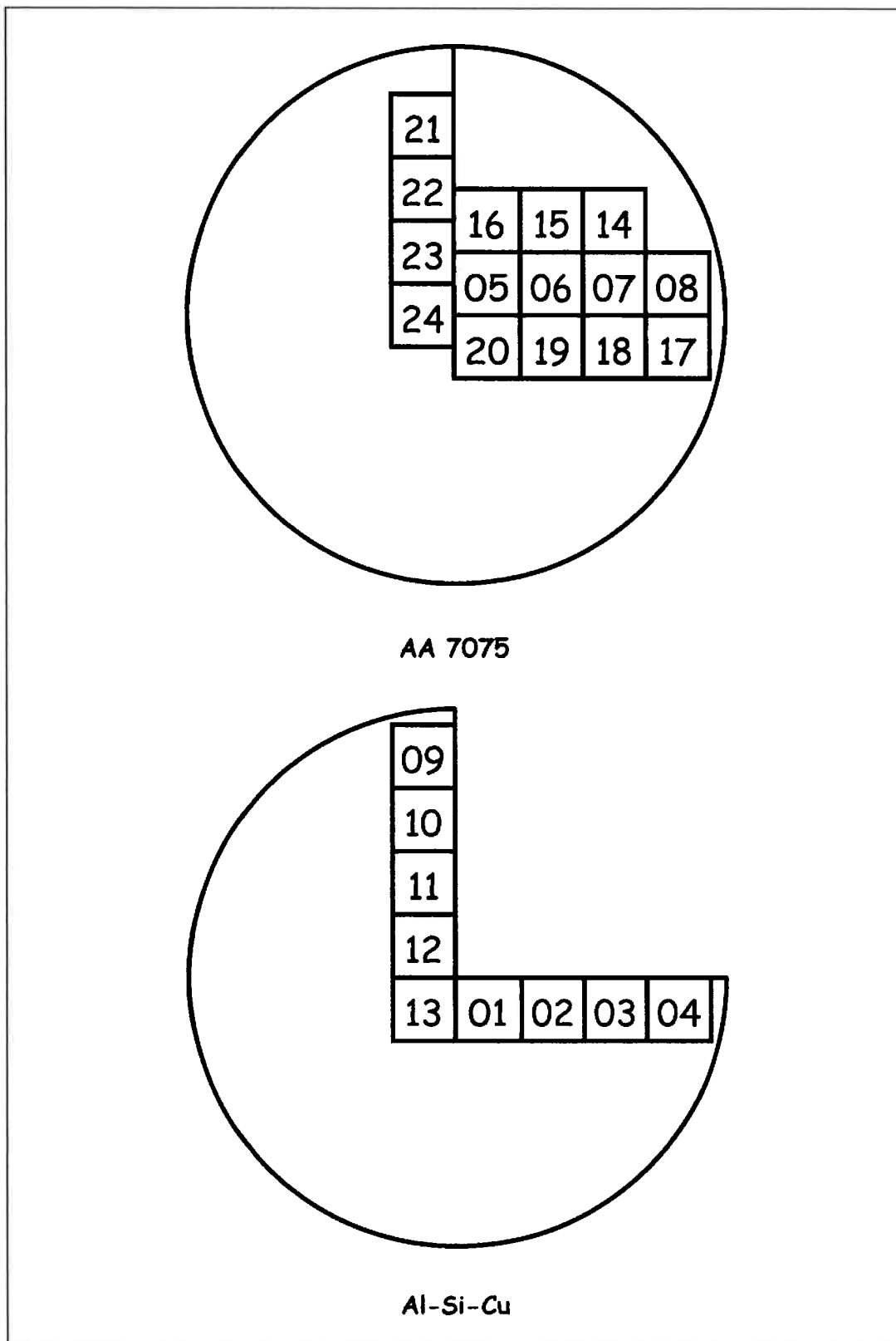


Figura 7-7 — Localização dos corpos de prova no pré-formado (vista superior).

### 7.3 PRENSAGEM ISOSTÁTICA A QUENTE (HIP)

A prensagem isostática a quente (HIP)<sup>[19,20]</sup> é um processo que expõe um componente a elevadas temperatura e pressão isostática, dentro de uma autoclave. O gás de pressurização utilizado foi o argônio.

A HIP é normalmente utilizada em ligas de alumínio para reduzir a porosidade podendo, portanto, diminuir a dispersão nas suas propriedades mecânicas.

Os corpos de prova passaram por HIP a temperatura de 500 °C e pressão de 180 MPa, por 100 minutos. Uma curva característica de pressão e temperatura em função do tempo resultante da HIP é mostrada na figura 7-8.

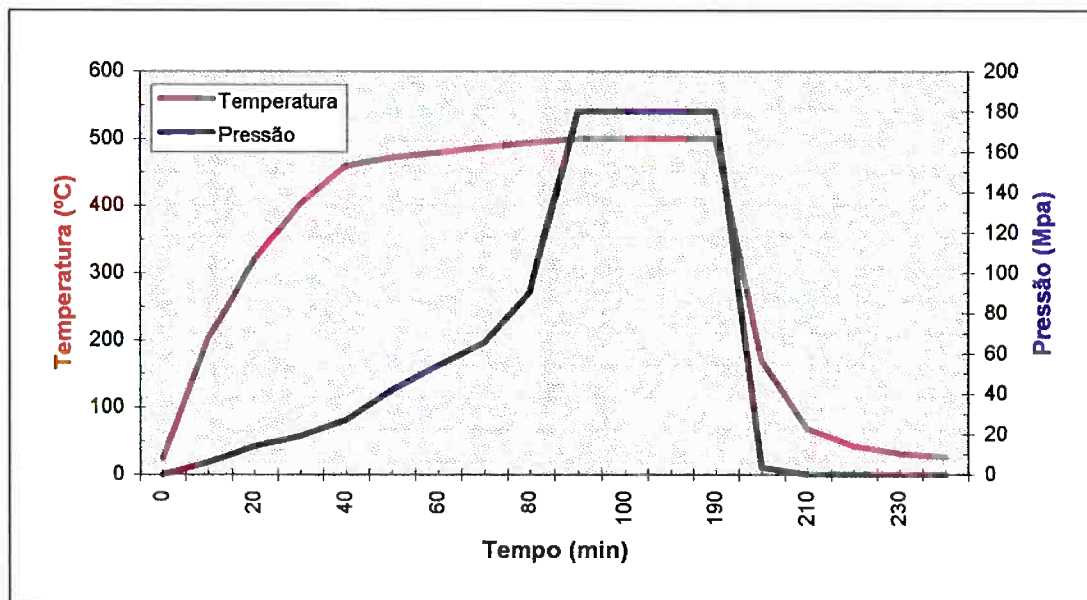


Figura 7-8 — Curva característica da prensagem isostática a quente usada.

## 7.4 TRATAMENTO TÉRMICO (TT)

Os tratamentos térmicos aqui estudados visaram aumento da resistência mecânica e da ductilidade do material em questão. A simbologia adotada no presente trabalho referente às condições e tratamentos térmicos são descritas na tabela 7-1.

Tipo	Descrição
F	como fabricado
O	recozido
T4	envelhecimento a temperatura ambiente
T6	solubilização seguida por envelhecimento
T7	solubilização e estabilização
Tx51	aplicado a barras e tubos extrudados, sem reforço posterior ao alongamento

Tabela 7-1 – Condições e tratamentos térmicos.

### 7.4.1 Al-Si-Cu

As ligas de alumínio-silício contendo adições de cobre podem ser tratadas a quente e envelhecidas dependendo do nível de resistência desejada. Tratamentos comumente adotadas<sup>[10,11]</sup> são T4 (envelhecimento a temperatura ambiente) e T6 (solubilização seguida por envelhecimento).

O tratamento T6 engloba:

- **Solubilização:** tratamento em temperaturas na faixa de 480 a 540 °C são utilizadas para atingir um aumento de ductilidade em ligas dos sistemas binário Al-Si e ternário Al-Si-X. Esse tratamento térmico aproxima as partículas primárias de silício para uma forma arredondada, reduzindo assim a tendência de início de trincamento em cantos vivos (concentração de tensão).

- Envelhecimento: aplicado para melhorar a resistência e a estabilidade térmica. Este estágio de tratamento diverge na literatura onde foram encontradas diferentes propostas :
  - 1.) Tratamento em temperaturas na faixa de 205 a 260 °C <sup>[10]</sup>; ou
  - 2.) Temperatura ambiente por 4 dias e depois mais 10 horas a 120 °C <sup>[11]</sup>; ou ainda
  - 3.) 122 °C por 24 horas e depois 153 °C por 10 horas<sup>[21]</sup>, este tratamento foi descrito para a liga AA 7075, porém foi adotado também para a liga Al-Si-Cu neste trabalho.

#### 7.4.2 AA 7075

A liga AA 7075 também pode ser tratada a quente e envelhecida conforme propriedades desejadas. Os tratamentos térmicos comumente descritos na literatura<sup>[11,15,21]</sup> são os do tipo T6 e T7, normalmente seguidos por extrusão ou HIP.

O tratamento adotado para esta liga consiste de:

- Solubilização: 483 °C por 1 hora;
- Envelhecimento: 122 °C por 24 horas e depois 153 °C por 10 horas.

### 7.5 MICROSCOPIA ÓPTICA

Por microscopia óptica (MO), determinou-se a quantidade e distribuição da porosidade no pré-formado. A porosidade está caracterizada em termos da sua fração em área, quantidade, tamanho e distribuição de poros. Uma análise preliminar das fases presentes, em termos da coloração, tipo, forma e fração em área, pode ser realizada através de contraste de diferença de interferência de fases (DIC). Ainda por microscopia óptica sob luz polarizada pode-se observar, após anodização, os grãos desses materiais e, posteriormente, medi-los.

### 7.5.1 Lixamento e Polimento

As amostras foram primeiramente embutidas em baquelite ou resina. Passaram então por lixas de 320, 400, 600 e 1200 grana, sendo subseqüentemente polidas com pasta de diamante de 6, 3 e 1  $\mu\text{m}$ . O acabamento final foi realizado com uma suspensão de sílica coloidal 0,25  $\mu\text{m}$ , em uma politriz automática.

Tal procedimento revelou uma superfície lisa, isenta de riscos, possibilitando assim estudar-se a porosidade e, posteriormente, a microestrutura não modificadas por ataques químicos.

### 7.5.2 Porosidade

#### *7.5.2.1 Analisador de Imagens*

Utilizando-se um analisador de imagens acoplado a um microscópio óptico (MO) começou-se a estudar a porosidade dessas ligas.

Para a detecção da porosidade, tornou-se necessário desenvolver uma rotina a fim de que o programa<sup>[22]</sup> do analisador de imagens pudesse identificar as áreas de interesse na imagem capturada, isto é, os poros em questão. A rotina desenvolvida realiza a detecção de poros por diferença de cores, ou melhor, por tons de cinza.

A rotina desenvolvida é capaz de determinar a quantidade de poros; a área, a fração de área e a porcentagem de área ocupada pelos poros; determinar a área ocupada por cada poro e seu diâmetro equivalente<sup>[22]</sup>. É capaz ainda de construir seus respectivos histogramas, sendo que todos os dados são tratados estatisticamente. A rotina desenvolvida está descrita no anexo I.

### *7.5.2.2 Contagem manual*

O programa usado apresentou excelente desempenho durante análise das 5 amostras da liga Al-Si-Cu, contudo, não foi possível sua utilização para análise das amostras da liga AA 7075, uma vez que havia detecção de uma fase escura como porosidade.

Para as 5 amostras da liga AA 7075 foram realizadas contagens manuais com o auxílio de uma grade. Tal procedimento<sup>[23]</sup> consiste em contar a quantidade de poros que coincidem com os cruzamentos do reticulado. Este número, dividido pela quantidade total de cruzamentos e multiplicado por cem, resulta na porosidade média na região em questão.

### *7.5.3 Contraste de Diferença de Interferência de Fases (DIC)*

Para melhor visualização das fases presentes nos materiais, as amostras foram novamente observadas, mas neste caso com a utilização de uma lente especial, que revela um contraste de diferença de interferência de fases (DIC). Como resultado, é possível observar-se, com luz polarizada, uma microestrutura colorida no MO.

### *7.5.4 Anodização*

O processo de anodização é utilizado para revelação de grãos das ligas de alumínio; a revelação é marcada por uma coloração característica dos grãos quando observados com luz polarizada em MO.

O processo utilizou um reagente composto por uma solução de 25 ml de  $\text{HBF}_4$  + 1000 ml de água. A anodização das amostras com seção média em torno de  $100 \text{ mm}^2$  foi realizada em equipamento específico, ao qual aplicou-se os seguintes parâmetros: tensão de 20 V e tempo de 80 s<sup>[24]</sup>.

## 7.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A microscopia eletrônica de varredura (MEV), quando comparada a microscopia óptica, apresenta maior resolução, além de possibilitar a observação de relevo em foco (profundidade).

No MEV, os materiais foram caracterizados em termos da composição química das fases observáveis — por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) — e das superfícies de fratura de corpos de prova. Todas as amostras sofreram recobrimento de carbono ou, em alguns casos, de ouro, para melhorar o contraste.

## 7.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS

A caracterização mecânica foi realizada por ensaios de tração e flexão e por medidas de dureza. Os resultados dos ensaios de tração são apresentados na forma de limite de escoamento a 0,2% de deformação (LE), limite de resistência (LR), alongamento (A) e estrição ( $\psi$ ). Um breve discussão sobre cada ensaio é feita nos sub-itens seguintes.

### 7.7.1 Ensaio de Tração

O ensaio de tração consiste na aplicação de uma carga no corpo de prova e medida da deformação em uma máquina de ensaios mecânicos. Deste ensaio é obtida uma curva tensão x deformação convencional, como a exemplificada na figura 7-9, que pode ser interpretada com o auxílio do formulário constante no anexo II.

Uma vez que foram utilizados uma máquina universal e papel registrador, as equações do anexo II são necessárias, portanto, para obtenção dos resultados na forma de LE, LR, A e  $\psi$ .

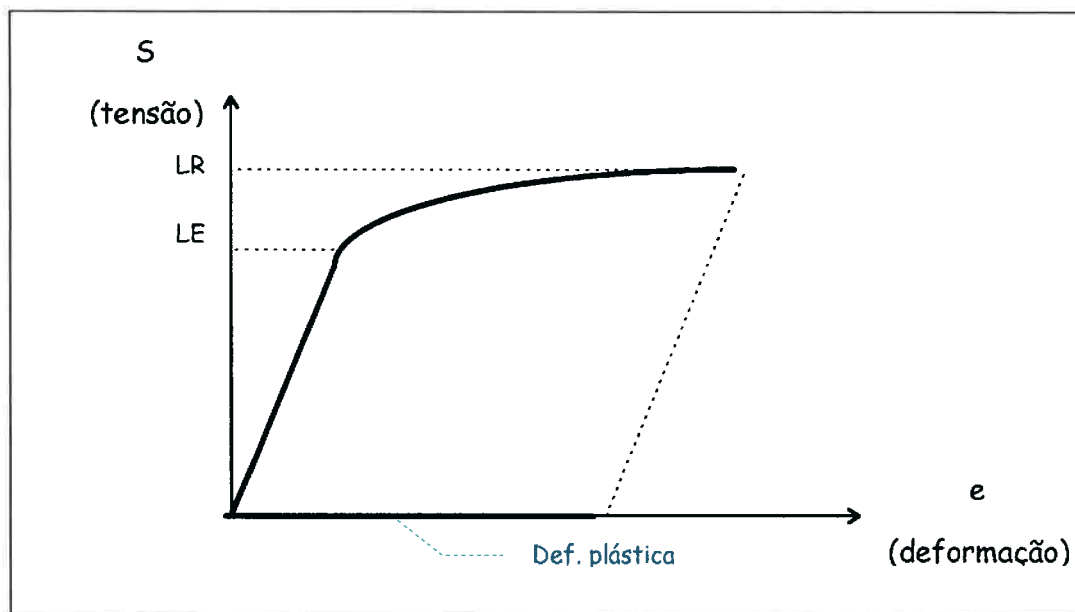


Figura 7-9 – Curva característica tensão-deformação simplificada.

### 7.7.2 Dureza

Adotou-se, neste trabalho, medidas de dureza Brinell. A medição foi realizada em um durômetro na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Os parâmetros iniciais adotados no equipamento foram: esfera de aço de 2,5 mm de diâmetro; carga de 62,5 kg; pré-carga de 10 kg.

A dureza é medida pelo diâmetro da impressão resultante do ensaio. Com esta medida, os parâmetros iniciais supracitados e o formulário constante no anexo III, determinou-se a dureza Brinell para cada amostra. Para cada amostra foram realizadas várias medidas e, então, calculada uma média.

## **8. DISCUSSÃO E RESULTADOS**

Antes de serem apresentados os resultados é importante mencionar novamente que a letra **A** indica a liga AA 7075, enquanto que a liga Al-Si-Cu é representada pela letra **B**.

### **8.1 PROPRIEDADES MECÂNICAS**

#### **8.1.1 Ensaio de Tração**

##### ***8.1.1.1 AA 7075***

Diversos artigos encontrados na literatura<sup>[11,15,16,21]</sup> permitem ilustrar alguns resultados esperados para as propriedades mecânicas desta liga.

Foram obtidos dados para o material produzido tanto por rotas convencionais de fundição (**IM**), como por conformação por "spray" (**OM**); para diversos tratamentos térmicos e condições prévias ao ensaio. As propriedades mecânicas encontradas na literatura serão mostradas na forma de tabelas.

