

# Relatório de Trabalho de Formatura II

PMT- 594

2º Semestre de 1997

Efeito das variáveis de laminação a quente na  
formação da camada recristalizada na liga Al-3004.



EPUSP - Departamento de Engenharia Metalúrgica  
1997

Prof. Orientador: Jorge Alberto Soares Tenório

Daniel Rios Freire

nºUSP: 2905283

## ÍNDICE

RESUMO EXECUTIVO.....	1
OBJETIVOS.....	4
INTRODUÇÃO.....	5
PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO.....	6
MICROESTRUTURAS DE DEFORMAÇÃO.....	6
Materiais de uma única fase - Temperatura ambiente.....	6
Materiais de uma única fase - Temperaturas altas.....	8
EFEITOS LOCAIS DE PARTÍCULAS.....	10
INFLUÊNCIA DA HOMOGENEIZAÇÃO NA DISPERSÃO E TAMANHO DE PRECIPITADOS.....	12
TEXTURAS DE DEFORMAÇÃO.....	13
Materiais de uma única fase - Laminados a quente.....	13
Efeito de partículas.....	14
DESENVOLVIMENTO DA TEXTURA DURANTE A LAMINAÇÃO A QUENTE.....	14
ENERGIA ARMAZENADA.....	15
RECUPERAÇÃO.....	16
NUCLEAÇÃO E CRESCIMENTO.....	16
PROCESSO PINDA.....	17
Refusão:.....	17
Laminação a Quente:.....	18
Laminação a Frio:.....	18
TEORIA DO PROCESSO DE DUPLO RECOZIMENTO.....	20
MÉTODO DE DELINEAMENTO ESTATÍSTICO DE EXPERIÊNCIAS ("STATISTICAL DESIGN OF EXPERIMENTS").....	22
Procedimento para elaboração de um S.D.E.....	22
Realização e obtenção de resultados.....	23
MÉTODOS.....	25
RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	29
CONCLUSÃO.....	36
ANEXOS.....	37

## RESUMO EXECUTIVO

Alumínio, na grande maioria das embalagens metálicas produzidas para o mercado de bebidas atualmente, tanto no Brasil como no mundo todo, é utilizado. Este material possui grandes vantagens sobre o antigo material mais utilizado, a folha de flandres. Como exemplos de tais vantagens, pode-se citar: relação peso por unidade, reciclagem (com todos os seus benefícios), não necessidade de lubrificantes para evitar contaminação do líquido interno, e outros diversos fatores.

Dentre todas as ligas de alumínio, as que poderiam ser utilizadas para esta finalidade devem possuir alta resistência mecânica, alta formabilidade, baixa corrosão. Assim, poderia-se utilizar as liga dos grupos 3XXX ou 5XXX, mais precisamente Al-Mn e Al-Mg. A grande diferença entre a utilização de uma ou outra consiste na dispersão, na composição e na dureza dos precipitados. Diversos testes foram feitos com composições variadas, e a que se mostrou mais apropriada foi a liga 3004 (ou 3104). Esta escolha foi feita principalmente levando em conta a presença de uma gama de precipitados com faixa de tamanhos específica que ajuda na limpeza do ferramental das fábricas de latas, evitando possíveis problemas tanto de qualidade quanto estruturais, além de propiciar valores bem menores para a principal variável a ser controlada: o “earing”.

Foi escolhida a liga AA3004 como objeto de estudo, por se tratar do principal produto processado pela Alcan Alumínio do Brasil LTDA., e por possuir um grande mercado promissor na fabricação de latas para bebidas. Todo o estudo foi realizado na área de laminação a quente da unidade de Pindamonhangaba, sob a supervisão do gerente da tecnologia, Sr. Edgar Leite Penteado e do engenheiro de processo da laminação a quente, Sr. Takeshi Shirozu.

Para se obter o melhor aproveitamento das propriedades acima citadas, deve-se ter uma monitoração do processo bem definida e controlada. Principalmente, um controle sobre fenômenos que podem fazer com que estas vantagens sejam perdidas, tais como recuperação, recristalização e crescimento de grão.

Em cada etapa do processo, tem-se uma condição necessária para que ao término do processamento do material, ele obtenha ótimas características. Dentre as várias etapas do processo, foi escolhido o estudo da microestrutura final de laminação a quente, mais precisamente a espessura da camada recristalizada. Esta escolha se deve ao fato da microestrutura desta etapa influir diretamente em uma das mais importantes propriedades finais do material: "earing". Não necessariamente a presença de determinada microestrutura acarreta em determinado valor de earing, mas para a manutenção de consistência do processo seguinte (a laminação a frio), é necessário um controle específico sobre este fator.

Este trabalho tem como principal objetivo o estudo da influência de determinadas variáveis sobre a formação da camada recristalizada.

Para tanto, é necessário um entendimento dos fenômenos acima citados (recuperação, recristalização, crescimento de grão) para a liga escolhida e em condições específicas de processamento.

O estudo de como variações de determinadas variáveis podem influenciar no processo foi feito através do método de delineamento estatístico de experiências ("statistical design of experiments"). A partir daí, deve-se escolher quais variáveis e que valores de variação serão estudados (um número máximo de três variáveis, neste caso). Feitas as escolhas, realiza-se testes envolvendo todas as combinações possíveis das variáveis escolhidas, e de posse dos valores, consegue-se através do método identificar qual ou quais variáveis são mais significativas na formação da camada recristalizada.

As variáveis escolhidas para o estudo foram: teor de manganês, temperatura de segundo banho de homogeneização, velocidade de último passe de laminação, redução de último passe de laminação e temperatura de saída do penúltimo passe de laminação. Deste modo forma agrupadas em dois grupos de três variáveis, sendo estes:

- 1.) Teor de Mn, temperatura de homogeneização e velocidade de laminação;
- 2.) Redução, velocidade do último passe de laminação e temperatura do penúltimo passe de laminação.

Analisados os resultados obtidos da aplicação do delineamento estatístico de experiências, podemos concluir que para o primeiro

experimento, verifica-se que a variável crítica é a velocidade de laminação. Para valores de velocidade que fornecem valores de temperatura acima de 305°C, observa-se a formação da camada recristalizada; valores abaixo deste limite não mostraram-se significativos.

O segundo experimento não apresentou nenhuma variável como sendo influente na formação da camada recristalizada. Nota-se que a variável velocidade do último passe de laminação também foi analisada, mas com valores dentro dos limites atuais do processo.

Pode-se concluir com base nos resultados obtidos que, existindo um controle sobre a temperatura de saída do laminador a quente, pode-se alterar outras variáveis como teor de Mn e mesmo temperatura de segundo banho de homogeneização sem haver detrimento do “earing”. Assim, sendo o principal objetivo do primeiro experimento o da análise de adequação das variáveis que serão utilizadas em um novo processo a ser implementado com a chegada de um novo laminador, confirma-se a possibilidade do processamento destas novas configurações. Além disso, o segundo experimento mostrou que os atuais limites de controle de processo são adequados às necessidades, mas mostraram um potencial para estudo mais detalhado a fim do estabelecimento de novas especificações.