Na tabela 8-1 são lustradas algumas propriedades para diferentes tratamentos térmicos da liga fabricada via **IM**, na tabela 8-2, para diferentes tratamentos térmicos da liga produzida via **OM**; e na tabela 8-3, para diferentes tratamentos térmicos e mecânicos da liga via **OM**.

Trat. Térmico	LE (MPa)	LR (MPa)	A (%)
O	103	228	17
T6,T651	503	572	11
T73	434	503	-

Tabela 8-1— Propriedades mecânicas da liga AA 7075 (IM) <sup>[15]</sup>

Trat. Térmico	LE (MPa)	LR (MPa)	A (%)
T651 L	572	617	10,5
T651 T	516	566	9,1
T7351 L	458	529	11,7
T7351 T	417	489	11,0

Tabela 8-2— Propriedades mecânicas da liga AA 7075 (OM) <sup>[16]</sup>

Condição	LE (MPa)	LR (MPa)	A (%)
Extrudado	292	426	19,0
Extrudado	294	443	18,6
Extrudado e envelhecido	498	592	15,3
Extrudado e envelhecido	456	530	14,3

Tabela 8-3— Propriedades mecânicas da liga AA 7075 (OM) <sup>[21]</sup>

As figuras 8-1 e 8-2 ilustram curvas do tipo carga por deformação obtidas pelo ensaio de tração. Essas figuras caracterizam o comportamento do material quando sujeito a esforços de tração e é através delas e com as fórmulas

apresentadas no anexo II que se pode apresentar os resultados na forma de LE, LR, A e  $\Psi$ .

A figura 8-1 esquematiza o ensaio de um corpo de prova na condição como recebida, curva semelhante é obtida para o material após tratamento térmico, onde a diferença se dá pela carga necessária para o material escoar (maior na tratada termicamente se comparada ao do como recebido).

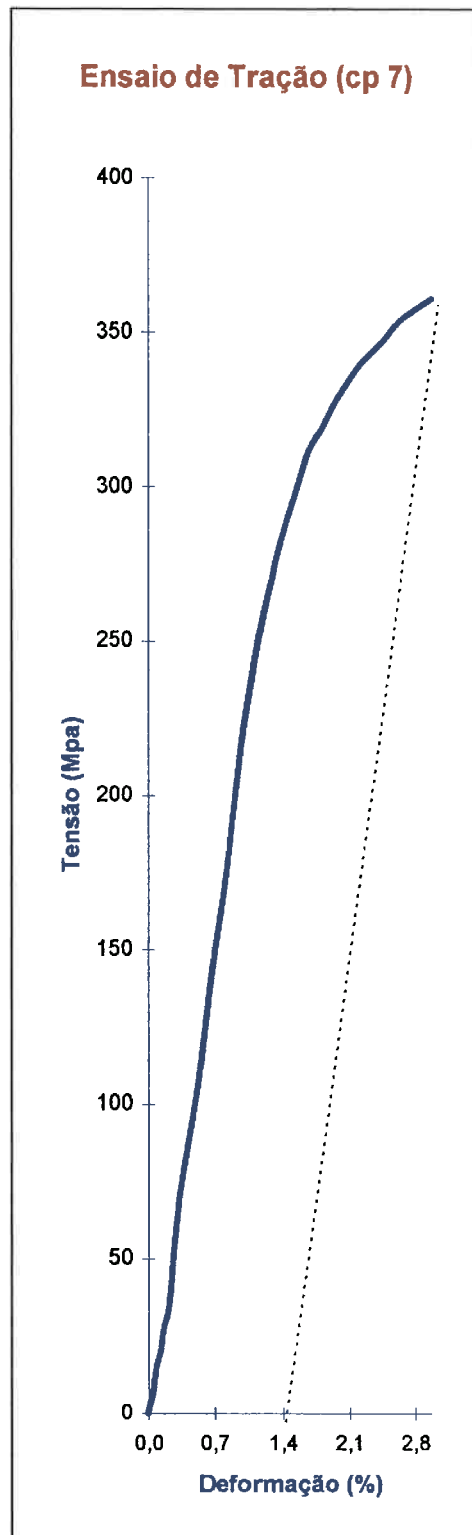
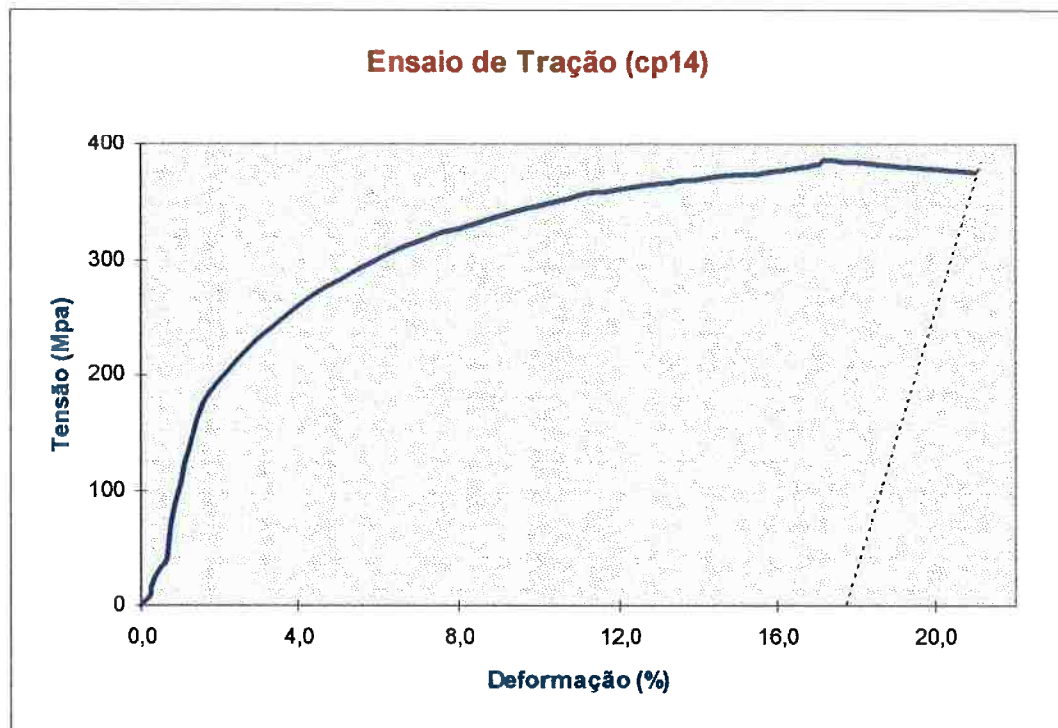


Figura 8-1 — Curva característica resultante do ensaio de tração (AA 7075 - CR).

A figura 8-2 mostra o comportamento da liga após HIP. Pode-se observar claramente um aumento de alongamento que a liga nesta condição sofre.



**Figura 8-2 — Curva característica resultante do ensaio de tração para a liga AA 7075 (HIP)**

Os resultados do ensaio de tração são mostrados na tabela 8-4. Os tratamentos aos quais os corpos de prova foram submetidos antes do ensaio foram: prensagem isostática a quente (HIP) e solubilização seguido de envelhecimento (TT); os corpos de prova ensaiados na condição do material como recebidos são abreviados por (CR). Todos os ensaios de tração foram realizadas à temperatura ambiente.

Condição	LE (MPa)	LR (MPa)	A (%)	$\psi$ (%)
CR	305	363	1,3	2,7
HIP	179	368	22,6	22,4
TT	483	503	2,1	4,0

**Tabela 8-4 — Propriedades Mecânicas (AA 7075).**

Da tabela 8-4 nota-se que a liga AA 7075, no estado como recebido (cp 5 e 7) apresentou LE e LR satisfatórios uma vez que, sem passar por nenhuma forma de

conformação mecânica adicional — que é normalmente utilizada para elevar essas propriedades do material através do fechamento de poros e por encruamento — atingiu valores próximos ao do material extrudado (tab 8-3), atingindo também valores superiores ao do material recozido obtido via IM (tab 8-1).

Tanto o alongamento como a estrição, entretanto, apresentaram valores muito baixos, demonstrando que o material possui ductilidade muito baixa. A baixa ductilidade está associada à porosidade intrínseca ao material conformado por "spray"; isto é notado observando-se o comportamento do material prensado isostaticamente a quente com relação ao material como recebido — ver tab. 8-4.

O tratamento por HIP diminui as perdas de alongamento e resistência ao impacto em função do aumento de tamanho de grão. De particular interesse, a resistência mecânica se mantém constante, indiferente ao crescimento de grão. <sup>[19,20]</sup>

A HIP revelou-se então uma excelente etapa responsável pelo aumento de ductilidade associado ao fechamento de poros. A HIP porém, por ocorrer a cerca de 500° C, causa um recozimento no corpo de prova, solubilizando as partículas de 2ª fase, ocasionando assim uma diminuição considerável do LE, por facilitar a movimentação de discordâncias. Constatou-se, entretanto, que não houve aumento do tamanho de grão, o que colaborou para a manutenção dos valores de LR.

Os corpos de prova submetidos a tratamento térmico apresentaram uma melhoria sensível nos LE e LR. Tal melhoria ocorre porque no envelhecimento tem-se uma maior dispersão de partículas de 2ª fase ao longo da matriz, somado ao fato destas partículas serem mais finas do que as encontradas no material como recebido (a comparação microestrutural é descrita em maiores detalhes no item 8.2.2). Quanto a ductilidade, praticamente não se observou melhoria, uma vez que alongamento e estrição aumentaram muito pouco.

### 8.1.1.2 Al-Si-Cu

Por se tratar de um liga experimental, não foram achados dados de propriedades mecânicas para a liga Al-Si-Cu; apenas a título de informação serão mostrados dados sobre ligas convencionais de composição aproximada à liga em questão.

A tabela 8-5 contém dados sobre a liga de alumínio 390.0, cuja composição em peso é 16-18 Si; 4-5 Cu; 0,5-1,3 Fe; 0,45-0,65 Mg; 0,1-0,5 Mn; restante Al, para a liga produzida por diferentes processos, depois de solubilizada a 470 ° por 1,5 horas e envelhecida a temperatura ambiente por 4 dias seguido por mais 24 horas a 120 °C.

Processo de Fabricação	LR (MPa) na T <sub>AMB</sub>	LR (MPa) a 200 °C
OM	360	195
MP	430	170
IM	140	105

Tabela 8-5 — Propriedades mecânicas da liga 390.0 solubilizada e envelhecida.

[11]

Nesse mesmo artigo<sup>[11]</sup> é informado ainda que a ductilidade, devido à menor dispersão de silício, é superior nas ligas produzidas via MP se comparada às ligas via OM. Pela MP atingiu-se ductilidade de aproximadamente 5 e 50 % na temperatura ambiente e a 200 °C, respectivamente, enquanto que pela OM obteve-se ao redor de 3 e 22 %. Quanto a resistência ao desgaste mostraram desempenhos semelhantes.

A figura 8-3 esquematiza uma curva carga por deformação obtida por ensaio de tração de um corpo de prova na condição como recebida.

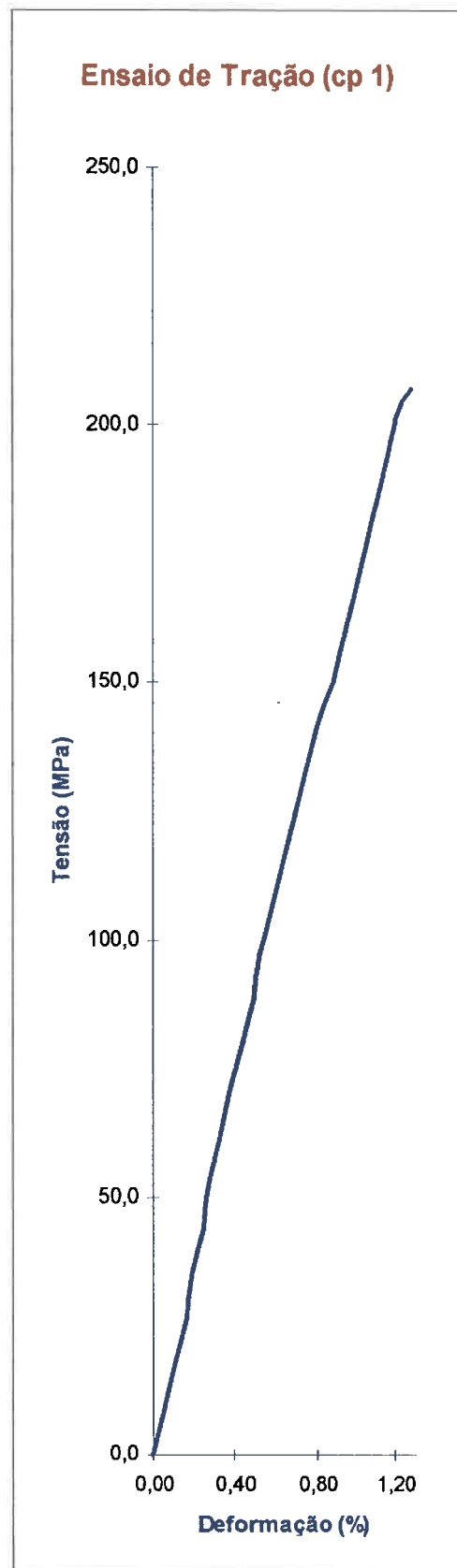


Figura 8-3 — Curva característica resultante do ensaio de tração para a liga Al-Si-Cu (CR).

Os resultados do ensaio de tração são mostrados na tabela 8-6. Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio na condição do material como recebido, prensado isostaticamente e tratado termicamente, sendo todos os ensaios realizadas à temperatura ambiente.

CP	Condição	LE (MPa)	LR (MPa)	A <sub>CP</sub> (%)	ψ (%)
1	CR	207	207	1,1	2,0
3	CR	210	210	-	-

Tabela 8-6 — Propriedades mecânicas (Al-Si-Cu).

Observou-se uma grande fragilidade do material sendo que os corpos de prova quebraram praticamente ao atingir o LE a 0,2% de deformação; excluída uma única exceção, os corpos de prova quando submetidos à tração, quebraram na região da rosca, onde não se esperava a ocorrência da fratura uma vez que nessa região a seção é maior. Tal problema foi atribuída a alta fragilidade desse material, além de possíveis falhas — micro-entalhes — na região da rosca durante a fabricação do corpo de prova.

Pelo ensaio de tração não foi possível medir as propriedades mecânicas dessa liga. Uma alternativa em estudo para determinar tais propriedades é o ensaio de flexão. Apesar da conclusão deste trabalho de formatura, o projeto de pesquisa terá prosseguimento e o ensaio de flexão será oportunamente concluído.

Uma alternativa para a análise da resistência da liga Al-Si-Cu é pela medida de dureza, uma vez que a dureza é uma medida indireta, mas indicativa do comportamento do LR. Desta forma é possível prever-se o comportamento do LR pelos resultados de dureza. Os resultados para ensaio de dureza estão apresentados no item 8.1.3.

### 8.1.2 Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão será desenvolvido somente para a liga Al-Si-Cu como uma alternativa ao ensaio de tração, objetivando determinar as propriedades mecânicas em questão.

Não foi possível apresentar nenhum resultado uma vez que os corpos de prova para este ensaio ainda estavam sendo preparados.

### 8.1.3 Dureza

A tabela 8-7 mostra o resultado do ensaio de dureza Brinell de cada material nas condições como recebido, prensado isostaticamente a quente e tratado termicamente. Essa tabela ilustra uma média obtida através das várias medidas realizadas em cada condição.

Condição	Al-Si-Cu	AA 7075
CR	105 ± 8	117 ± 8
HIP	131 ± 8	112 ± 8
TT	158 ± 8	170 ± 8

Tabela 8-7 — Resultados do ensaio de dureza Brinell. [HB]

#### 8.1.3.1 AA 7075

A liga AA 7075 trata-se de uma liga endurecível por precipitação, assim, era de se esperar que após o envelhecimento (TT) ter-se-ia um aumento de dureza devido ao maior número de partículas de 2ª fase na matriz (mais finas e mais dispersas), ao passo que, após HIP, era esperada uma queda de dureza devido à solubilização dessas partículas (durante a HIP atingiu-se temperaturas da ordem de 500 °C).

De fato, na condição como recebido o material atingiu dureza de 117 HB, enquanto que após tratamento térmico alcançou dureza superior, de 170 HB — próximo ao encontrado na literatura de cerca de 147 HB <sup>[25]</sup>. Após a HIP, entretanto, não houve uma queda considerável de dureza, atingindo-se 112 HB, permanecendo-se assim próximo ao valor de dureza do material como recebido.

### 8.1.3.2 Al-Si-Cu

Raciocínio análogo ao do item anterior é aplicado nesta liga. Assim sendo, a dureza está correlacionada com a microestrutura, isto é, com solubilização ou precipitação.

Observou-se um aumento crescente de dureza da liga na condição como recebida, prensada isostaticamente a quente e tratada, respectivamente.

O aumento de dureza no material prensado (HIP) pode ter ocorrido devido ao aumento no número de partículas claras precipitadas ao longo da matriz (ver quadro de distribuição de partículas de 2ª fase no item 8.2.2). No material tratado termicamente, o aumento de dureza é também atribuído ao aumento de partículas de 2ª fase, estas porém, mais finas e dispersas, não sendo observáveis por microscopia óptica. Este último caso poderá ser melhor analisado e explicado após microscopia eletrônica de transmissão.

## 8.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

### 8.2.1 *Microestrutura*

#### 8.2.1.1 *Composição Química*

Uma análise semiquantitativa pela técnica de fluorescência de raios-X determinou a composição química dos materiais em estudo e os resultados podem ser observados na tabela 8-8.