## OBJETIVOS

O atual trabalho tem como principal objetivo avaliar qual a intensidade da variação de determinados parâmetros de laminação a quente na microestrutura final deste processo. A partir da determinação destas influências, pode-se verificar se os controles atuais estão sendo muito ou pouco rigorosos em função da necessidade de determinadas características necessárias para esta etapa do processo.

Para os dois experimentos realizados, as variáveis escolhidas foram :

- a.) Teor de Mn (ligas AA3004 e AA3104);
- b.) Temperatura de segundo banho de homogeneização;
- c.) Velocidade de último passe de laminação;
- d.) Redução do último passe de laminação, e
- e.) Temperatura da saída do penúltimo passe de laminação.

A variação da microestrutura analisada escolhida foi a espessura da camada recristalizada.

## INTRODUÇÃO

Especificações da liga escolhida

A escolha da liga 3004 para a avaliação das influências das variáveis de laminação sobre a formação da camada recristalizada, envolve não somente um controle muito específico sobre sua microestrutura durante o processamento mas também por ser uma liga utilizada em uma aplicação que cresce em média 15% ao ano e por se tratar de um volume de aproximadamente 50% dos níveis de produção da fábrica de Pindamonhangaba. Assim um melhor entendimento e um melhor controle sobre o processo de fabricação é primordial para o futuro.

Estão apresentadas a seguir as principais propriedades (características) desta liga<sup>(17)</sup>:

Tabela 1. Especificações de composição química da liga AA 3004.

<b>Elemento</b>	<b>%Cu</b>	<b>%Fe</b>	<b>%Mg</b>	<b>%Mn</b>	<b>%Si</b>
<b>Teores:</b>					
<b>mínimo</b>	-	-	0.8	1.0	-
<b>máximo</b>	0.25	0.7	1.3	1.5	0.3

Tabela 2. Especificações de propriedades mecânicas para a liga AA 3004.

<b>Têmpera</b>	<b>Lim. de Resistência</b>	<b>Lim. de Escoamento</b>	<b>Alongamento (% em 50mm)</b>	<b>Dureza média (HB)</b>
<b>H 19</b>	262 - 296	290 - 324	2 a 100	77

Além da aplicação para embalagens para líquidos, utiliza-se também esta liga para pisos de ônibus de transporte, bases de lâmpadas e outros. Tem-se a seguir alguns dados gerais da liga em questão:

Tabela 3. Outras características da liga AA 3004.

<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Temp. liquidus (°C)</b>	<b>Temp. solidus (°C)</b>
<b>2.72 (a 20°C)</b>	654	629

## **PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO**

O processamento termomecânico (PTM) de ligas de alumínio afeta a microestrutura, a textura, e as propriedades mecânicas. Assim um melhor entendimento dos vários mecanismos metalúrgicos envolvidos no processamento termomecânico pode levar a melhorias nas técnicas de processo, assim como possíveis melhorias nas propriedades finais.

O processamento termomecânico envolve recuperação e recristalização, as quais podem ocorrer dinamicamente durante a deformação, estaticamente entre passes de deformação a quente, ou durante o resfriamento após a deformação. Será o enfoque deste trabalho a discussão com ênfase na evolução da microestrutura e da textura em alumínio puro e suas ligas. Tais materiais tipicamente recuperam-se dinamicamente durante deformação, enquanto que recristalização dinâmica não é observada (exceto em materiais com mais de 4,5% de Mg)<sup>(6)</sup>. O efeito de solutos é aumentado pela presença de partículas grandes. Enquanto o processamento termomecânico é afetado por diversos parâmetros do material, o principal enfoque será o da influência de partículas grandes (diâmetro > 0.1-1µm) e partículas pequenas (diâmetro < 0.1µm) na microestrutura e textura.

## **MICROESTRUTURAS DE DEFORMAÇÃO**

Materiais de uma única fase - Temperatura ambiente

Em alumínio puro e suas ligas com uma baixa concentração de soluto, a microestrutura de deformação se desenvolve com deformação de uma estrutura de discordâncias emaranhadas para uma estrutura consistindo em células de discordâncias. Entretanto, um grande número de heterogeneidades estruturais macroscópicas caracterizam o estado deformado. Estas heterogeneidades são vistas como microbandas, bandas de transição, bandas de cisalhamento e segmentos de contornos de grão de alto ângulo.



Microbandas e bandas de transição são definidas como elementos de volume nos quais a morfologia e a cristalografia indicam que uma combinação de sistemas de escorregamento ativos presentes neles diferem dos materiais adjacentes. Ambas as microbandas e bandas de transição separam volumes tendo diferentes combinações de sistemas de escorregamento; elas consistem em células de discordâncias as quais são menores, na média, que as células de discordâncias adjacentes. Além disso caracterizam uma situação estável de escorregamento em contraste com a formação de bandas de cisalhamento, as quais são bandas de intenso cisalhamento, caracterizada por não ser limitada a grãos individualmente.

Bandas de cisalhamento não são observadas em alumínio puro, e somente em ligas com baixa concentração de soluto em altas deformações. A altas deformações, a estrutura típica consiste em subgrãos, os quais são elementos de volume caracterizados por uma combinação individual de sistemas de escorregamento. As paredes dos subgrãos podem ter grandes diferenças de orientação entre elas e podem apresentar uma tendência a se alinharem em uma direção preferencial com relação ao eixo da amostra.

A evolução microestrutural durante a deformação depende de parâmetros de processo e do material, como mostrado na figura 1<sup>(6)</sup>.

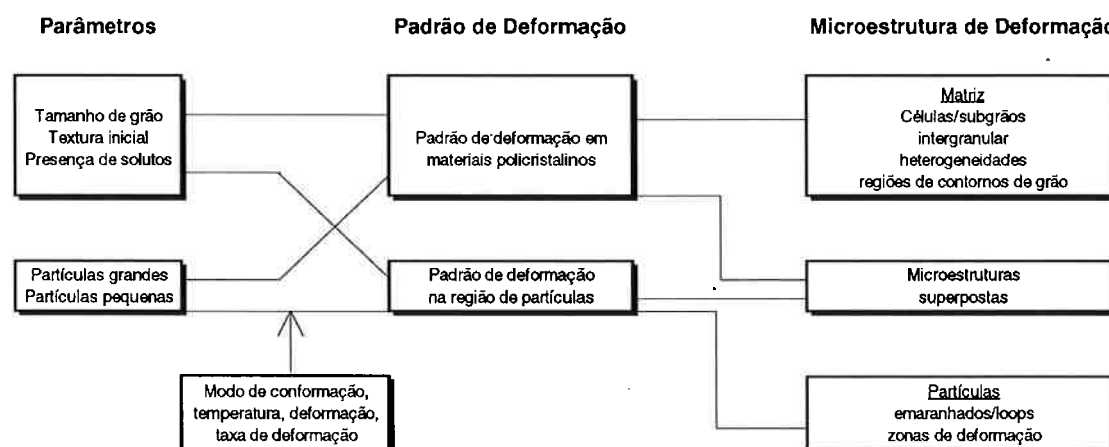


Figura 1. Esquema dos diversos fatores afetando as propriedades finais do material.

A evolução aparenta ser governada por alguns princípios gerais, que são:

- a.) As discordâncias são encurraladas em estruturas de discordâncias de baixa energia (EDBE), nas quais as discordâncias vizinhas controlam mutuamente suas tensões.
- b.) Há diferenças no número e na seleção simultânea de sistemas de escorregamento ativos através dos elementos de volume da vizinhança em grãos individuais.

Durante a deformação, a densidade de discordâncias aumenta e de acordo com o conceito de estruturas de discordâncias de baixa energia, as discordâncias são encurraladas em configurações de baixa energia. Em tais configurações, as discordâncias possuem a menor energia elástica possível por unidade de comprimento de linha de discordância.

Para uma dada densidade de discordâncias, arranjos (paredes) de discordâncias bidimensionais são entretanto energeticamente favoráveis a uma quase uniforme distribuição tridimensional de discordâncias. Sendo assim, o conceito EDBE é relacionado diretamente com a formação de estruturas celulares ou de subgrãos, consistindo de paredes de discordâncias em uma matriz quase livre de discordâncias. Em geral, arranjos de discordâncias diminuem sua energia por unidade de comprimento de linha de discordância com o aumento de vetores de Burgers participantes. Entretanto, algumas configurações de discordâncias podem se formar em preferência a outras e os fatores responsáveis podem, por exemplo, ser sistemas de escorregamento disponíveis, mobilidade de discordâncias e tensões de atrito<sup>(6)</sup>.

#### **Materiais de uma única fase - Temperaturas altas**

Em alumínio puro e ligas com baixa concentração de soluto, deformação a altas temperaturas ( $>0.5 T_m$ ) envolvem somente recuperação dinâmica. A evolução microestrutural é afetada por parâmetros de processo (deformação, taxa de deformação e temperatura), mas em geral a evolução estrutural a altas temperaturas é similar a evolução observada a temperatura ambiente. A estrutura de deformação a quente é caracterizada pela presença de quase na totalidade de grãos equiaxiais, com tamanho de poucos

micrômetros ou mais e diferença de orientação através das paredes da ordem de poucos graus ou menos. Aspectos característicos são bandas de transição e segmentos de contornos de grão de alto ângulo. Tais bandas são observadas em alumínio de pureza comercial laminado a quente em temperaturas na faixa de 345°C a 460°C<sup>(6)</sup>.

Durante a laminação a quente, é também observado que a fragmentação de grãos é mais pronunciada em materiais com grãos grosseiros do que em materiais com grãos refinados. Pode-se se ver na tabela a seguir uma comparação da frequência relativa das diferentes configurações microestruturais de deformações a frio e a quente<sup>(6)</sup>.

Tabela 4. Diferentes frequências de configurações microestruturais presentes em materiais deformados a quente e a frio.

<i>Microestrutura</i>	<i>Deformação a frio</i>	<i>Deformação a quente</i>
<b>Arranjo de discordâncias</b>	++	(+)
<b>Células de discordâncias de subgrãos</b>	++	++
<b>Microbandas</b>	++	+
<b>Bandas de transição</b>	++	+
<b>Segmentos de contornos de grão de alto ângulo</b>	++	++
<b>Bandas de cisalhamento</b>	++	(+)

A evolução microestrutural a altas temperaturas aparenta seguir estreitamente os princípios sugeridos acima. Considerando a formação de estruturas de baixa energia, elas serão capazes de reduzir ainda mais sua energia por unidade de comprimento de linha de discordância em altas temperaturas devido ao aumento da mobilidade das discordâncias (aumento de “cross-slip” e possivelmente “climb”). Consequentemente, são esperadas estruturas mais perfeitas, o que está de acordo com presença de grãos equiaxiais, os quais mostram orientações alternantes, formando uma estrutura de tabuleiro de xadrez. A fragmentação dos grãos observada a temperatura ambiente é também esperada em altas temperaturas, já que interações entre grãos ainda estarão operativas. Com o aumento da

contribuição para a deformação pelo processo de “climb” e pelo escorregamento de contornos de grão, esta interação deve diminuir<sup>(6)</sup>.

### **EFEITOS LOCAIS DE PARTÍCULAS**

O efeito de partículas duras e indeformáveis, é o de aumentar a densidade de discordâncias devido a formação de discordâncias geometricamente necessárias. Em partículas grandes, estas discordâncias são localizadas e levam a formação de zonas de deformação. Dentro dessas zonas, as discordâncias são arranjadas em pequenos subgrãos, tendo o tamanho de  $0.1\mu\text{m}$  e com relativa desorientação através dos subcontornos. O tamanho e o formato desta zona de deformação se compara com o tamanho e formato da partícula<sup>(6)</sup>.

Para pequenas partículas, as discordâncias geometricamente necessárias estão normalmente presentes na forma de emaranhados ou anéis. O efeito das partículas durante a deformações a altas temperaturas deve diferir do comportamento observado em temperatura ambiente. “Cross-slip” e “climb” serão de extrema importância com o aumento da temperatura, levando a uma diminuição na concentração de discordâncias nas partículas. Para partículas grandes, isto levará a uma redução no tamanho da zona de deformação, e na rotação do arranjo de distribuição dos átomos nesta zona.

As interações entre partículas e discordâncias aumentam quando a temperatura é diminuída, e a taxa de deformação aumentada. Entretanto, a altas temperaturas e baixas taxas de deformação, nenhuma interação significativa entre discordâncias e partículas acontece devido ao “climb” de discordâncias ao redor das partículas. Assim, é esperado que em deformações a quente com altas taxas de deformação, ocorra a formação de zonas de deformação ao redor de grandes partículas.

O efeito de pequenas partículas na movimentação de discordâncias é reduzido a elevadas temperaturas devido à passagem secundária por “cross-slip” e “climb”. Entretanto, mesmo para pequenas concentrações de pequenas partículas ( $d < 0.1\mu\text{m}$ ), seu espaçamento é pequeno ( $< 0.5\mu\text{m} - 1\mu\text{m}$ ), fazendo com que o efeito de imobilização seja influente. Imobilização

de discordâncias por pequenas partículas comumente é encontrado durante deformações a quente<sup>(6)</sup>.

Estudos mais detalhados sobre a influências de partículas finas foram realizados<sup>(7)</sup>. Foram observadas as variações de tamanho e distribuição das mesmas, chegando aos seguintes resultados:

A presença de partículas finas não menores que  $0,05\mu\text{m}$  em tamanho e espaçamento da ordem de  $0,1\mu\text{m}$  aumenta a densidade de discordâncias das estruturas de deformação, mas não diminuem a formação de locais potenciais para nucleação de recristalização.