Elementos	Zn	Mg	Cu	Fe	Cr	Si	Ti	Mn	Ni	P	Al
Material	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
AA 7075 nominal	5,1 - 6,1	2,1 - 2,9	1,2 - 2,0	0,50 max	0,18 - 0,28	0,40 max	0,20 max	0,30 max	0,05 max	0,05 max	balanço
AA 7075 deste trabalho	5,9	2,2	1,4	0,26	0,26	0,24	0,21	0,07	0,01	0,007	balanço
Al-Si-Cu deste trabalho	0,01	0,003	5,7	0,19	0,003	40,5	0,01	0,002	0,007	0,01	balanço

Tabela 8-8 – Composição Química (% em peso).

Por se tratar de uma liga comercial, existe restrições quanto à composição química da liga AA 7075. Uma comparação entre a composição nominal estabelecida comercialmente e a composição medida (tab. 8-8) mostra que a liga AA 7075 está dentro da norma.

Quanto a liga Al-Si-Cu observou-se que a composição nominal fornecida pelo fabricante não condiz com o medido, uma vez que o teor de silício é muito superior ao especificado. O silício medido na amostra retirada do material é de 40,5% contra os 25% especificado pelo fabricante. Uma análise de EDS realizada em campo aberto no MEV mediu 33 % de silício. Outro cálculo foi medir as fases que contêm silício em termos de porcentagem em área e transformá-la em porcentagem em peso. Esse cálculo também indicou maior proximidade para o valor de 40,5 % de Si.

### 8.2.1.2 Microscopia Óptica

As figuras 8-4-1 e 8-4-2 exemplificam as micrografias obtidas dos materiais na forma como recebidos.

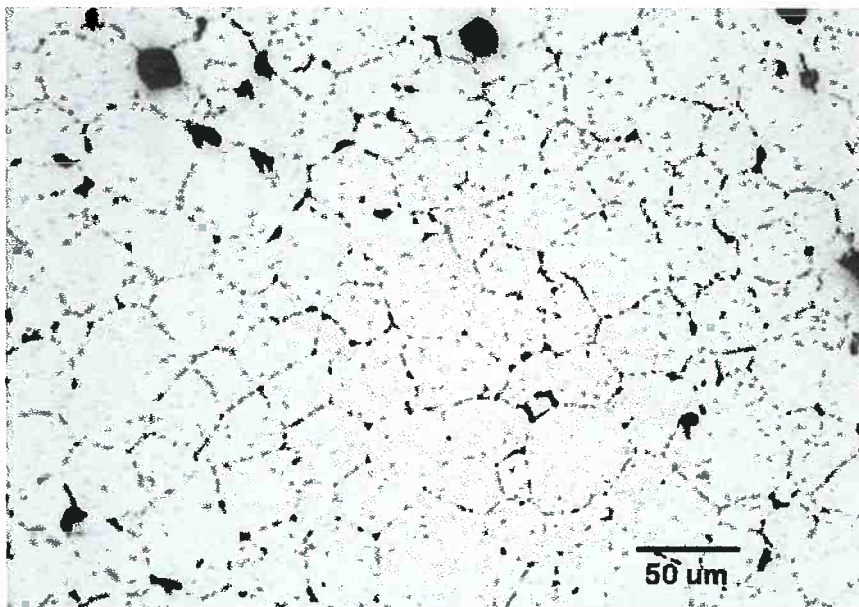


Figura 8-4-1 — Micrografia da estrutura da liga AA 7075 (MO).

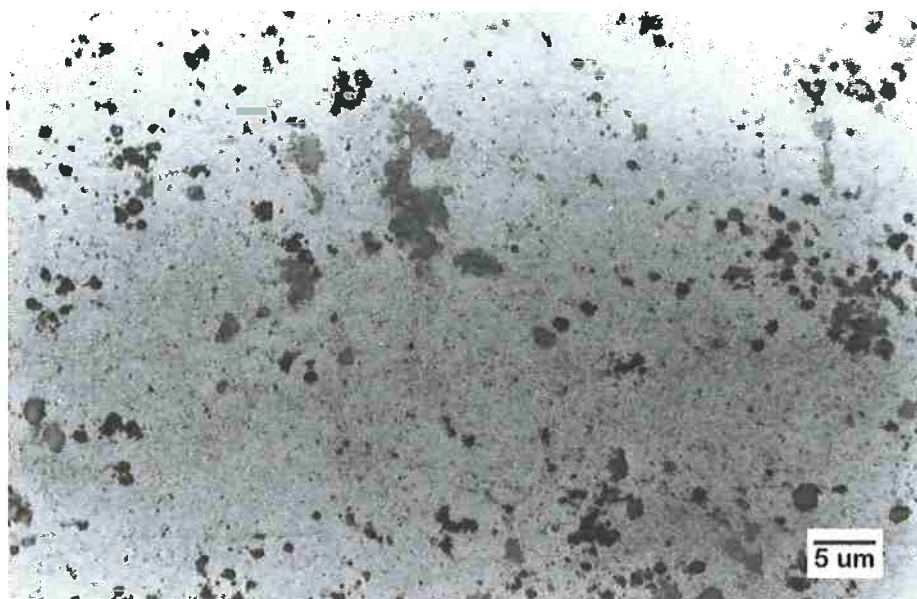


Figura 8-4-2 — Micrografia da estrutura da liga AA 7075 (MO).

Observando-se a micrografia da figura 8-4-2, pode-se distinguir duas partículas de 2ª fase — uma clara e outra escura — da matriz. Uma vez que se tratam de partículas muito finas, não foi possível determinar a composição química delas pelo MEV. Eles serão posteriormente determinados por microscopia eletrônica de transmissão (MET).

Algumas tentativas de medir a porcentagem das partículas de 2ª fase foram realizadas. A medida referente às partículas claras foram concluídas e encontram-se descritas na tabela 8-10 do item 8.2.2; as partículas escuras, entretanto, não puderam ser medidas no analisador de imagens uma vez que elas confundiam-se facilmente com os "pits" de corrosão existentes no material.

A grande quantidade de partículas de 2ª fase finas presentes na matriz, sobretudo na região do contorno de grão — figura 8-4-1 — tornou possível observar com clareza os grãos desta liga sem nenhuma forma de ataque ou polimento especial. Uma melhor observação desses grãos, pode ser vista no item 8.2.1.5, onde esta liga é mostrada após anodização, revelando os grãos com cores diferentes.

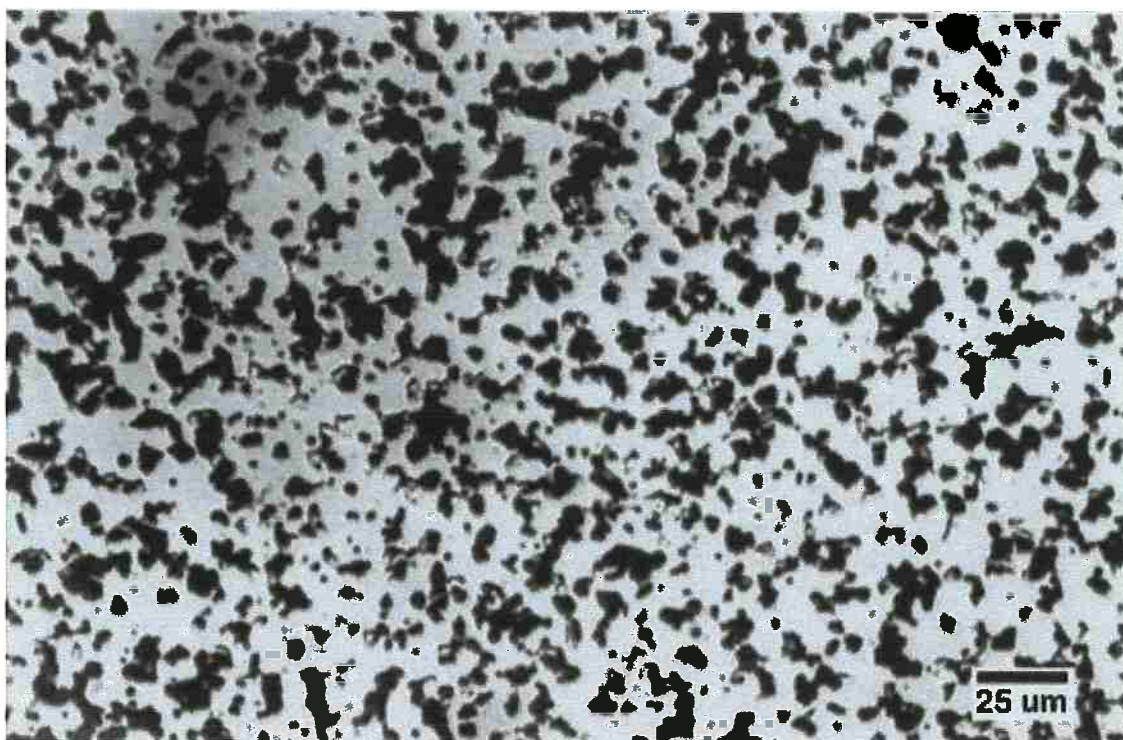
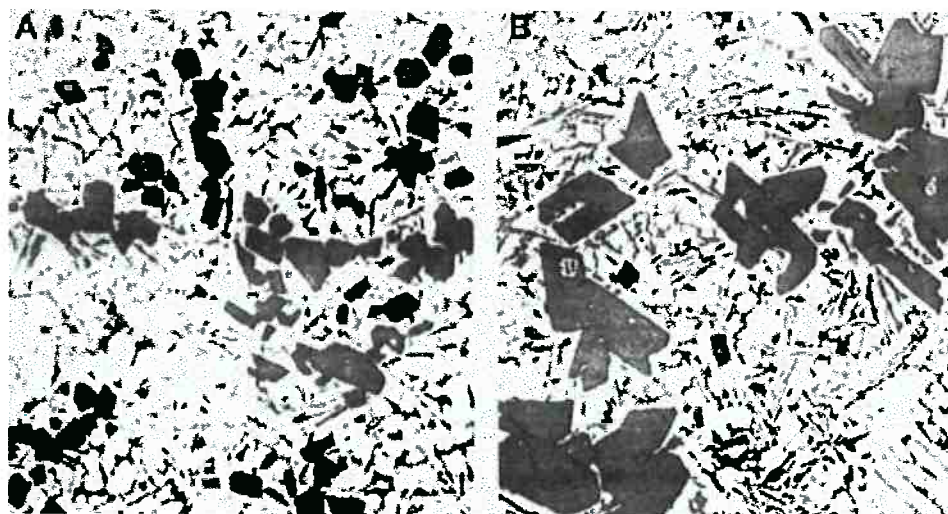


Figura 8-5 — Micrografia da estrutura da liga Al-Si-Cu (MO).

A micrografia da liga Al-Si-Cu ilustrada na figura 8-5 revela uma microestrutura muito fina, composta também por três fases: a matriz e as partículas de 2ª fase clara e escura.

Da figura 8-5, nota-se ainda uma distribuição homogênea das fases presentes na matriz. Esse grau de homogeneidade é de difícil obtenção para elevados teores de silício, sendo que nenhum método de fundição convencional conseguiu ainda atingir esse nível de homogeneidade.



**Figura 8-6 — Micrografia da liga comercial A390. (250x) <sup>[9]</sup>  
(a) refinada com fósforo e (b) não refinada.**

Tal comparação pode ser efetuada quando observada a figura 8-6 <sup>[9]</sup>, onde são mostradas duas micrografias da liga 390, cujo teor de silício está entre 16 e 18 %. Nota-se que, apesar de um teor inferior de silício a liga apresentou uma estrutura muito grosseira quando comparada a obtida pela conformação por "spray". Mesmo quando refinada, a liga 390 ainda continua grosseira quando comparada a resultante da conformação por "spray".

A título de observação, a liga Al-Si-Cu foi fundida e então vazada, sem nenhum cuidado adicional quanto a refino de estrutura, apenas para ilustrar como ficaria sua estrutura quando obtida por processos convencionais de fundição sem refino. A figura 8-7 mostra o resultado desta experiência.

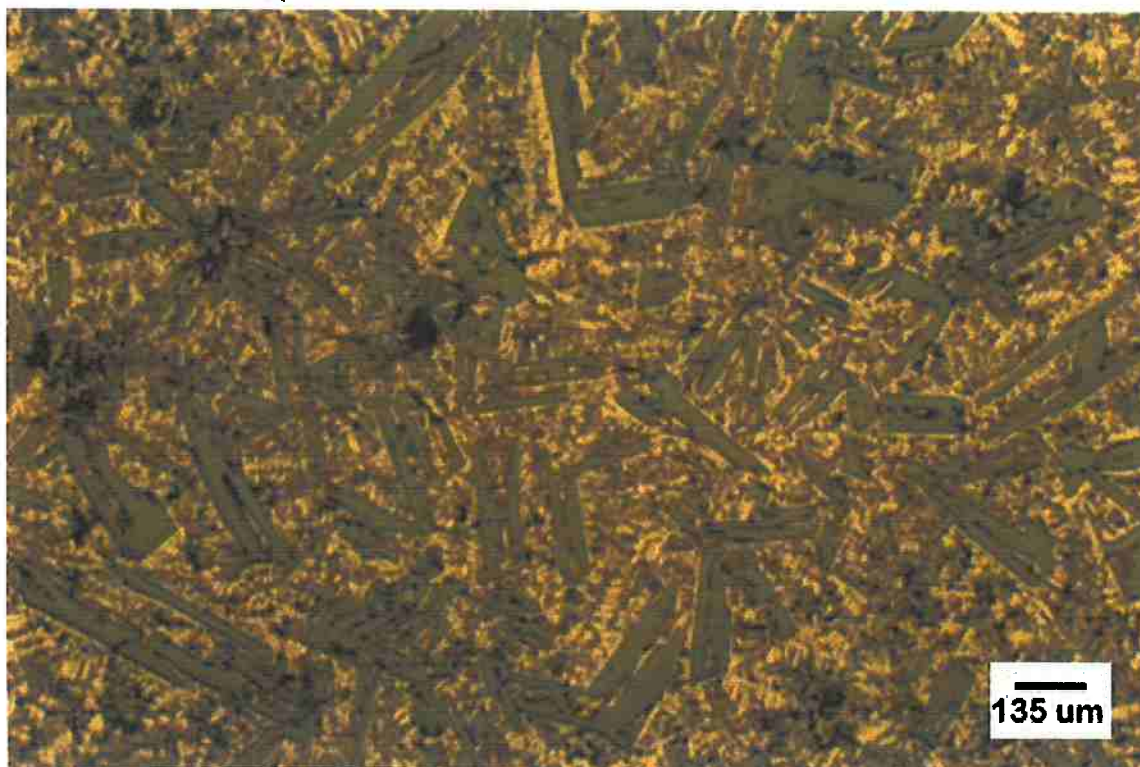


Figura 8-7 — Micrografia da liga Al-Si-Cu fundida.

### 8.2.1.3 Comparação Microestrutural

Para melhor comparar a diferença microestrutural existente entre a liga Al-Si-Cu fundida sem refinamento e a conformada por "spray", fez-se uma sobreposição de imagens (com as figuras 8-7 e 8-12) de maneira que na mesma foto é possível observar-se ambas as microestruturas na mesma escala, conforme mostrado nas figuras 8-8-1 e 8-8-2, para diferentes aumentos.



Figura 8-8-1 — Comparação microestrutural (IM x OM) da liga Al-Si-Cu.



Figura 8-8-2 — Comparação microestrutural (IM x OM) da liga Al-Si-Cu.

As figuras 8-8-1 e 8-8-2 revelam com clareza o contraste entre as microestruturas nos diferentes processos de produção, isto é, na conformação por "spray" atingiu-se uma microestrutura muito fina, homogênea e livre de segregações contrastando, em todos esses pontos, com a liga fundida.

#### *8.2.1.4 Contraste de Diferença de Interferência de Fase*

Algumas fotos foram retiradas utilizando-se contraste de diferença de interferência de fase para facilitar a observação das minúsculas partículas de 2ª fase existentes na matriz desses materiais. As figuras 8-9 e 8-10 possibilitam a observação desse efeito.

Assim como no item anterior, pode-se observar, na figura 8-9, três fases diferentes, onde duas fases encontram-se precipitadas na matriz. A diferenciação destas partículas é muito difícil devido a pequena área ocupada por elas; nota-se entretanto uma pequena diferença na coloração entre elas, sendo uma partículas de cor branca e outra amarela.



Figura 8-9 — Microestrutura da liga AA 7075 (DIC).