Se o tamanho for maior que  $0,5\mu\text{m}$ , durante a deformação tem-se zonas ao seu redor sem orientação preferencial, com alta deformação. Quanto maior o diâmetro da partícula, maior o tamanho desta zona. Este tamanho,  $0,5\mu\text{m}$  é considerado o tamanho mínimo de partícula na qual nucleação de recristalização é observada. Tem-se que estas partículas, com este tamanho mínimo, aceleram a recristalização, diminuindo a temperatura e o tempo para que ela se complete.

Partículas menores que  $0,5\mu\text{m}$  retardam a recristalização, e estruturas não recristalizadas podem ser mantidas a altas temperaturas quando o tamanho e espaçamento são respectivamente  $0,05\mu\text{m}$  e  $0,2\mu\text{m}$ <sup>(7)</sup>.

A habilidade de uma partícula de produzir grãos recristalizados, representada pela relação do número de grãos em uma unidade de volume com relação ao número de partículas, decresce com o decréscimo do tamanho e do espaçamento das mesmas, saturando em um valor de  $10^{-4}$ , quando o espaçamento alcança  $5\mu\text{m}$ . Um decréscimo no espaçamento para valores abaixo de  $1\mu\text{m}$ , normalmente acompanhada por uma diminuição no tamanho da partícula para  $0,5\mu\text{m}$ , faz com que ocorra significativa diminuição nesta habilidade.

Para frações volumétricas maiores que 2% de partículas de tamanho maior que  $1\mu\text{m}$ , as texturas típicas de laminação são enfraquecidas. Este efeito pode ser atribuído às zonas de deformação.

## **INFLUÊNCIA DA HOMOGENEIZAÇÃO NA DISPERSÃO E TAMANHO DE PRECIPITADOS**

O tratamento de homogeneização afetam as propriedades de “earring” através de dois efeitos microestruturais. Um aumento na temperatura de homogeneização aumenta o número de partículas primárias na faixa de tamanho que nucleia recristalização. Facilita também a nucleação por reduzir o arraste de Zener através do crescimento dos precipitados secundários. Ambos os efeitos causam um decréscimo na tendência de “earring” a 90°.

Pode-se verificar também em experiências realizadas em ligas de alumínio que, variando-se a taxa de aquecimento durante a homogeneização, tem-se diferenças no desenvolvimento da textura. Para taxas de aquecimento maiores, a textura cúbica se desenvolve mais lentamente, acarretando um valor de “earring” após o recozimento<sup>(5)</sup>.

Tabela 5. Variação dos valores de “earring” em função da taxa de aquecimento, para diferentes práticas de homogeneização<sup>(5)</sup>.

<b>Composição</b>	<b>Prática de Homogeneização</b>	<b><u>Earing após o recozimento</u> - valores a 90° (%)</b>	
		<b>Aquec. lento</b>	<b>Aquec. rápido</b>
<b>baixo % Fe</b>	Baixa temperatura	6.0	2.3
<b>%Fe normal</b>	Baixa temperatura	4.8	2.8
	Alta temperatura	2.9	2.2
<b>alto %Fe</b>	Baixa temperatura	3.0	2.5
	Alta temperatura	1.8	1.7
<b>alto %Si</b>	Baixa temperatura	4.6	2.9
	Alta temperatura	2.5	2.2

A aparente relação entre temperatura de homogeneização e sensibilidade a taxa de aquecimento pode ser atribuída ao fato da recristalização progredir após a laminação a quente quando as placas estiverem sido submetidas a práticas de homogeneização com temperaturas mais altas<sup>(5)</sup>.

Altas temperaturas de homogeneização tendem a estabilizar a fase cúbica  $\alpha$ -Al<sub>15</sub>(Fe,Mn)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> em detrimento da fase Al<sub>13</sub>(Fe,Mn)<sub>4</sub> e possivelmente Al<sub>6</sub>(Fe,Mn). A fase  $\alpha$  esta mais presente quando do aumento dos teores de Si.



Materiais possuindo alta temperatura de homogeneização possuem menos Mn fora de solução sólida na forma de precipitados do que os materiais com temperaturas normais, e assim reação de precipitação menos intensa durante o recozimento<sup>(2)</sup>.

Tratamentos de homogeneização a altas temperaturas ( $\pm 600^{\circ}\text{C}$ )<sup>(2)</sup> normalmente produzem um número pequeno de dispersóides. O grau de queda de supersaturação de soluto é menor durante os estágios seguintes do processo.

Para o caso de um tratamento a médias temperaturas (de  $440^{\circ}\text{C}$  a  $510^{\circ}\text{C}$ )<sup>(2)</sup> produz um grande número de precipitados finos (dispersóides). O grau de queda de supersaturação de soluto é consideravelmente mais rápido durante os processos seguintes.

A presença de dispersóides no material após o tratamento de homogeneização torna a subsequente decomposição da supersaturação da solução sólida mais rápida que a do material sem dispersóides. As partículas já existentes crescem primeiramente durante os estágios seguintes. O crescimento desses dispersóides é ainda insuficiente para que estas partículas estimulem a recristalização durante o recozimento.

Desde que dispersóides sempre inibem a recristalização, a utilização de práticas de homogeneização em altas temperaturas é sempre recomendada para operações comerciais visando produzir estrutura de grãos recristalizada durante o recozimento<sup>(2)</sup>.

## **TEXTURAS DE DEFORMAÇÃO**

Materiais de uma única fase - Laminados a quente

Para alumínio puro e ligas com baixa concentração de soluto, os quais não se recristalizam dinamicamente durante a laminação a quente, os componentes da textura de laminação a quente são similares às observadas em laminação a frio. Entretanto, o balanço entre os diferentes componentes pode variar, e normalmente um componente do latão mais acentuado é encontrado; para ligas Al-Mn-Mg, como por exemplo 3004, um aumento na

deformação resulta em um aumento do componente do latão em detrimento do componente do cobre<sup>(6)</sup>.

O efeito da temperatura de laminação a quente sobre a textura mostra que quanto maior a temperatura de laminação, maior (mais forte) será a textura de laminação.

#### Efeito de partículas

Pequenas partículas não influenciam a textura, enquanto que partículas grandes causam rotação do arranjo de distribuição dos átomos em materiais deformados a temperatura ambiente. Tais rotações aumentam com o tamanho da partícula e com a deformação, e é geralmente observado que a zona de deformação possui textura aleatória. Devido ao efeito local das partículas grandes, é esperado que sua presença cause diminuição na textura de laminação. Entretanto, comumente é observado que para pequenas concentrações de partículas grandes, seu efeito é pequeno, e outros fatores tais como tamanho de grão e textura inicial passam a ter mesma influência. Para altas concentrações de partícula grandes, o efeito é significativo e de muita importância.

### **DESENVOLVIMENTO DA TEXTURA DURANTE A LAMINAÇÃO A QUENTE**

É estabelecido que alumínio quando com pequenos teores de elementos de liga, desenvolve durante a laminação a quente uma textura “de metal puro”, isto sendo devido a alta energia de empilhamento deste tipo de metal. Exame de ligas submetidas a laminação em temperaturas variando entre 250°C e 500°C<sup>(1)</sup>, indicam que este tipo de textura se desenvolve bem quando o metal sofre reduções de aproximadamente 50%<sup>(1)</sup>.