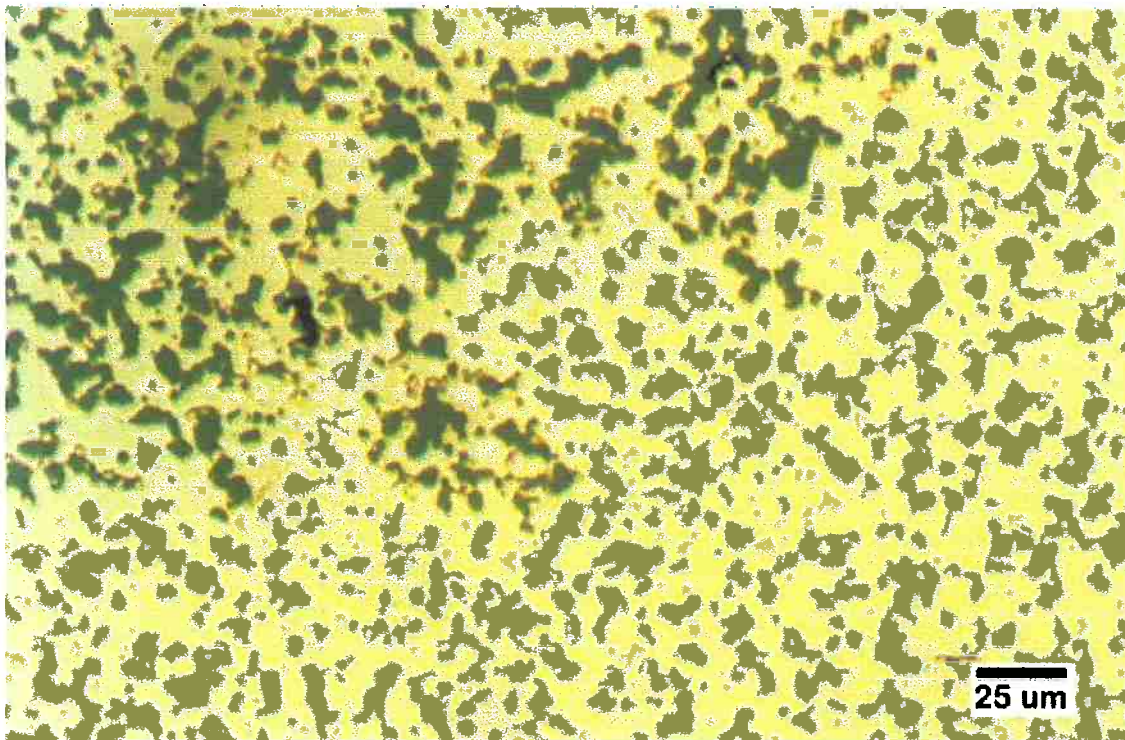


Figura 8-10 — Microestrutura da liga Al-Si-Cu (DIC).

A utilização de contraste de diferença de interferência de fase na liga Al-Si-Cu facilitou a observação das fases presentes pela diferença de cores. Assim,

observa-se na figura 8-10 a matriz amarela com partículas de coloração amarela escura e verde acinzentada.

#### 8.2.1.5 Anodização

As figuras 8-11 e 8-12 exemplificam o efeito da anodização na superfície polida dos materiais estudados.

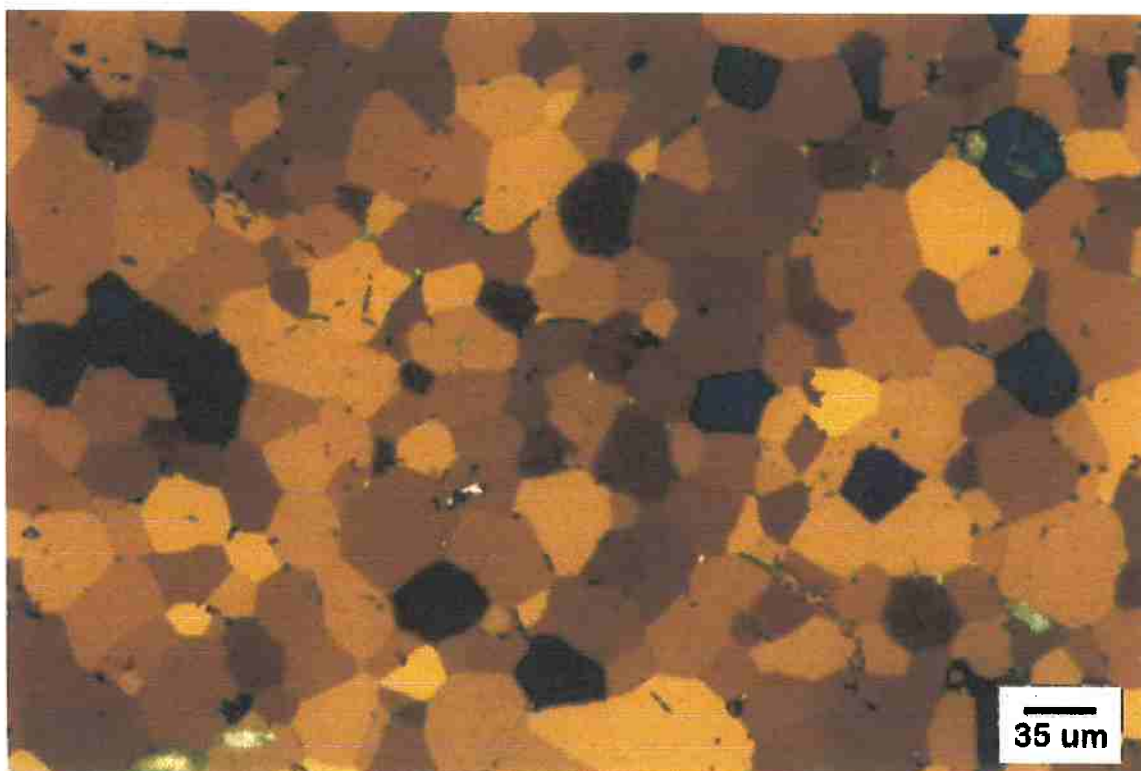


Figura 8-11 — Microestrutura anodizada da liga AA 7075.

A anodização tornou possível a observação dos grãos da liga AA 7075 com maior facilidade, dada a diferença de cores dos grãos, desta forma, foi mais fácil medir o tamanho dos grãos desta liga. Os resultados para tamanho de grão podem ser vistos no item 8.2.1.6.

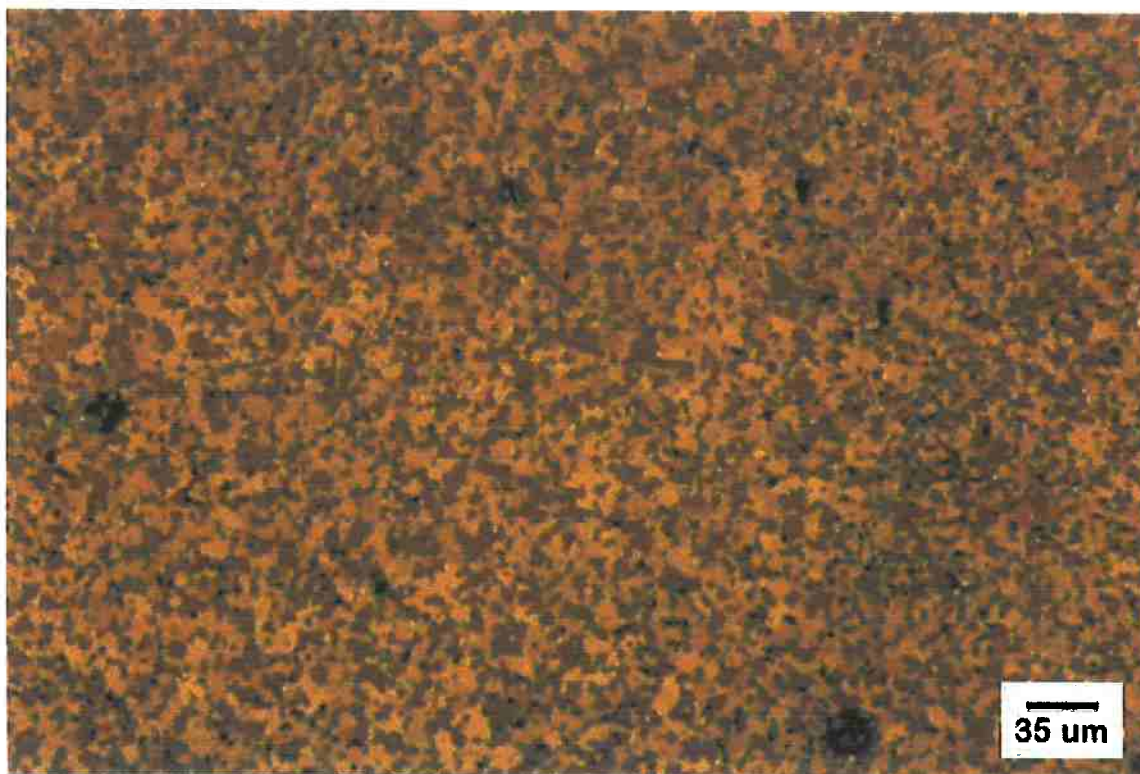


Figura 8-12 — Microestrutura anodizada da liga Al-Si-Cu.

A anodização não mostrou-se satisfatória para a liga Al-Si-Cu, uma vez que os grãos dessa liga são muito finos, dificultando a sua observação por microscopia óptica.

#### 8.2.1.6 Tamanho de Grão

Para medida do tamanho de grão<sup>[23]</sup> utilizou-se uma linha-teste circular sobre a imagem anodizada, o que facilitou a contagem dos pontos. O tamanho de grão é obtido aplicando-se a equação:

$$TG = \frac{L_T}{P \cdot M}$$

Onde, **TG** = tamanho de grão, **L<sub>T</sub>** = comprimento da linha-teste, **P** = número de intersecções com contornos de grão e **M** = magnitude de ampliação.

Tamanho de Grão ( $\mu\text{m}$ )	
CR	$26 \pm 1$
HIP	$26 \pm 3$
TT	$25 \pm 2$

Tabela 8-9 — Tamanho de grão (AA 7075).

A tabela 8-9 apresenta os valores de tamanho de grão para a liga AA 7075. Para a liga Al-Si-Cu o cálculo de tamanho de grão não foi realizado uma vez que seus grãos são tão pequenos que a observação por microscopia óptica fica impraticável.

#### 8.2.1.7 Microscopia Eletrônica de Varredura

As figuras de 8-13 a 8-18 representam as microestruturas observadas no MEV de ambas as ligas. As figuras de 8-19 a 8-24 mostram as fraturas resultantes de ensaio de tração, vistas por microscopia eletrônica de varredura. Todas essas figuras estão legendadas conforme estado de ensaio, que são: como recebido (CR); prensado isostaticamente a quente (HIP); e tratado termicamente (TT).

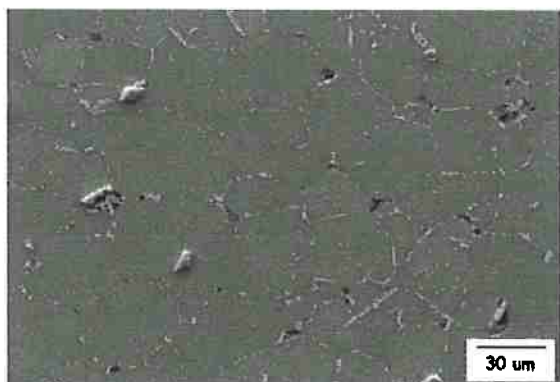


Figura 8-13 — AA 7075 (CR)

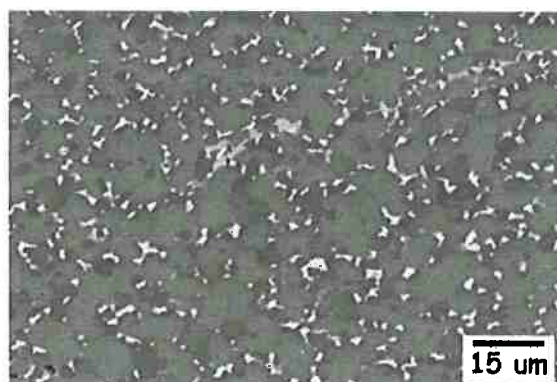


Figura 8-16 — Al-Si-Cu (CR)



Figura 8-14 — AA 7075 (HIP)

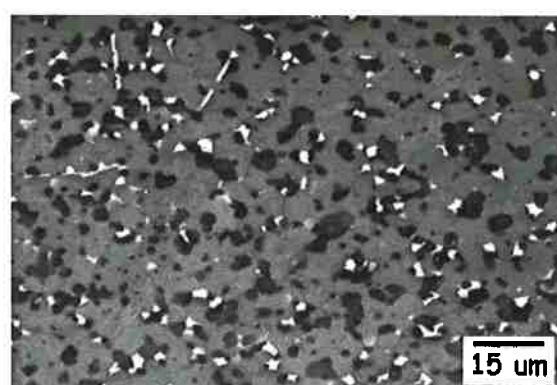


Figura 8-17 — Al-Si-Cu (HIP)

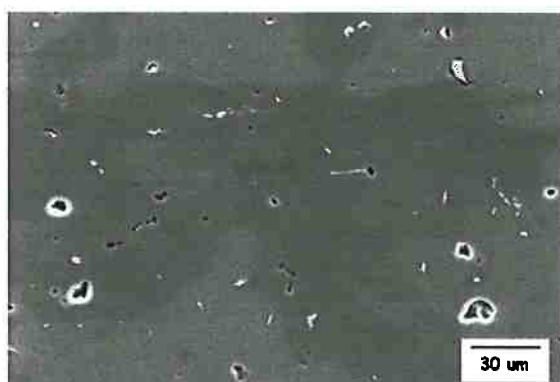


Figura 8-15 — AA 7075 (TT)

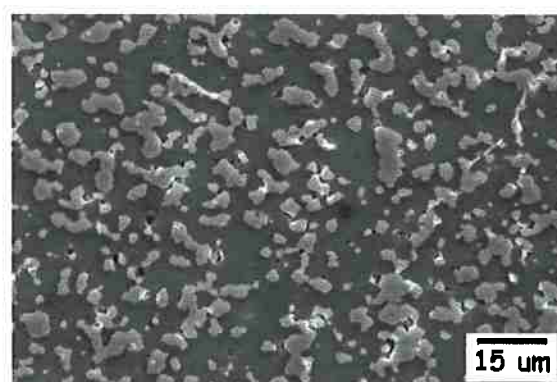


Figura 8-18 — Al-Si-Cu (TT)

Microestruturas observada no MEV.

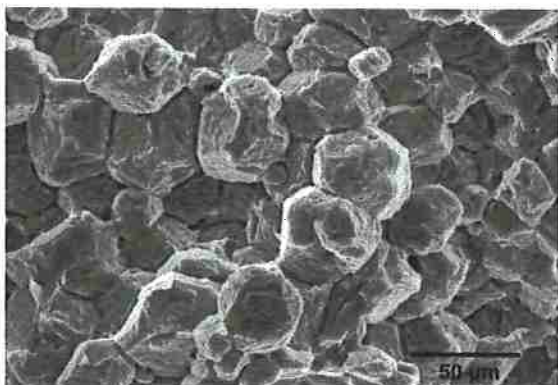


Figura 8-19 — AA 7075 (CR)

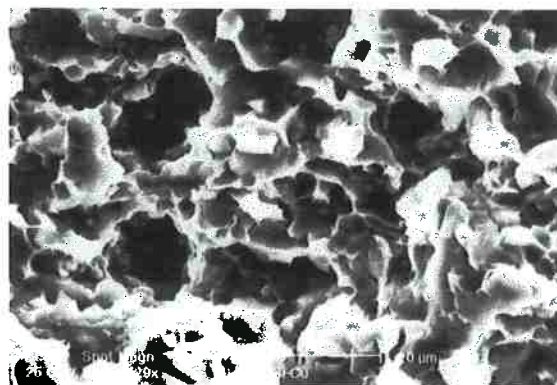


Figura 8-22 — Al-Si-Cu (CR)

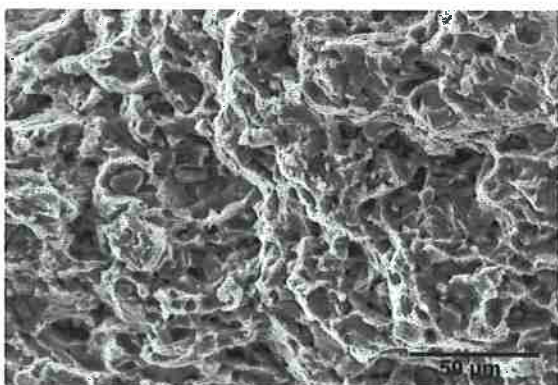


Figura 8-20 — AA 7075 (HIP)

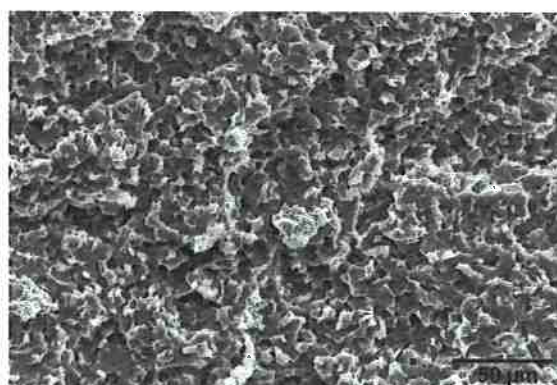


Figura 8-23 — Al-Si-Cu (HIP)

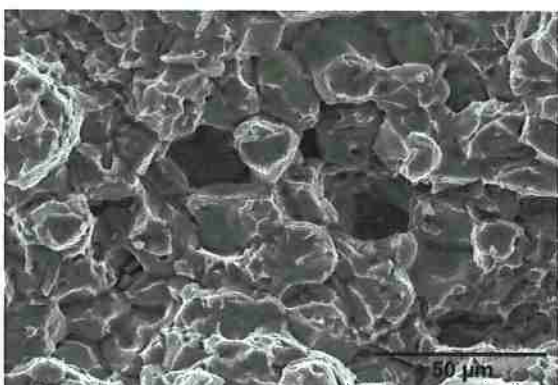


Figura 8-21 — AA 7075 (TT)

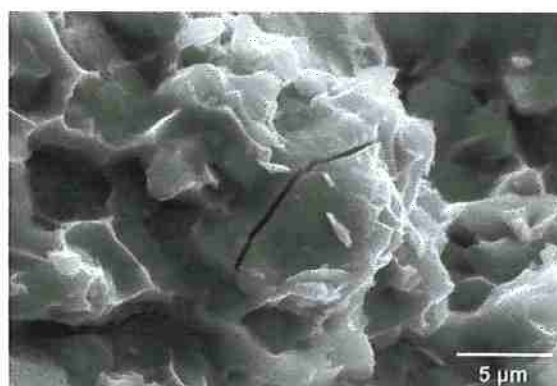


Figura 8-24 — Al-Si-Cu (TT)

Fraturas observadas no MEV.