A temperaturas mais baixas, passes seguintes gradualmente estreitaram a textura, e reduções maiores que 80% produzem texturas de “metal puro” totalmente desenvolvidas. Este estreitamento da textura, não parece possível de ser alcançado a altas temperaturas, e aparenta ser causado por um volume pequeno de material recristalizado, o qual é



produzido durante o intervalo entre passes, destruindo parte da textura de laminação. A recristalização entre passes ocorre predominantemente nos passes finais devido ao efeito de resfriamento dos cilindros de laminação ser maior neste estágio. De fato, a temperatura nestes estágios é reduzida, e a temperatura efetiva de recozimento é então maior que a temperatura de laminação. A energia disponível para a recristalização é correspondentemente maior, e a recristalização ocorre durante o reaquecimento para o próximo passe. Tais condições não são normalmente encontradas no processo industrial.

O desenvolvimento de subestruturas durante laminação começa nos contornos de grão e partículas grandes aparentemente não localizadas em regiões na zona de deformação. Deformação continua com os contornos de grão sendo primeiramente fontes de discordâncias, formando microcélulas instáveis e finalmente um arranjo estável de subgrão. O tamanho de subgrão desenvolve-se durante o passe de laminação e sendo assim, todas as propriedades estão de certa maneira dependentes das propriedades desenvolvidas durante o passe final.

Valores de “earring” após a laminação a frio e após laminação a frio e recozimento podem assim ser relacionados com as estruturas de laminação a quente.

## **ENERGIA ARMAZENADA**

Durante a deformação plástica, a energia mecânica é transformada em calor, e somente uma pequena parte da energia é armazenada no material deformado. A quantidade de energia armazenada é importante por controlar a força necessária para deformações seguintes e por ser parâmetro da taxa de controle de recuperação e recristalização<sup>(6)</sup>.

## **RECUPERAÇÃO**

Efeitos de recuperação são precursores a nucleação e crescimento, e as microestruturas de deformação e energia armazenada mudam durante a recuperação. Em condições de elevadas tensões e temperaturas (recuperação dinâmica), “cross-slip” é facilitado, em contraste com as condições de recuperação estática. A mobilidade das discordâncias é aumentada em todas as três dimensões, e as reações entre elas aumentadas. Consequentemente, estruturas de discordâncias de baixa energia (EDBE) são formadas<sup>(6)</sup>.

O efeito das partículas pequenas na recuperação aparenta ser o de apenas o de retardamento de crescimento de subgrão, devido a imobilização da discordâncias e contornos de subgrão. Este efeito de imobilização das partículas pequenas será reduzido durante recuperação dinâmica, devido ao “cross-slip”. Entretanto, parece que mesmo uma pequena concentração de pequenas partículas pode ter um efeito significativo no tamanho e na forma do subgrão em alumínio deformado a quente.

## **NUCLEAÇÃO E CRESCIMENTO**

Núcleos de recristalização formam-se na matriz independente do material ter sido deformado a quente ou a frio. Locais de nucleação são preferencialmente contornos de grão originais, bandas de transição e partículas grandes. Tais locais operam durante recristalização estática após deformação a frio, mas também acontecem em materiais deformados a altas temperaturas. Também de extrema importância é a presença de efeitos superpostos, tais como a presença de partículas grandes em bandas de transição ou mesmo em contornos de alto ângulo<sup>(6)</sup>.

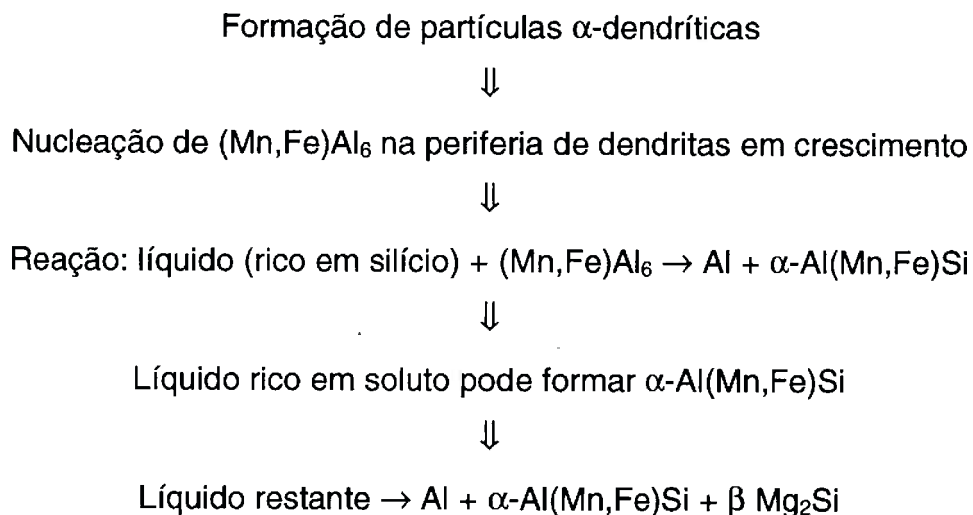
A importância de locais de nucleação muda de acordo com o aumento da temperatura, como já observado que contornos de grão originais são locais de nucleação dominantes durante a deformação a quente.

## PROCESSO PINDA

### Refusão:

A área da refusão de Pinda recebe das fábricas de extração de alumínio primário lingotes de alumínio puro e de ante-ligas. Juntando sucata interna, material reciclado de latas, e o material acima citado, forma-se uma “carga” que é levada a um forno de fusão. Assim que a carga é fundida, transfere-se a mesma para um forno de espera para que ocorra tratamento com  $N_2$  e  $Cl_2$  para que se possa reduzir teores de hidrogênio, álcalis, óxidos e partículas sólidas. Antes que se faça o tratamento, existe a necessidade de um acerto de composição química. Após todo o condicionamento da carga, ele é vazado. Antes que o material chegue aos moldes, passa por uma série de filtros que ajudam na remoção de inclusões.

Utiliza-se um sistema de resfriamento direto para a confecção de placas que chegam a possuir 610mm x 4900mm x 1650mm de respectivamente, espessura, comprimento e largura. Tem-se a seguir a seqüência de solidificação<sup>(13)</sup>:



Após vazamento e resfriamento, as placas são transferidas para a área de preparação de placas, onde tem-se a eliminação da camada superficial colunar proveniente da solidificação através de um processo de faceamento. As placas então são acondicionadas em fornos, onde passam por um processo de homogeneização.

A principal finalidade deste tratamento é a diminuição das heterogeneidades presentes devido a alta solidificação direcional. Nesta etapa, tem-se o crescimento de precipitados, dissolução de  $Mg_2Si$ , diminuição da supersaturação de Mn em solução sólida. O ciclo de pré-aquecimento (homogeneização) consiste em aquecer as placas, num total de treze, a até  $\pm 600^\circ C$ , mantê-las por aproximadamente 6 horas, resfriar até  $480^\circ C$  e manter por mais duas horas. Após esta etapa, elas estão prontas para serem laminadas.