Para a liga AA 7075 é importante observar que ocorreu uma mudança no modo de propagação da fratura. Enquanto nas figuras 8-19 e 8-21 observa-se clivagem, na figura 8-20 nota-se a presença de alvéolos.

Para o caso do material nas condições CR e TT observou-se então que a propagação da trinca é intergranular (ver figura 8-25), caracterizando o comportamento frágil da liga AA 7075 nesta condições.

Para a liga Al-Si-Cu observou-se que não houve mudança no modo de propagação da fratura, onde a trinca é trangranular, propagando-se ao longo das partículas frágeis que contêm silício, como mostrado nas figuras 8-24 e 8-26.

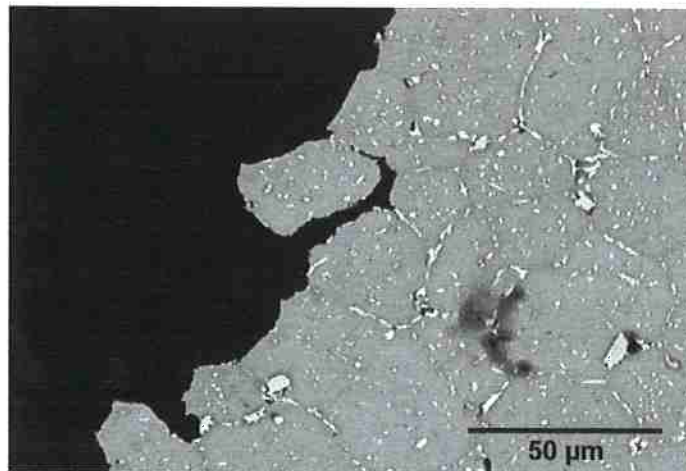


Figura 8-25 — Fractografia da liga AA 7075 (CR).

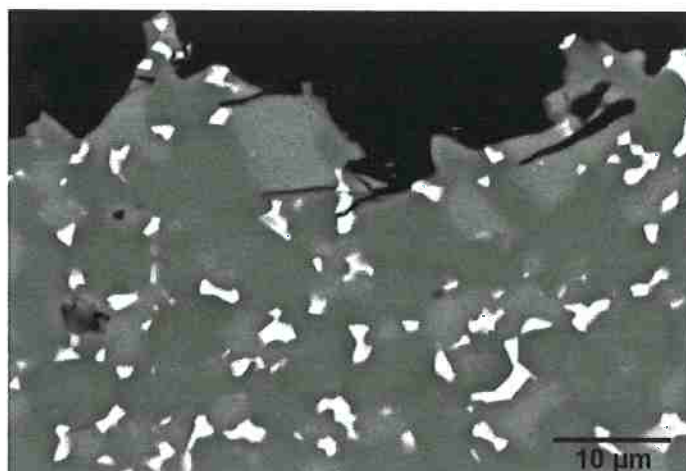


Figura 8-26 — Fractografia da liga Al-Si-Cu (CR).

### 8.2.2 Distribuição de fases

Material (Condição)	Partículas de 2ª fase (%)	
<b>AA 7075</b>	<b>clara</b>	
CR	7 ± 2	
HIP	4 ± 1	
TT	3 ± 1	
<b>Al-Si-Cu</b>	<b>clara</b>	<b>escura</b>
CR	7 ± 1	33 ± 2
HIP	26 ± 1	33 ± 2
TT	7 ± 1	32 ± 1

Tabela 8-10 — Porcentagem de partículas de 2ª fase.

A medida da porcentagem de partículas de segunda fase também foi realizada com o auxílio de um analisador de imagens; a rotina utilizada é semelhante à utilizada no cálculo da porosidade e encontra-se descrita no anexo IV.

#### 8.2.2.1 AA 7075

O tratamento de solubilização seguido de envelhecimento causa um aumento no número de partículas de 2ª fase, além de aumentar sua dispersão; é importante pois, ressaltar que estas partículas são muito finas, de modo que não podem ser observadas por microscopia óptica. Como o analisador de imagens está acoplado a um microscópio óptico era de se esperar uma medida menor de partículas de 2ª fase no material tratado (TT) quando comparado ao como recebido (CR).

Quanto à HIP, era esperada uma diminuição no número de partículas de 2ª fase uma vez que a HIP atingiu temperaturas da ordem de 500 °C por cerca de 1 hora, sendo portanto suficiente para a solubilização dessas partículas. O fato da porcentagem de partículas na HIP ser maior que no TT é explicado pelo fato que na

**HIP**, após solubilização, permanecem, ou voltam a precipitar, partículas grosseiras, isto é, maiores, que são observáveis por microscopia óptica.

Uma análise preliminar por **EDS**, detectou a presença de duas fases, uma rica em titânio e outra rica em magnésio e zinco, além de Alumínio. A matriz é composta na sua maior parte por alumínio.

### **8.2.2.2 Al-Si-Cu**

Para a liga Al-Si-Cu esperava-se comportamento análogo ao da liga AA 7075, porém praticamente não observou-se mudanças da **CR** para a **TT**. Quanto a **HIP**, constatou-se um aumento na quantidade de partículas claras. Essa mudanças foram associadas ao comportamento da dureza do material, conforme descrito no item 8.1.3.2.

Uma análise preliminar por **EDS**, determinou que a fase escura é muito rica em silício enquanto que a fase clara é composta de Al, Si e Cu. A matriz é composta na sua maior parte por alumínio.

### **8.2.3 Porosidade**

A porosidade foi medida de duas formas distintas. Para a liga AA 7075 a contagem dos poros ocorreu manualmente com o auxílio de uma grade, como será descrito posteriormente. Para a liga Al-Si-Cu, a contagem dos poros foi realizada com o auxílio de um analisador de imagens.

Foram realizadas, também, algumas medidas de forma manual — com a grade — para evitar disparidades entre os métodos. Uma vez que os resultados foram similares optou-se pelo uso do analisador de imagens, por este apresentar um gama maior de recursos.

### 8.2.3.1 Al-Si-Cu

Com o auxílio da rotina descrita no anexo I foi possível obter as tabelas 8-11 a 8-13 de dados estatísticos e os histogramas ligadas a elas — gráficos 8-1 a 8-3.

É importante lembrar que todos os dados obtidos foram trabalhados numa planilha eletrônica de modo a construir histogramas que apresentassem somente os resultados relevantes para cada caso.

Na tabela 8-11 pode-se observar em destaque os valores médios de fração de área, em porcentagem. Esta tabela fornece um resumo estatístico dos dados ilustrados no gráfico 8-1. A distribuição de fração de área em função do número de campos pode ser vista no gráfico 8-1.

Entende-se como número de campos a frequência com que as medidas de fração de área, tamanho e diâmetro equivalente dos poros ocorrem numa determinada faixa de valores, durante a contagem.

<b>Amostra 1-B</b>		<b>Amostra 2-B</b>	
Fração de área	1,61	Fração de área	2,43
Média (%)	<b>0,97</b>	Média (%)	<b>1,51</b>
Desvio padrão	0,01	Desvio padrão	0,01
Máximo	0,07	Máximo	0,07
Mínimo	0,00	Mínimo	0,00
Mediana	0,01	Mediana	0,01
Moda	0,00	Moda	0,01
n° de campos	166,00	n° de campos	161,00

<b>Amostra 3-B</b>		<b>Amostra 4-B</b>	
Fração de área	1,09	Fração de área	1,82
Média (%)	<b>0,81</b>	Média (%)	<b>0,89</b>
Desvio padrão	0,00	Desvio padrão	0,01
Máximo	0,04	Máximo	0,04
Mínimo	0,00	Mínimo	0,00
Mediana	0,01	Mediana	0,01
Moda	0,01	Moda	0,00
n° de campos	134,00	n° de campos	204,00

<b>Amostra 5-B</b>	
Fração de área	0,56
Média (%)	<b>0,28</b>
Desvio padrão	0,00
Máximo	0,01
Mínimo	0,00
Mediana	0,00
Moda	0,00
n° de campos	201,00

Tabela 8-11 – Dados estatísticos de fração de área de poros.

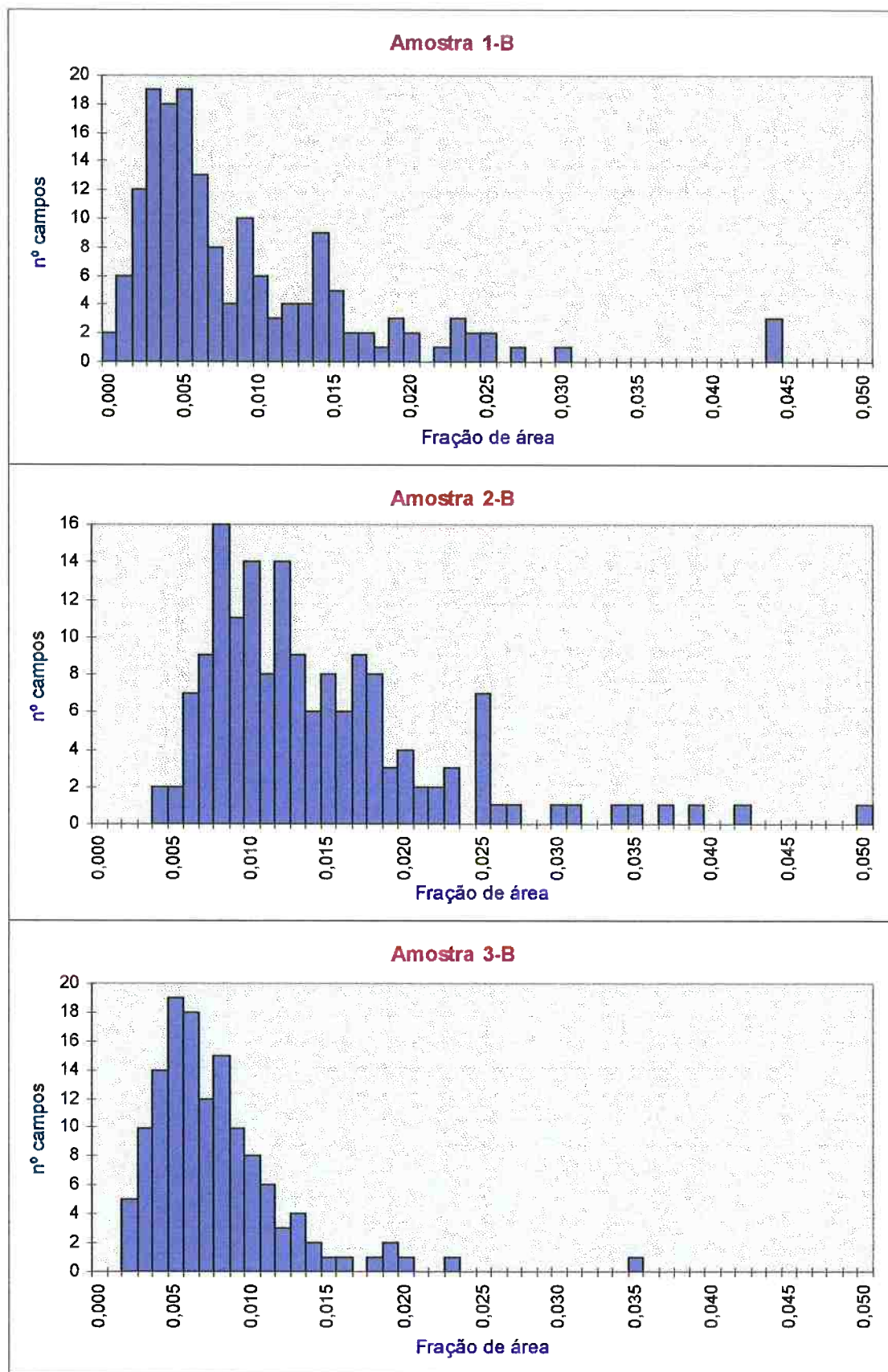
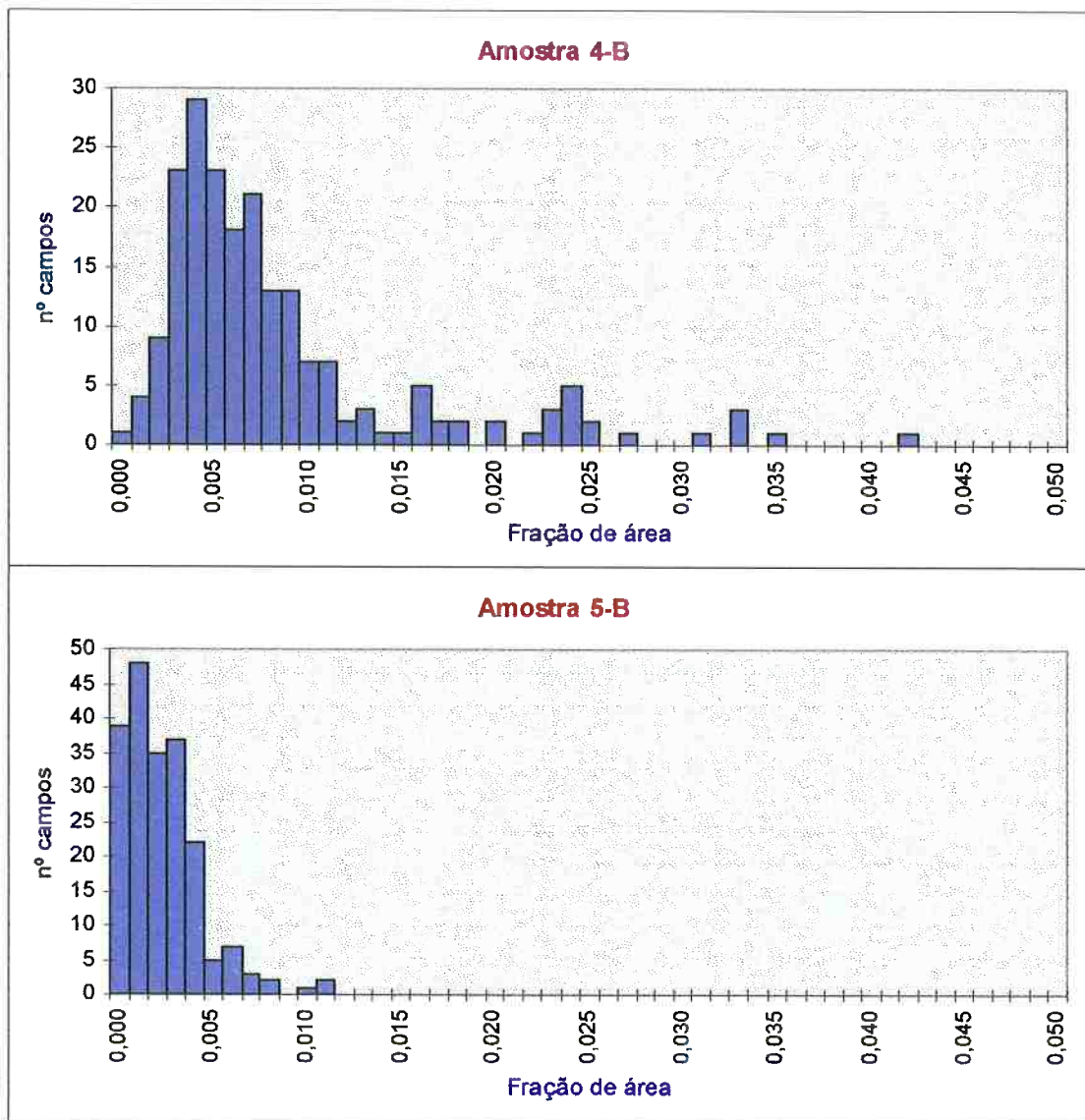


Gráfico 8-1 — Distribuição de fração de área de poros em função do número de campos.



**Gráfico 8-1 – Distribuição de fração de área de poros em função do número de campos. (continuação)**

O gráfico 8-2 ilustra um esquema enfatizando a distribuição do tamanho médio dos poros neste pré-formado com base nos valores da tabela 8-12; nota-se em destaque nesta tabela o tamanho médio dos poros, em  $\mu\text{m}^2$ .

Como a distribuição do tamanho médio dos poros (observável no microscópio óptico) concentra-se no intervalo de 0 a  $100 \mu\text{m}^2$  — ver gráfico 8-2 —, optou-se por coletar especificamente os dados referentes a este intervalo — tabela 8-13 —, que expressam com maior objetividade os resultados do tamanho dos poros. A observação que deve ser colocado sobre essa objetividade é que, por se tratar de um

computador, não há interpretatividade dos dados, isto é, não existe a possibilidade de se excluir dados errôneos como, por exemplo, a detecção de dois poros coalescidos como se fosse um poro único.

A tabela 8-13 descreve o tamanho médio de poros no intervalo de 0 a 100  $\mu\text{m}^2$ . Nota-se uma grande diferença em comparação ao tamanho médio de poros da tabela 8-12, isto porque a quantidade de poros maiores que 100  $\mu\text{m}^2$  gira em torno de 10 %, porém o tamanho desse poros é exageradamente maior que 100  $\mu\text{m}^2$  causando uma discrepância entre esses resultados.