#### Laminação a Quente:

O laminador a quente pertence a categoria de laminador quádruo reversível. Ele funciona como um laminador desbastador ("Breakdown Mill"). Nesta etapa do processo, tem-se a redução da espessura da placa de aproximadamente 580mm, até espessuras da ordem de 7mm, em etapas consecutivas. Como principais controles, pode-se citar as temperaturas dos últimos passes, o tamanho da bobina final e a espessura. A temperatura da placa assim que é colocada na mesa de laminação é  $460^\circ C$ , e alcança a temperatura de  $280^\circ C$  na saída do último passe. Esta pode ser considerada uma etapa crítica, sendo seu controle mais detalhado no capítulo a seguir. Após a laminação a quente a bobina fica resfriando até atingir temperatura ambiente (tempo aproximado de 24 horas), sendo após isso, levada à etapa final do processo, a laminação a frio.

#### Laminação a Frio:

Este laminador é do tipo quádruo não reversível. O material sofre dois passes seguidos até atingir espessura na qual sofre recozimento parcial, na temperatura de aproximadamente  $260^\circ C$ . Volta para a linha de laminação, e após sofrer uma pequena redução, aproximadamente 15%, volta ao forno para sofrer desta vez recozimento pleno, a cerca de  $370^\circ C$  visando que o material sofra recristalização completa. Após esta etapa, sofre três passes consecutivos, alcançando espessura final, que varia entre 0.3mm e 0.275mm. Durante o processo de laminação a frio, o material passa por etapas intermediárias de acabamento, como corte na largura ideal e

recobrimento com óleo. As etapas de acabamento são feitas em máquinas próprias, com facas laterais ajustadas na largura ideal. Este acabamento tem o propósito de ajuste fino, já que o laminador a quente fornece o material dentro de uma largura pré-definida (possui facas ajustáveis na saída, antes do bobinamento).

Segue então para ser embalado e enviado às fábricas de lata.

## TEORIA DO PROCESSO DE DUPLO RECOZIMENTO

A utilização de um laminador desbastador sem um laminador a quente de acabamento ("Tandem Mill"), acarreta em uma espessura final de laminação a quente maior. Normalmente ter-se-ia nesta etapa, recristalização estática completa do material, passando este por um recozimento automático devido a alta temperatura de saída do laminador e as condições microestruturais, com alta energia acumulada na matriz. Esta condição levaria a uma textura totalmente cúbica ( $90^\circ$ ), que com a seguinte laminação a frio alcançaria textura mista de deformação ( $45^\circ$ ) com cúbica, obtendo textura final a  $45^\circ$ , com pequena amplitude. A laminação a frio tende a aumentar a amplitude da textura a  $45^\circ$ , sendo tanto maior quanto maior a deformação<sup>(14)</sup>.

Este controle todo é necessário devido à necessidade de textura a  $45^\circ$  com pequena amplitude para a posterior estampagem na fábrica de latas.

Como a fábrica de Pinda não dispõe de um laminador de acabamento, tem seu material proveniente da laminação a quente em uma espessura maior. Assim se este material fosse recristalizado e laminado até a espessura final, o "earring" negativo ( $45^\circ$ ) seria muito alto; tem-se a necessidade de um processo intermediário de recozimento.

O problema é que sendo este recozimento realizado em uma única etapa, não seria possível obter encruamento necessário antes que ele fosse realizado para conseguir o tipo de recristalização desejada, além de não ser possível obter encruamento mínimo para alcançar as propriedades mecânicas desejadas. A única solução para este problema é a utilização de um processo intermediário de duplo recozimento.

Pode-se assim, explicar o processo utilizado em Pinda da seguinte maneira<sup>(14)</sup>:

a.) Prevenção de recristalização no estágio após a laminação a quente.

Garante-se assim que será possível obtenção de encruamento a frio suficiente para ocorrer recristalização somente quando necessário. Impede-se também a formação de textura de cisalhamento. Figura 2a.).

b.) Recozimento parcial.

Existe a necessidade desta etapa para a redução, por recuperação ou recristalização, da energia armazenada ao redor das partículas de segunda fase. Isto porque grãos que nucleiam nestas partículas possuem textura aleatória, ao contrário da textura cúbica desejada, a qual fornece “earing” a  $90^\circ$ . Figura 2b.).

c.) Reduções leves.

Após recuperação ou recristalização ao redor das partículas, introduz-se leves reduções, as quais causam acúmulo de energia na matriz, para facilitar a etapa seguinte do processo. Figura 2c.).

d.) Recozimento pleno.

Ocorre a recristalização total na matriz, longe das partículas já com zonas recristalizadas ao seu redor. Esta recristalização na matriz produz textura cúbica, o que, junto com as deformações a frio finais que acarretam em textura de deformação, produz “earing” baixo a  $45^\circ$ . Figuras 2d.). (durante recozimento pleno) e 2e.) (após recozimento pleno).

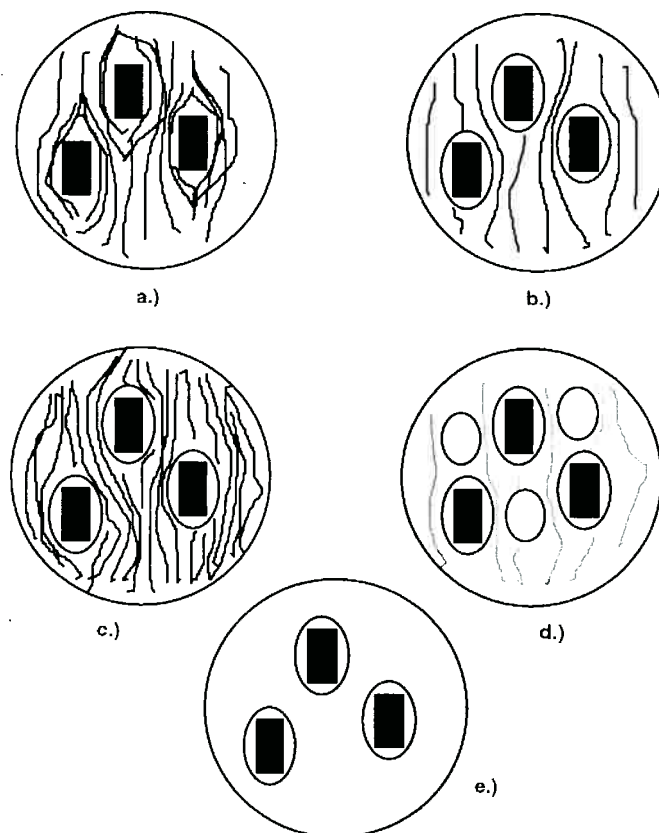


Figura 2. Sequência de acontecimentos durante o recozimento parcial e pleno que ocorrem durante a laminação a frio.

## **MÉTODO DE DELINEAMENTO ESTATÍSTICO DE EXPERIÊNCIAS (“STATISTICAL DESIGN OF EXPERIMENTS”)**

Experimentos são freqüentemente elaborados, objetivando avaliar os efeitos de uma ou mais variáveis que influenciam um resultado. Os projetos de experimentos estatísticos são ferramentas de uso simples e econômico e podem contribuir na manipulação de informações. Os dados, só passam a ser significativos quando relacionados através da concepção de um modelo para um fenômeno a ser estudado<sup>(9)</sup>.