<b>Amostra 1-B</b>		<b>Amostra 2-B</b>	
Contagem	0	Contagem	0
Contagem acima	0	Contagem acima	1
Área total	683966	Área total	1012854
Média	66,3	Média	69,4
Desvio padrão	207,2	Desvio padrão	266,8
Máximo	8616,3	Máximo	9303,6
Mínimo	5,0	Mínimo	5,0
Mediana	50,0	Mediana	50,0
Moda	50,0	Moda	50,0
nº de poros	10323	nº de poros	14595

<b>Amostra 3-B</b>		<b>Amostra 4-B</b>	
Contagem	0	Contagem	0
Contagem acima	1	Contagem acima	0
Área total	446965	Área total	765602
Média	42,4	Média	64,3
Desvio padrão	133,8	Desvio padrão	143,7
Máximo	6456,3	Máximo	4196,0
Mínimo	5,0	Mínimo	5,0
Mediana	50,0	Mediana	50,0
Moda	50,0	Moda	50,0
nº de poros	10548	nº de poros	11907

<b>Amostra 5-B</b>	
Contagem	0
Contagem acima	0
Área total	237371
Média	30,3
Desvio padrão	96,6
Máximo	2797,8
Mínimo	5,0
Mediana	50,0
Moda	50,0
nº de poros	7843

Tabela 8-12 — Dados estatísticos de tamanho médio de poro. ( $\mu\text{m}^2$ )

<b>Amostra 1-B</b>		<b>Amostra 2-B</b>	
Contagem abaixo	0	Contagem abaixo	0
Contagem acima	1292	Contagem acima	1586
Área total	215148	Área total	337915
Média	23,8	Média	26,0
Desvio padrão	18,2	Desvio padrão	19,1
Máximo	99,1	Máximo	99,1
Mínimo	5,0	Mínimo	5,0
Mediana	17,5	Mediana	19,5
Moda	9,5	Moda	12,5
n° de poros	9031	n° de poros	13010

<b>Amostra 3-B</b>		<b>Amostra 4-B</b>	
Contagem abaixo	0	Contagem abaixo	0
Contagem acima	724	Contagem acima	1642
Área total	223698	Área total	276455
Média	22,8	Média	26,9
Desvio padrão	17,3	Desvio padrão	19,8
Máximo	99,1	Máximo	99,1
Mínimo	5,0	Mínimo	5,0
Mediana	17,5	Mediana	19,5
Moda	11,5	Moda	12,5
n° de poros	9825	n° de poros	10265

<b>Amostra 5-B</b>	
Contagem abaixo	0
Contagem acima	257
Área total	143781
Média	19,0
Desvio padrão	12,4
Máximo	99,1
Mínimo	5,0
Mediana	14,5
Moda	12,5
n° de poros	7586

Tabela 8-13 – Detalhamento do intervalo [0;100] de tamanho médio de poro.  
( $\mu\text{m}^2$ )

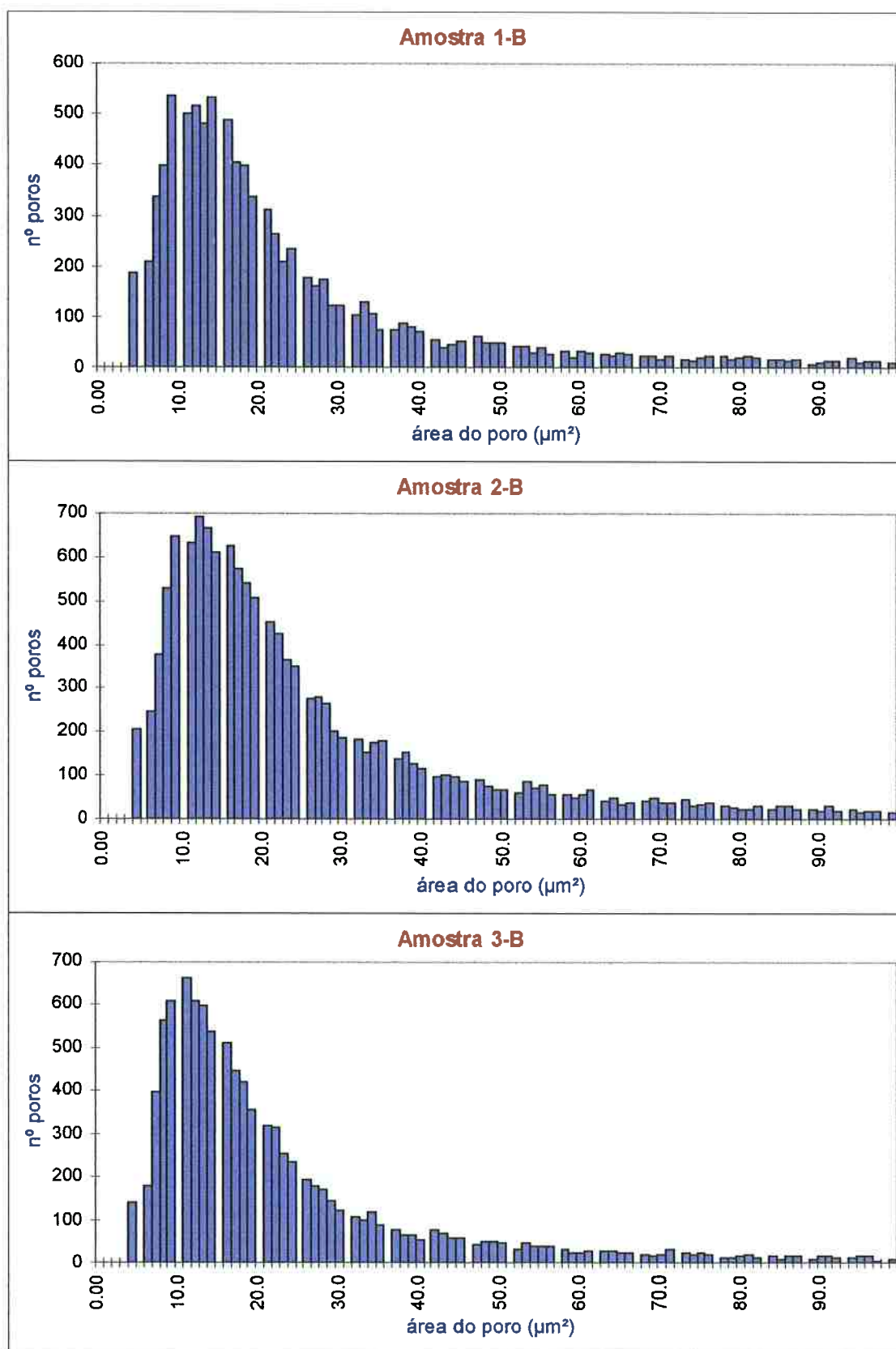


Gráfico 8-2 – Distribuição do tamanho médio de poro no intervalo [0;100]  $\mu\text{m}^2$ .

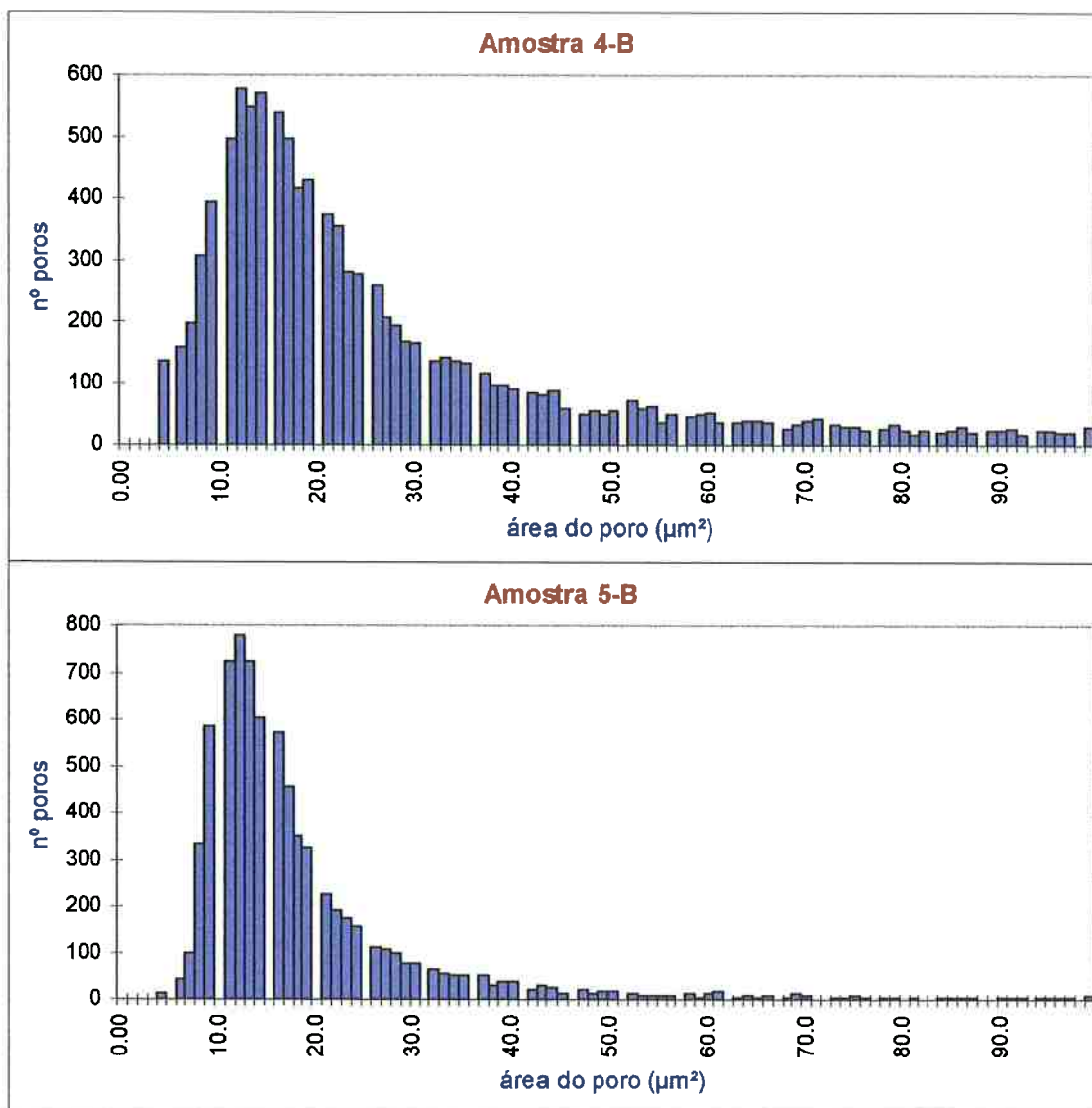


Gráfico 8-2 — Distribuição do tamanho médio de poro no intervalo [0;100]  $\mu\text{m}^2$ .  
(continuação)

No anexo V, encontram-se em destaque os resultados para diâmetro equivalente, na forma de tabelas e gráficos. O diâmetro equivalente é calculado aproximando-se a área do poro à de uma circunferência.

De modo geral, nenhum dos resultados obtidos para caracterização da porosidade se aproximam de uma distribuição normal, isto é, a curva não se assemelha a uma gaussiana (ver gráficos 8-1 a 8-3). Observou-se também que tanto a distribuição como o tamanho dos poros não são homogêneas.

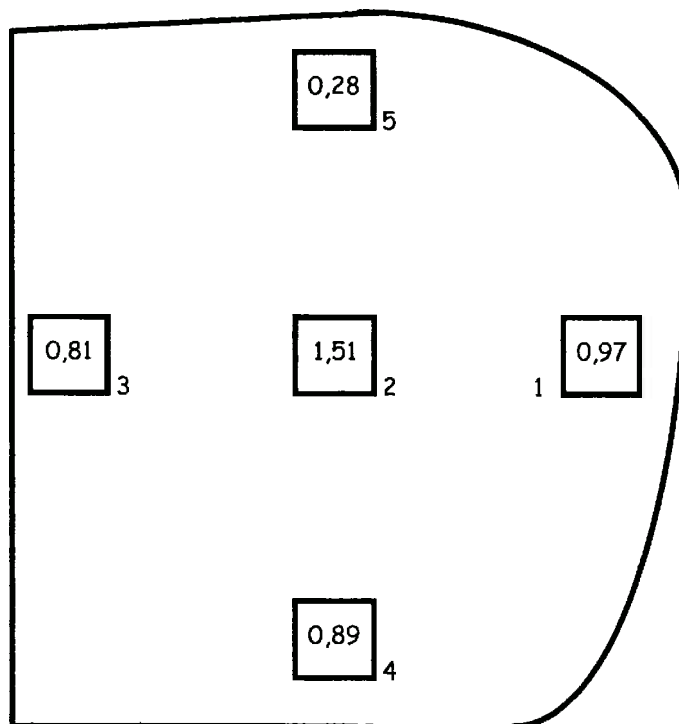


Figura 8-27 — Distribuição de porcentagem em área dos poros no pré-formado.

A figura 8-27 esquematiza a distribuição de poros no pré-formado, identificando a região de onde cada amostra foi retirada, fornecendo a porcentagem em área ocupada pelos poros na referida região. Assim esta figura mostra de forma simples e resumida os resultados obtidos e ilustrados nos gráficos e tabelas anteriores para distribuição de porosidade no material.

Analogamente a figura 8-27, a figura 8-28 fornece a distribuição do tamanho médio de poros para cada região do pré-formado.

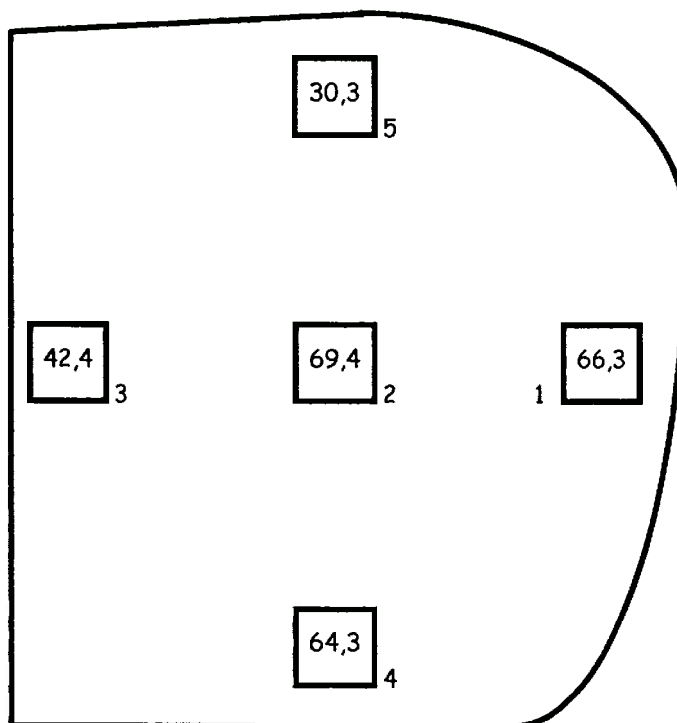


Figura 8-28 — Distribuição do tamanho médio de poro no pré-formado. [ $\mu\text{m}$ ]

Os números localizados ao lado de cada região fazem referência ao nome de cada amostra. Assim, o número 1 indica, além da posição da amostra no pré-formado, o nome desta amostra; no caso 1-B. O número 2 indica 2-B e assim sucessivamente.

O mesmo vale para a liga AA 7075, relatada a seguir.

#### 8.2.3.2 AA 7075

A tabela 8-14 apresenta os resultados da porosidade média, em porcentagem, para a liga AA 7075. Esses resultados podem ser melhor observados na figura 8-29 que mostra a distribuição da porosidade em regiões específicas do pré-formado.

Amostra	Porosidade Média (%)
1	$4 \pm 1$
2	$2 \pm 1$
3	$1 \pm 1$
4	$0,4 \pm 0,3$
5	$1 \pm 2$

Tabela 8-14 — Porcentagem em área de poros no pré-formado.

Quanto à porosidade, a liga AA 7075 demonstrou ter uma distribuição heterogênea (ver figura 8-29), apresentando uma maior porosidade em uma região próxima à superfície (1), enquanto que as amostras das regiões internas apresentaram menor porosidade (2,3,4). Resta saber se a baixa porosidade — equivalente a encontrada na região central do tarugo — encontrada na outra região próxima à superfície (5) foi apenas uma coincidência estatística ou deve-se à forma em que ocorreu a deposição. Tal problema será ainda estudado.