Explorando as relações entre os fatores de processo, pode parecer razoável a primeira vista adotar uma abordagem onde as variações completas são estudadas. O resultado do projeto pode conter todas as combinações de vários níveis de todos os parâmetros de processo. Entretanto, quando as experiências forem realizadas, usualmente as situações revelam-se contrárias. Quando da realização de um projeto, as seguintes considerações devem ser formuladas:

- a. Quais são as variáveis mais importantes ?
- b. Quais as variações a serem estudadas ?
- c. Qual o sistema no qual os fatores e os efeitos são medidos ?
- d. Qual as variáveis que realmente devem ser estudadas ?
- e. Pode-se mudar o objetivo da pesquisa, em função dos resultados!

Procedimento para elaboração de um S.D.E.

Inicialmente, determina-se o conjunto de experimentos com base num conhecimento do processo a ser estudado, além da complexidade desejada. Dependendo do número de variáveis a serem analisadas, escolhe-se o conjunto mais apropriado a fim de se alcançar os objetivos com os recursos disponíveis; pode-se utilizar apenas um experimento com todas as variáveis, ou vários experimentos com número menor de variáveis.

Durante a realização do experimento, todas as informações possíveis são coletadas. Todas as alternativas devem ser conhecidas a priori. Toda a seqüência de experimentos deve ser realizada em função de experimentos anteriores.



O experimento pode ser utilizado para construir um processo, avaliar um problema através de interações entre os componentes e ainda para a obtenção de informações complementares sobre um processo para o consumo de gastos mínimos.

Pode-se citar como fatores realmente importantes na indústria a produtividade, a qualidade, o custo dos produtos. Assim a ferramenta acaba agregando um valor maior que o simples fato de ser barata e muito precisa: ela traz resultados de muita importância.

#### Realização e obtenção de resultados

A identificação das variáveis a serem estudadas deve ser feita de modo que elas sejam independentes dentro do processo. Os níveis a serem definidos como “altos” e “baixos” deve estabelecer padrões que não excedam limites seguros de produção. Realizado isto, monta-se a matriz de sinais, coleta-se as informações e interpreta-se os resultados, com base em conhecimentos do assunto, neste caso metalúrgicos e em informações já coletadas ou publicadas.

A matriz de sinais acima citada nada mais é do que a representação de todas as combinações possíveis das variáveis em questão. Vê-se abaixo um exemplo desta matriz, com três variáveis sendo analisadas.

Tabela 6. Exemplo de matriz de sinais, onde sinal + indica alto valor, enquanto sinal - indica baixo valor para as variáveis.

<i>Ordem da experiência</i>	<i>Variável A</i>	<i>Variável B</i>	<i>Variável C</i>
<b>1</b>	-	-	-
<b>2</b>	+	-	-
<b>3</b>	-	+	-
<b>4</b>	+	+	-
<b>5</b>	-	-	+
<b>6</b>	+	-	+
<b>7</b>	-	+	+
<b>8</b>	+	+	+

De posse dos resultados calcula-se os efeitos das variáveis isoladas e das suas respectivas interações. Todos os cálculos podem ser realizados com base no algoritmo de Yates<sup>(15)</sup>.

A partir dos resultados obtidos do algoritmo (os quais foram obtidos a partir de uma planilha eletrônica), montamos uma curva dos respectivos valores de efeito contra ordem crescente de efeitos em um papel de distribuição normal, no qual o espaçamento das ordenadas é tal que pontos que seguem uma distribuição normal de probabilidades determinam uma linha reta nesta curva.

A interpretação da curva mostra que pontos que não estejam “contidos” em uma reta, indicam variáveis que possuem influência significativa na propriedade estudada.

## MÉTODOS

Como já havia sido escolhida a liga juntamente com a aplicação, o que implicava em valores de variáveis de controle pré-definidos, faltava apenas estabelecer quais seriam estas variáveis e quais seriam os valores (+) e (-) das mesmas para a realização do experimento. A escolha das variáveis, levou em conta interesses da empresa, Alcan Alumínio do Brasil Ltda., e também o fato de estar sendo feito um outro experimento semelhante, outro S.D.E., na laminação a quente, o qual visava estabelecer quais seriam as variações de resposta para um futuro novo processo a ser utilizado após o projeto de expansão da fábrica de Pindamonhangaba estar concluído. Este projeto foi elaborado pelo laboratório da Alcan International Limited localizado em Kingston, Canadá, e realizado no mês de julho na unidade da Alcan de Pindamonhangaba. Assim, como este projeto possuía as variáveis de estudo sendo o teor de Mn, a temperatura de homogeneização e velocidade de último passe de laminação a quente, as escolhas para o outro S.D.E. foram as seguintes: velocidade de penúltimo passe de laminação a quente, temperatura final de laminação a quente e redução de último passe.

Como os valores limites das variáveis para efeito de estudo do S.D.E. devem ser significativamente (suficientemente) diferentes, foram escolhidos os seguintes valores:

Tabela 7. Valores escolhidos para as variáveis e seus níveis.

<i><b>Variável</b></i>	<i><b>Valor alto</b></i>	<i><b>Valor baixo</b></i>	<i><b>Valor atual</b></i>
<i><b>Teor de Mn (%)</b></i>	1.1	0.9	limites de especificação
<i><b>Temperatura de Homogeneização (°C)</b></i>	510	480	480
<i><b>Velocidade do último passe (mpm)</b></i>	100	85	85*

\* Na verdade esta variável não possui valor fixo, sendo este dependente da temperatura de saída do material. Ajusta-se a velocidade visando temperatura alvo.

Tabela 8. Valores escolhidos para as variáveis e seus níveis.

<i>Variável</i>	<i>Valor alto</i>	<i>Valor baixo</i>	<i>Valor atual</i>
<b>Velocidade do penúltimo passe (mpm)</b>	equivalente a 400°C	equivalente a 380°C	equivalente a 380°C
<b>Temperatura de último passe (°C)</b>	290°C*	255°C*	275°C*
<b>Redução no último passe</b>	16mm - 7.4mm	15.2mm - 7.4mm	15.5mm - 7.4mm

\* Como já dito antes, o controle da temperatura é feito com ajuste da velocidade, baseando-se nos resultados da placa laminada anteriormente.

Tomando como base estas tabelas, foi montada a matriz de sinais da realização das experiências.

Tabela 9. Matriz de sinais, indicando a ordem das experiências.

<i>Ordem da experiência</i>	<i>Teor de Mn (%)</i>	<i>Temperatura de Homogeneização (°C)</i>	<i>Velocidade do último passe (mpm)</i>
<b>1</b>	0.9	480	85
<b>2</b>	1.1	480	85
<b>3</b>	0.9	510	85
<b>4</b>	1.1	510	85
<b>5</b>	0.9	480	100
<b>6</b>	1.1	480	100
<b>7</b>	0.9	510	100
<b>8</b>	1.1	510	100

Tabela 10. Matriz de sinais, indicando a ordem das experiências.