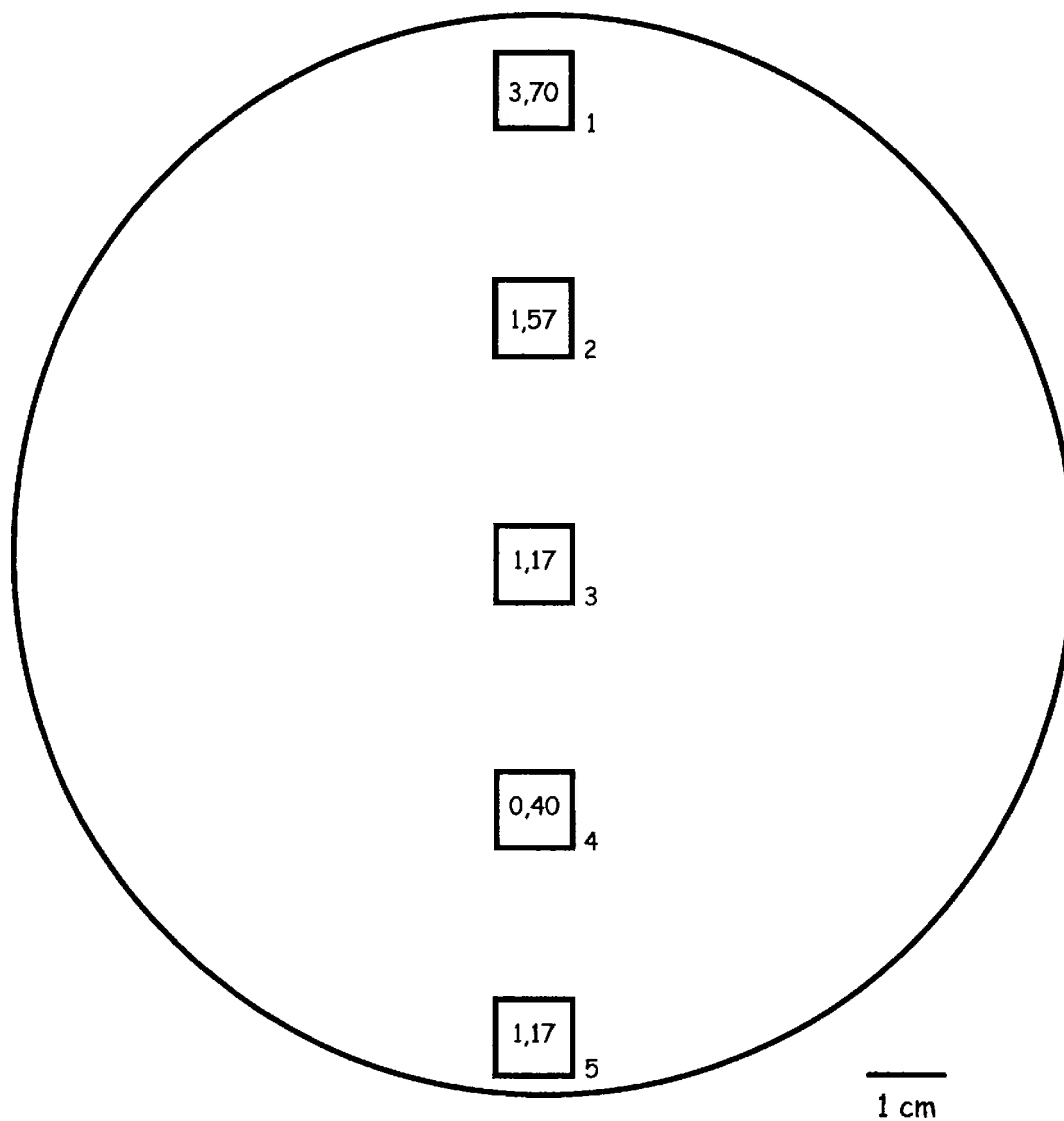


Figura 8-29 — Distribuição da porcentagem em área de poros no pré-formado.

[ $\mu\text{m}$ ]

## **9. SUMÁRIO**

Dos resultados até o momento apresentados, vale aqui fazer uma breve discussão dos tópicos mais importantes.

Foram caracterizadas duas ligas de alumínio distintas, AA 7075 e Al-Si-Cu, quanto a microestrutura e propriedades mecânicas nas condições como recebidas, após prensagem isostática a quente ou após tratamento térmico. Foram observadas características distintas, conforme discutido a seguir.

### **9.1 AA 7075**

A distribuição da porosidade, quanto a tamanho e concentração, mostrou-se heterogênea para ambas as ligas, isto é, não existiu um padrão claro na distribuição da porosidade.

Na condição como recebido, a liga AA 7075 apresentou porosidade média máxima de 4 %. Observou-se, entretanto, uma sensível diminuição da porosidade após a HIP, sendo possível até a eliminação total da porosidade.

O tamanho de grão foi medido nas três condições e em todas elas observou-se valores próximos a 25  $\mu\text{m}$ .

Uma vez que não houve diferença no tamanho de grão medido em cada condição, as melhorias de propriedades mecânicas foram associadas ao fechamento de poros e a distribuição de partículas de 2ª fase.

A liga AA 7075, como recebida, apresentou boa resistência mecânica, porém com baixa ductilidade devido a um grande número de partículas de 2ª fase grosseiras, precipitadas ao longo dos contornos de grão, ocorrendo trincamento intergranular.

Após TT, o material apresentou aumentos significativos de LE e LR, entretanto manteve o comportamento frágil devido à baixa ductilidade, decorrentes da distribuição das partículas de 2ª fase.

A HIP, mudou a distribuição dessas partículas, além de fechar a porosidade intrínseca do processo; com isso melhorou sensivelmente a ductilidade, mantendo o resistência mecânica nos valores próximos ao do material como recebido.

Assim, numa situação ótima de tratamento, unindo-se HIP e TT, poder-se-á atingir uma condição de alta resistência e boa ductilidade, sendo isto uma sugestão para trabalhos futuros.

## 9.2 Al-Si-Cu

Na condição como recebido, a liga Al-Si-Cu apresentou porosidade média máxima de 2 %. Observou-se, entretanto, uma sensível diminuição da porosidade após a HIP, atingindo-se uma porosidade média máxima de cerca de 0,15 %, sendo também possível a eliminação total da porosidade, com a otimização da HIP.

Devido aos grãos dessa liga serem de tamanho muito pequenos e a liga ser de difícil anodização, não foi possível, ainda, medir o tamanho de grão.

Quanto a composição química dessa liga, podemos ressaltar o elevadíssimo teor de silício, cerca de 40 %, com uma microestrutura fina, uniformemente distribuída e livre de segregações. É interessante lembrar que por rotas convencionais de fundição, mesmo através de refinamento da estrutura por modificação, não se consegue atingir uma estrutura em escala fina e isenta livre de segregações como a alcançada pela conformação por "spray".

Essa liga revelou-se muito frágil e o ensaio de tração não foi apropriado para estudo das suas propriedades mecânicas. Para esta liga serão realizados ensaios de flexão, oportunamente. É esperado, além do comportamento frágil, uma elevada

resistência mecânica associado ao aumento de dureza medido nas diferentes condições (CR, HIP, TT), devido principalmente à distribuição das partículas de 2ª fase.

## **10. CONCLUSÕES**

1. Não existe um padrão claro na distribuição da porosidade, entretanto o material como fabricado apresenta um porosidade média de até 4 % para a liga AA 7075 e de até 2 % para a liga Al-Si-Cu.
2. A conformação por "spray" permitiu uma estrutura em escala fina para ligas altamente ligadas de Al-Si-Cu.
3. O HIP reduziu o limite de escoamento e pouco alterou o limite de resistência (aumentando-o), contudo, aumentou o alongamento da liga AA 7075, devido a distribuição das partículas de 2ª fase e ao fechamento de poros.
4. O tratamento térmico aumentou os limites de escoamento e resistência da liga AA 7075, não alterando o alongamento, por mudar a forma da distribuição das partículas de 2ª fase.

## 11. TRABALHOS FUTUROS

O projeto de pesquisa desenvolvido e apresentado no presente trabalho continua em andamento. Assim, como já citado anteriormente, trabalhos futuros serão ainda realizados e, alguns deles, embora sujeitos a modificações, são descritos nos tópicos a seguir:

- Caracterização das propriedades mecânicas da liga Al-Si-Cu por ensaios de flexão, nas condições como recebida, após HIP e após tratamento térmico;
- Análise da fratura e caracterização do modo de propagação da fratura da liga Al-Si-Cu nas diferentes condições;
- Caracterização das partículas de 2ª fase por microscopia eletrônica de transmissão para ambas as ligas;
- Distribuição da porosidade após HIP e após tratamento térmico em ambas as ligas.

Estes são apenas algumas das propostas para prosseguimento desse projeto de pesquisa. Sugestões e idéias novas são e serão sempre bem vindas.

## 12. REFERÊNCIAS

- [1] MÄCHLER, R. et al. "Structure, mechanical properties and stress corrosion behaviour of high strength spray deposited 7000 series aluminium alloy" *Materials Science and Technology*, V.7; nº 5, p.447-51, maio 1991.
- [2] ERUKHIMOVITCH, V.; BARAM, J. "Critical study of the spray atomization and codeposition process for the production of metal matrix composites." PROCEEDINGS OF THE POWDER METALLURGY WORLD CONGRESS, Paris, France, Les Editions de Physique, 1994. V.3, p.1889-1893.
- [3] GOMES, E. G.; ROSSI, J. L., AMBROZIO Fº, F. Planta de conformação por "spray" - uma tecnologia disponível. 50º CONGRESSO ANUAL DA ABM, São Paulo, 1995. p. 161-171.
- [4] LEATHAM, A. G. et al. "The osprey process an overview of the commercial developments for spray forming round billets in advanced ferrous and non-ferrous alloys." In: CONFERENCE ON ADV. MATERIALS AND PROCESSING, Kyongju, Korea, 1995.
- [5] LAWLEY, J. L. et al. "Spray forming commercial products: principles and practice" IN: FIRST INTERNATIONAL LATIN-AMERICAN CONFERENCE ON POWDER TECHNOLOGY; 1997.
- [6] LEATHAM, A. G. et al. "The osprey preform process and its application to light alloys and composites" CONFERENCE: P/M IN AEROSPACE AND DEFENSE TECHNOLOGIES; 1991.
- [7] SALGADO, L. "Preparação de pós de aço inoxidável 316L e liga Fe-3%Si por atomização a água", Dissertação de Mestrado - EPUSP, São Paulo, 1994, p.14-27.
- [8] VAN HORN, K. R. *Aluminum*; Ohio, 1967. vol. 1, p. 200.

- [9] DAVIS, JOSEPH R. "Solidification Structures of Aluminum-Silicon Alloy Castings." *Aluminum and aluminum alloys*. ASM Specialty Handbook, 1983, p.532-40.
- [10] DAVIS, JOSEPH R. "Tribological Behavior." *Aluminum and aluminum alloys*. ASM Specialty Handbook, 1983, p.623-26.
- [11] GRANT, P. S. "Spray Forming", *Progress in Materials Science*, V.39, Great Britain, 1995, p.497-545.
- [12] STOCKER, P. et al. "The new aluminium-silicon cylinder barrel technology for die-cast aluminium crankcases" *MTZ Motortechnische Zeitschrift*, 58, 1997, 9, p.16-9.
- [13] POLMEAR, I. J., *Light alloys, Metallurgy of the light metals*. 2ª ed. New York, Chapman and Hall, 1989, p.95.
- [14] ROSSI, J. L. "Projeto de pesquisa: caracterização de ligas produzidas por conformação por spray." São Paulo, IPEN, 1995, p. 2-5.
- [15] METALS HANDBOOK. 10ª ed. Metals Park, Ohio, ASM, 1990. V.2, p.114-6.
- [16] ALCAN. Cospray advanced aluminium materials; unreinforced alloys; 2618 7075: catalogue.
- [17] DIN 50125, "Corpos de prova de tração - Diretrizes para execução", *Ensaio de Materiais Metálicos*, Abril, 1951.
- [18] ASTM F 417 - 78 (1991), "Standard Test Method for Flexural Strength (Modulus of Rupture) of Electronic-Grade Ceramics".
- [19] KOIZUMI, M.; NISHIHARA, M. *Isostatic Pressing, Technology and Applications*. Elsevier Science Publishers Ltd., England, 1991, p.154, 182-4.
- [20] METALS HANDBOOK. 9ª ed. Metals Park, Ohio, ASM, 1990. V.7, p.419-42.

- [21] JUÁREZ-ISLAS, J. A. et al. "Microstructural and mechanical evaluations of spray-deposited 7xxx Al-alloys after conventional consolidation" *Materials Science and Engineering*, A179/A180 p.614-8, 1994.
- [22] QUANTIMET 600: user manual. Cambridge, Leica Cambridge, 1994, p.A15-20
- [23] PADILHA, A.F.; AMBROZIO Fº, F. *Técnicas de análise micro estrutural*, São Paulo, Hemus, 1985, p.132.
- [24] YOSHIMURA, H.N. "Produção e Caracterização de Compósitos de Matriz de Al Reforçada com Partículas de SiC Obtidas por Metalurgia do Pó", Dissertação de Mestrado - EPUSP, São Paulo, 1995, p.40.
- [25] RAO, V.V. "Centrifugal atomization and rapid-solidification processing of high-strength aluminium alloys" *Journal of Materials Science Letters*, 11, 1992, p.135-7.

## Routine Header:

Number of fields: 1

Standard Frames

Setup Results Window ( Move Field Results to x 747, y 273, w 504, h 361 )

## \*\*\*\*\*DENOMINACAO DE VARIAVEIS\*\*\*\*\*

Select Lens ( Incident, 10x, mag changer 1.0 x, 1.11288 microns per pixel )

STAGE.STEPX = 752.306885

STAGE.STEPY = 569.794556

## \*\*\*\*\*INICIALIZACAO\*\*\*\*\*

Clear Flags

FLAG1 = 0

FLAG2 = 0

PauseText ( \*\*\*\*\*ATENCAO\*\*\*\*\* )

PauseText ( "" )

PauseText ( "SELECIONE LENTE DE 10X INICIE ESTAGIO E FOCO" )

Define Flag ( #1, "INICIALIZAR ESTAGIO" )

Define Flag ( #2, "INICIALIZAR FOCO" )

Pause ( Flags, "ESCOLHA OPERACAO" )

If ( FLAG1=1 )

Stage ( Initialise )

Endif

If ( FLAG2=1 )

Focus ( Initialise )

Endif

## \*\*\*\*\*IMAGE SETUP\*\*\*\*\*

Stage ( Joystick Enable )

PauseText ( "AJUSTE AS CONDICoes DE OBSERVACAO" )

Image Setup [PAUSE] ( CAMERA, White IMSGAIN, Black IMSOFFSET, Lmap IMSVOLTS )

## \*\*\*\*\*DEFINE A ORIGEM DA AMOSTRA\*\*\*\*\*

Display ( Live (on), frames (on,on), planes (off,off,off,off,off,off), lut 0, x 0, y 0, z 1, Reduction off )

Pause Message Group:

PauseText ( "MOVA ESTAGIO PARA O VERTICE SUPERIOR ESQUERDO" )

PauseText ( "" )

PauseText ( "AJUSTE O FOCO" )

Pause ( No dialog )

Stage ( Define Origin )

**Anexo I — Rotina para detecção da porosidade.**

```
*****CALCULAR CAMPOS DE ESTAGIOS*****
PauseText ( "DEFINA X EM MM" )
Input ( XDIS )
PauseText ( "DEFINA Y EM MM" )
Input ( YDIS )
XSIZE = (XDIS/STAGE.STEPPX)*1000
YSIZE = (YDIS/STAGE.STEPPY)*1000
STAGE.XFIELDS = INT(XSIZE)
STAGE.YFIELDS = INT(YSIZE)
Stage (Scan Pattern, STAGE.XFIELDS x STAGE.YFIELDS fields, size STAGE.STEPPX x STAGE.STEPPY)

*****LOOPING*****
For ( FIELD = 1 to FIELDS, step 1 )
  Acquire ( into Image0 )
  Live image ( into Image0 )
  Detect ( blacker than 96, from Image0 into Binary0 delineated )
  Clear Flags
  FLAG1 = 0
  FLAG2 = 0
  Define Flag ( #1, "Sim" )
  Define Flag ( #2, "Nao" )
  Pause ( Flags, "Recuso este campo?" )

  If ( FLAG1=1)
    Binary Logical ( C = Clear : C Binary0, A Binary1, inverted, B Binary0 )
  Else
    Measure feature ( plane Binary0, 8 ferets, minimum area: 4, grey image: Image0 )
    Selected parameters: Area, EquivDiam
    Display Feature Results ( x 758, y 6, w 453, h 281 )
    Display Feature Histogram Results ( #1, vertical, graph, bin details, statistics )
    Graph Window ( 678, 605, 576, 378 )
    Data Window ( 0, 605, 674, 378 )
    Feature Histogram #1 ( Y Param Number, X Param EquivDiam, from 0. to 100., linear, 100 bins )
    Display Feature Histogram Results ( #2, vertical, graph, bin details, statistics )
    Graph Window ( 678, 634, 576, 378 )
    Data Window ( 1, 634, 674, 378 )
```

### Anexo I — Rotina para detecção da porosidade.

```
Feature Histogram #2 ( Y Param Number, X Param Area, from 0. to 10000., linear, 100 bins )
Display Feature Histogram Results ( #3, vertical, graph, bin details, statistics )
  Graph Window ( 679, 663, 576, 378 )
  Data Window ( -3, 663, 674, 378 )
Feature Histogram #3 ( Y Param Number, X Param Area, from 0. to 100., linear, 100 bins )
Measure field ( plane Binary0 )
  Selected parameters: Area, Count, Area Fract, Area Fill, Area%, Count/Area, Meas.Frame
Display Field Results ( x 755, y 166, w 506, h 430 )
Display Field Histogram Results ( #1, vertical, graph, bin details, statistics )
  Graph Window ( 677, 703, 576, 378 )
  Data Window ( -2, 703, 674, 378 )
Field Histogram #1 (Y Param Number, X Param Area Fract, from 0. to 0.1000000015, linear, 100 bins)
Binary Logical ( C = Clear : C Binary0, A Binary1, inverted, B Binary0 )
Endif
Stage ( Step, wait 1 frames )
Next ( FIELD )

END
```

### Anexo I — Rotina para detecção da porosidade.

**Área inicial (A<sub>0</sub>):**

$$A_0 = \frac{\pi \cdot D_0^2}{4}$$

**Limite de Escoamento Convencional (LE):**

0,2 % de deformação:

$$d_{CARTA} = \frac{0,2}{100} \cdot L_{UTIL} \cdot \frac{V_{PAPEL}}{V_{PONTE}}$$

LE a 0,2 % de deformação:

$$LE = \frac{Q_{ESC}}{A_0}$$

**Limite de Resistência Convencional (LR):**

$$LR = \frac{Q_{MAX}}{A_0}$$

**Alongamento no corpo de prova:**

$$A = \left( \frac{L_F - L_0}{L_0} \right) \cdot 100 \text{ (\%)}$$

**Estricção (ψ):**

$$\Psi = \frac{D_0^2 + D_f^2}{D_0^2} \cdot 100 \text{ (\%)}$$

Onde:

V	velocidade
D	diâmetro
L	comprimento
Q	carga
A	alongamento

**Anexo II — Ensaio de Tração (Formulário).**

**Dureza:**

$$HB = \frac{P}{S} = \frac{2 \cdot P}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

Onde:

<b>P</b>	carga aplicada
<b>S</b>	área da calota esférica (impressão)
<b>D</b>	diâmetro da esfera
<b>d</b>	diâmetro da impressão

Desde que sejam satisfeitas as seguintes relações:

$$0,3 \cdot D < d < 0,6 \cdot D$$

$$\frac{P}{D^2} = 10 \quad \text{para durezas entre 30 e 140}$$

$$\frac{P}{D^2} = 30 \quad \text{para durezas entre 95 e 415}$$

**Anexo III — Dureza Brinell (formulário).**

## Routine Header:

Number of fields: 1

Standard Frames

Setup Results Window ( Move Field Results to x 747, y 273, w 504, h 361 )

## \*\*\*\*\*DENOMINACAO DE VARIAVEIS\*\*\*\*\*

Select Lens ( Incident, 50x, mag changer 1.0 x)

STAGE.STEPX = 150.461377

STAGE.STEPY = 113.9589112

## \*\*\*\*\*INICIALIZACAO\*\*\*\*\*

Clear Flags

FLAG1 = 0

FLAG2 = 0

PauseText ( \*\*\*\*\*CUIDADO\*\*\*\*\* )

PauseText ( "" )

PauseText ( "SELECIONE LENTE DE 50X INICIE ESTAGIO E FOCO" )

Define Flag ( #1, "INICIALIZAR ESTAGIO" )

Define Flag ( #2, "INICIALIZAR FOCO" )

Pause ( Flags, "ESCOLHA OPERACAO" )

If ( FLAG1=1 )

Stage ( Initialise )

Endif

If ( FLAG2=1 )

Focus ( Initialise )

Endif

## \*\*\*\*\*IMAGE SETUP\*\*\*\*\*

Stage ( Joystick Enable )

PauseText ( "AJUSTE AS CONDICÕES DE OBSERVAÇÃO" )

Live Image ( into Image0 )

## \*\*\*\*\*DEFINE A ORIGEM DA AMOSTRA\*\*\*\*\*

Display ( Live (on), frames (on,on), planes (off,off,off,off,off,off), lut 0, x 0, y 0, z 1, Reduction off )

Pause Message Group:

PauseText ( "MOVA ESTAGIO PARA O VERTICE SUPERIOR ESQUERDO" )

PauseText ( "" )

PauseText ( "AJUSTE O FOCO" )

Pause ( No dialog )

Stage ( Define Origin )

**Anexo IV — Rotina para detecção de partículas de 2ª fase.**

```

*****CALCULAR CAMPOS DE ESTAGIOS*****
PauseText ( "DEFINA X EM MM" )
Input ( XDIS )
PauseText ( "DEFINA Y EM MM" )
Input ( YDIS )
XSIZE = (XDIS/STAGE.STEPIX)*1000
YSIZE = (YDIS/STAGE.STEPLY)*1000
STAGE.XFIELDS = INT(XSIZE)
STAGE.YFIELDS = INT(YSIZE)
Stage (Scan Pattern, STAGE.XFIELDS x STAGE.YFIELDS fields, size STAGE.STEPIX x STAGE.STEPLY)

*****LOOPING*****
For ( FIELD = 1 to FIELDS, step 1 )
  Acquire ( into Image0 )
  PauseText ( "*****AVISO*****" )
  PauseText ( "" )
  PauseText ( "Ajuste o foco ou, caso necessario, mova a amostra ate um campo melhor" )
  Pause ( Buttons, "Mude campo ou foco" )
  Live image ( into Image0 )
  Para a liga Al-Si-Cu:
  *** DETECT matriz (branca):   usar white=185
  *** DETECT fases claras:      usar white=185 e black=110
  *** DETECT fases escuras:    usar black=110
  Detect ( whiter than 185, from Image0 into Binary0 delineated )
  Detect ( from grey level 110 to 185, from Image0 into Binary1 delineated )
  Detect ( blacker than 110, from Image0 into Binary2 delineated )
  Clear Flags
  FLAG1 = 0
  FLAG2 = 0
  Define Flag ( #1, "Sim" )
  Define Flag ( #2, "Nao" )
  Pause ( Flags, "Recuso este campo?" )
  If ( FLAG1=1)
    Binary Logical ( C = Clear : C Binary0, A Binary1, inverted, B Binary0 )
  Else
    Measure feature ( plane Binary1, 8 ferets, minimum area: 4, grey image: Image0 )
    Selected parameters: Area, EquivDiam
    Display Feature Results ( x 758, y 6, w 453, h 281 )
    Display Feature Histogram Results ( #1, vertical, graph (Y axis linear), bin details, statistics )
    Graph Window ( 679, 562, 576, 378 )
    Data Window ( 0, 562, 674, 378 )
    Feature Histogram #1 ( Y Param Number, X Param EquivDiam, from 0. to 100., linear, 100 bins )

```

#### Anexo IV — Rotina para detecção de partículas de 2ª fase.

Measure feature ( plane Binary1, 8 ferets, minimum area: 4, grey image: Image0 )

Selected parameters: Area, EquivDiam

Display Feature Results ( x 758, y 6, w 453, h 281 )

Display Feature Histogram Results ( #2, vertical, differential, graph (Y axis linear),

bin details, statistics )

Graph Window ( 679, 593, 576, 378 )

Data Window ( 0, 592, 674, 378 )

Feature Histogram #2 ( Y Param Number, X Param Area, from 0. to 1000., linear, 100 bins )

Measure feature ( plane Binary2, 8 ferets, minimum area: 4, grey image: Image0 )

Selected parameters: Area, EquivDiam

Display Feature Results ( x 757, y 68, w 453, h 281 )

Display Feature Histogram Results ( #3, vertical, differential, graph (Y axis linear),

bin details, statistics )

Graph Window ( 680, 612, 576, 378 )

Data Window ( -1, 611, 674, 378 )

Feature Histogram #3 ( Y Param Number, X Param EquivDiam, from 0. to 100., linear, 100 bins )

Measure feature ( plane Binary2, 8 ferets, minimum area: 4, grey image: Image0 )

Selected parameters: Area, EquivDiam

Display Feature Results ( x 757, y 68, w 453, h 281 )

Display Feature Histogram Results ( #4, vertical, differential, graph (Y axis linear),

bin details, statistics )

Graph Window ( 680, 641, 576, 378 )

Data Window ( 2, 641, 674, 378 )

Feature Histogram #4 ( Y Param Number, X Param Area, from 0. to 1000., linear, 100 bins )

Measure field ( plane Binary0 )

Selected parameters: Area, Count, Area Fract, Area Fill, Area%, Count/Area, Meas.Frame

Display Field Results ( x 755, y 166, w 506, h 430 )

Display Field Histogram Results ( #5, vertical, differential, graph (Y axis linear),

bin details, statistics )

Graph Window ( 677, 676, 576, 378 )

Data Window ( 0, 676, 674, 378 )

Field Histogram #5 ( Y Param Number, X Param Area%, from 0. to 100, linear, 100 bins )

Measure field ( plane Binary1 )

Selected parameters: Area, Count, Area Fract, Area Fill, Area%, Count/Area, Meas.Frame

Display Field Results ( x 755, y 166, w 506, h 430 )

Display Field Histogram Results ( #6, vertical, differential, graph (Y axis linear),

bin details, statistics )

Graph Window ( 677, 705, 576, 378 )

Data Window ( -1, 706, 674, 378 )

Field Histogram #6 ( Y Param Number, X Param Area%, from 0. to 100, linear, 100 bins )

## Anexo IV — Rotina para detecção de partículas de 2ª fase

```
Measure field ( plane Binary2 )
  Selected parameters: Area, Count, Area Fract, Area Fill, Area%, Count/Area, Meas.Frame
  Display Field Results ( x 755, y 166, w 506, h 430 )
  Display Field Histogram Results ( #7, vertical, differential, graph (Y axis linear),
bin details, statistics )
  Graph Window ( 678, 735, 576, 378 )
  Data Window ( 0, 735, 674, 378 )
  Field Histogram #7 (Y Param Number, X Param Area%, from 0. to 100, linear, 100 bins)
  Binary Logical ( C = Clear : C Binary0, A Binary1, inverted, B Binary0 )
Endif
Stage ( Step, wait until stopped )
Next ( FIELD )

END
```

#### Anexo IV — Rotina para detecção de partículas de 2ª fase

<b>Amostra 1-B</b>	
Contagem abaixo	0
Contagem acima	1
Total	72054
Diâmetro médio	7,0
Desvio padrão	5,9
Máximo	79,4
Mínimo	2,5
Mediana	5,5
Moda	4,5
n° de poros	10322

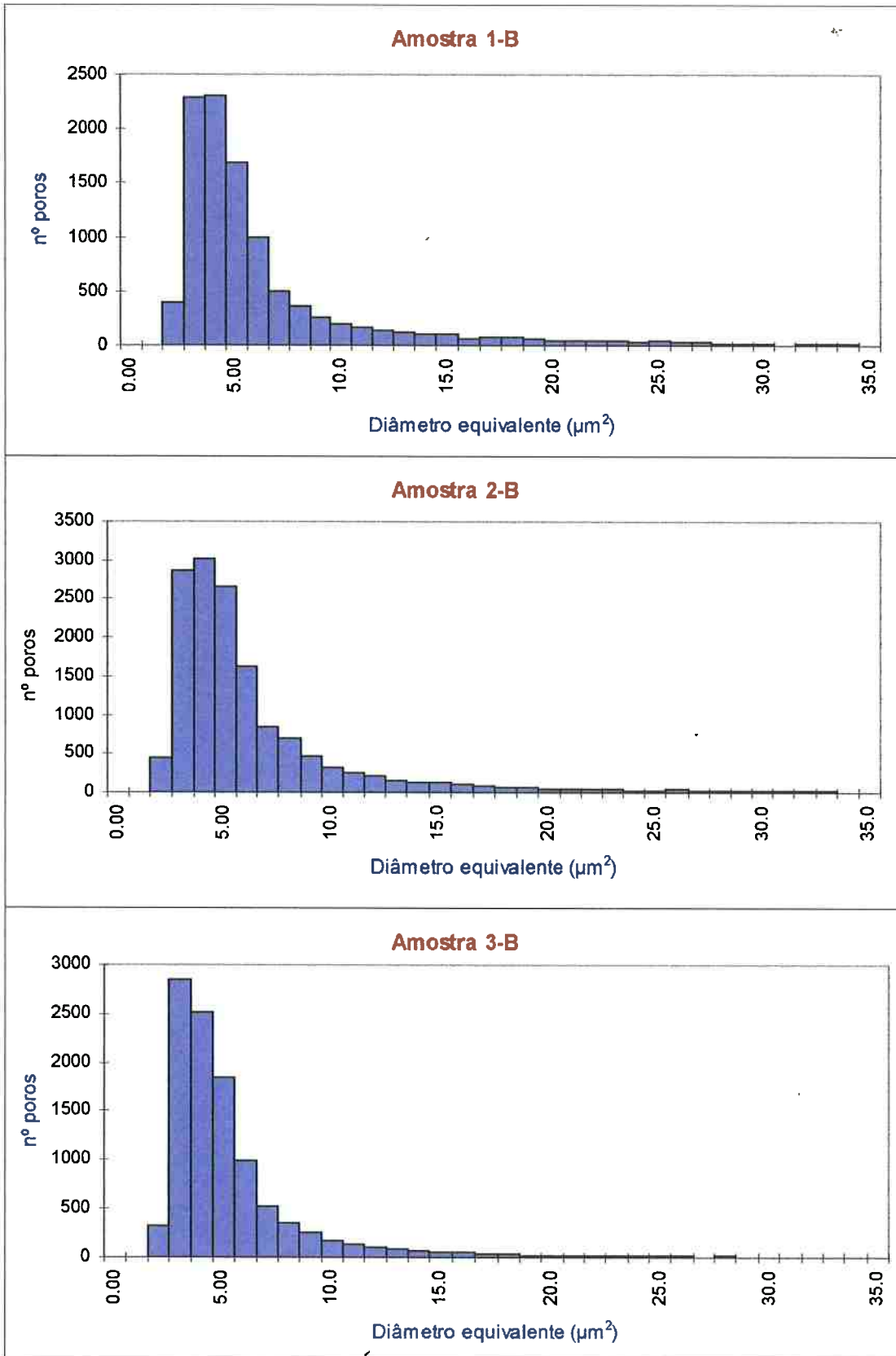
<b>Amostra 2-B</b>	
Contagem abaixo	0
Contagem acima	2
Total	102526
Diâmetro médio	7,0
Desvio padrão	6,2
Máximo	98,6
Mínimo	2,5
Mediana	5,5
Moda	4,5
n° de poros	14594

<b>Amostra 3-B</b>	
Contagem abaixo	0
Contagem acima	1
Total	63087
Diâmetro médio	6,0
Desvio padrão	4,3
Máximo	90,7
Mínimo	2,5
Mediana	4,5
Moda	3,5
n° de poros	10548

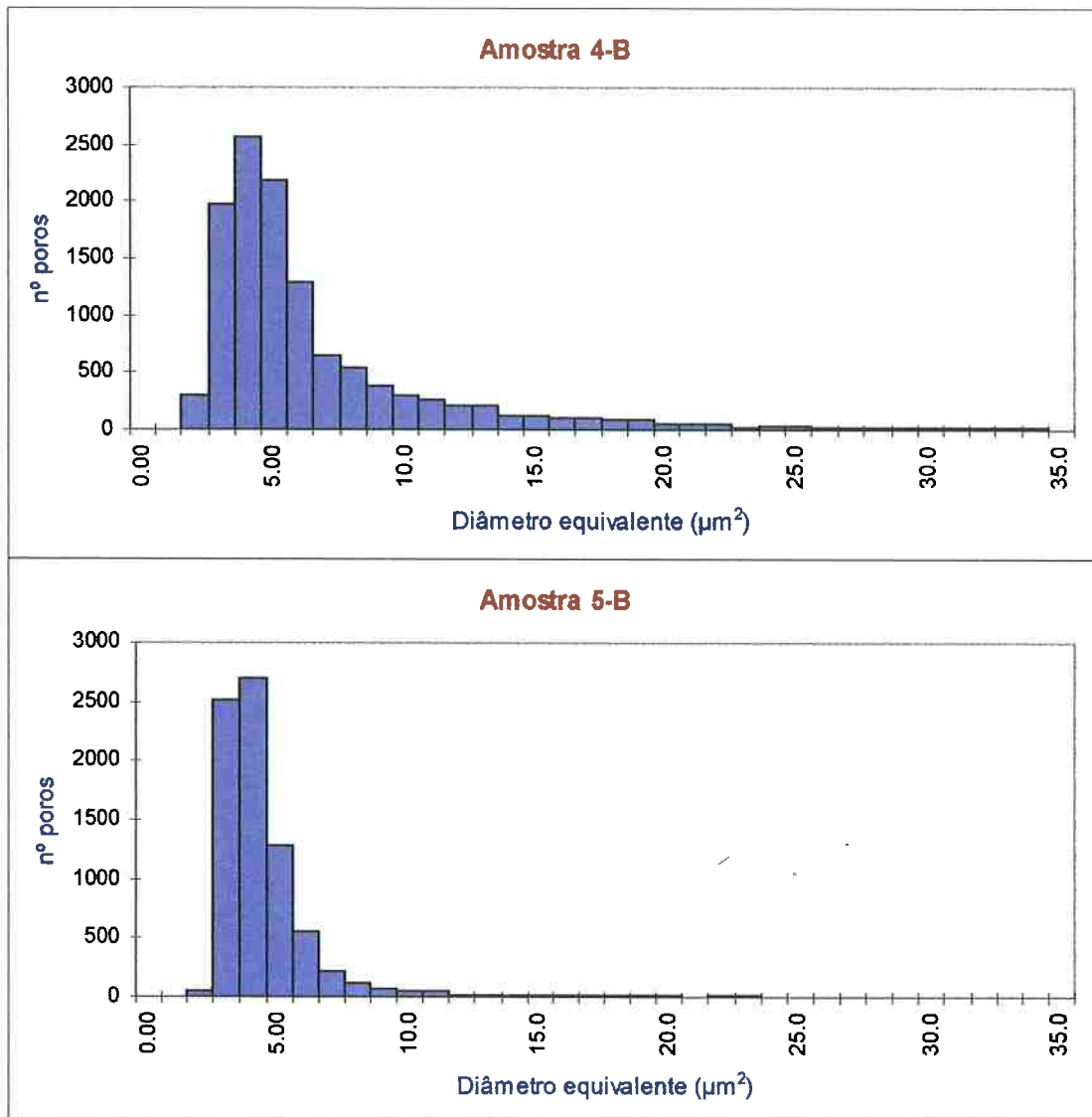
<b>Amostra 4-B</b>	
Contagem abaixo	0
Contagem acima	0
Total	86627
Diâmetro médio	7,3
Desvio padrão	5,4
Máximo	73,1
Mínimo	2,5
Mediana	5,5
Moda	4,5
n° de poros	11907

<b>Amostra 5-B</b>	
Contagem abaixo	0
Contagem acima	0
Total	40982
Diâmetro médio	5,2
Desvio padrão	3,4
Máximo	59,7
Mínimo	2,5
Mediana	4,5
Moda	4,5
n° de poros	7843

Anexo V – Tabela de dados estatísticos de diâmetro equivalente. [ $\mu\text{m}$ ]



Anexo V – Gráficos de distribuição do tamanho de poro em função do diâmetro equivalente.



Anexo V — Gráficos de distribuição do tamanho de poro em função do diâmetro equivalente. (continuação).