<i>Ordem da experiência</i>	<i>Velocidade do penúltimo passe (mpm)</i>	<i>Temperatura de último passe (°C)</i>	<i>Redução</i>
<b>1</b>	equivalente a 380°C	480	85
<b>2</b>	equivalente a 400°C	480	85
<b>3</b>	equivalente a 380°C	510	85
<b>4</b>	equivalente a 400°C	510	85
<b>5</b>	equivalente a 380°C	480	100
<b>6</b>	equivalente a 400°C	480	100
<b>7</b>	equivalente a 380°C	510	100
<b>8</b>	equivalente a 400°C	510	100

De acordo com o delineamento de experimentos estatísticos, a ordem da realização das experiências deve ser definida de forma aleatória. Um grande problema encontrado foi o de dispor de oito bobinas em dias aleatórios, além de pequenas limitações encontradas durante a realização. Os ciclos de homogeneização são feitos em fornos que comportam treze placas da liga 3004 no tamanho de 1650x4900x610mm; portanto seria difícil a disponibilização de outras dezenas de bobinas para a realização do experimento. Outro fator limitante foi o da redução; para as reduções mais altas com temperaturas baixas, devido a problemas de equipamento, foi necessário programar estes testes para um dia em que estivessem em uso cilindros de laminação de diâmetro maior, acarretando em cargas de laminação menores.

Cuidados foram tomados para que o controle sobre as variáveis utilizadas fossem os mais precisos possíveis, com monitoramento constante. Monitoramento da temperatura foi feito em vários momentos, temperatura dos fornos controladas com termopares em cada placa do experimento, tempo total de laminação, também o tempo de transferência dos fornos para o laminador, evitando perdas térmicas, assim como a sequência de laminação, tornando o experimento isento de tendências. Qualquer diferença no processo que pudesse fazer com que os resultados apresentassem desvios foi eliminada, e no caso de impossibilidade, utilizadas bobinas reservas.

Como o objetivo do experimento realizado pela equipe de processo era diferente do outro (ganho de produtividade x processo futuro), não foi realizado um controle tão específico, pois este poderia realizar uma influência que normalmente não existiria no processo habitual. Para estes casos (estas bobinas) foi utilizado o processo normal, apenas alterando os valores das variáveis quando necessários.

As temperaturas foram medidas com o auxílio de um pirômetro manual de contato, para as medidas do último passe, e de um pirômetro de contato localizado em baixo da mesa de laminação, do lado dos passes ímpares. As velocidades são apontadas pelo programa de controle do laminador, sendo estes valores reais, medidos instantaneamente a cada passe.

Após o bobinamento e conseqüente resfriamento, foram retiradas amostras de 300mm de comprimento, com largura de 1650mm (largura da bobina) e com a espessura sendo a final de laminação. Estas amostras são retiradas descartando aproximadamente 5 voltas da ponta e somente então cortadas. É analisado o perfil do material, e somente então a amostra é disponibilizada para quaisquer testes futuros. Assim, foram cortados pedaços pequenos na região do centro da largura. Estes pedaços foram levados ao laboratório metalográfico, embutidos, lixados na sequência de lixas 220, 400, 600, polidos em pasta de diamante, depois no óxido de Mg e finalizando em pasta de sílica. Somente então são atacados eletroliticamente com ácido fluobórico ( $\text{HBF}_4$ ) em concentração de 1.8%. Após todo este procedimento é que foram medidas as espessuras da camada recristalizada das diversas amostras, utilizando uma régua em escala. Com as medidas da camada recristalizada, foi feito o processamento de acordo com o algoritmo de Yates, levantando-se as curvas de probabilidade acumulada em função do efeito, para se saber qual a variável de maior influência.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados coletados durante a realização estão representados nas tabelas a seguir (tabela 11 e 12). Aqui pode-se verificar o controle em experiências com fins totalmente de processo (S.D.E. - Canadá) e com fins de produção mas com um controle de processo. Tem-se também tabelados os valores da espessura de camada recristalizada para cada amostra (tabela 13).

Além disso, foram analisadas as condições da dispersão de precipitados e de como estava a microestrutura do material, no antepenúltimo passe (32mm) e no penúltimo passe (15.5mm). Para a espessura de 15.5mm, foram utilizados dois resfriamentos diferentes, um a temperatura ambiente, para verificar como se comporta o material e outro resfriado com água, para análise da microestrutura naquele instante.

Tabela 11. Valores das variáveis de controle do S.D.E. realizado pela equipe de processo da unidade da Alcan de Pindamonhangaba. Indica-se por F1 o penúltimo e por F0 o último passe.

<b>OT</b>	<b>Espessura F1 - F0</b>	<b>Temperatura F1</b>	<b>Velocidade F1</b>	<b>Temperatura F0</b>	<b>Velocidade F0</b>
<b>56015</b>	16 - 7.4	376	62	289	88
<b>56017</b>	16 - 7.4	381	63	255	78
<b>56019</b>	15.2 - 7.4	380	65	254	70
<b>56039</b>	15.2 - 7.4	378	65	286	90
<b>56041</b>	15.2 - 7.4	402	74	294	80
<b>56027</b>	15.2 - 7.4	403	70	260	70
<b>56929</b>	16 - 7.4	395	70	240	64
<b>40314</b>	16 - 7.4	398	70	293	88

A tabela acima (tabela 11) mostra os valores obtidos com a realização do experimento. Tem-se os valores de velocidade utilizados com as respectivas temperaturas medidas. Além disso temos a identificação da redução sofrida por cada placa.



Tabela 12. Valores das variáveis de controle do S.D.E. elaborado pelo laboratório da Alcan International Limited localizado em Kingston, Canadá.

Diam. dos cilindros sup.: 921.1 mm Inf.: 925.4 mm

Forno	Posição	Temperatura	Liga	Identific	F1 speed	F0 speed	F2 temp.	F1 temp.	F0 temp.
1	1	480	3004B	56134	65	84	415	381	268
1	2	480	3004B	56147	67	84	415	383	272
1	3	480	3004B	56082	67	84	416	381	270
1	4	480	3004B	56083	67	100	414	382	300
6	4	480	3004B	55956	69	84	?????	380	272
2	1	510	3104	56089	65	84	432	393	282
2	2	510	3004B	56084	60	84	430	388	281
2	3	510	3104	56085	60	100	430	386	305
1	5	480	3104	56086	67	84	415	381	276
2	4	510	3104	56087	60	84	425	385	280
1	6	480	3104	56088	67	100	415	383	303
2	5	510	3004B	56073	60	100	430	383	309
1	7	480	3004B	56075	67	100	416	384	309
1	8	480	3104	56090	67	100	414	380	306
2	6	510	3004B	56074	60	84	428	387	284

#### TEMPERATURAS das BOBINAS

Coil ID	F0 speed	Internal diameter	Half of diameter	External diameter	Drive side	Pirômetro automático	General information
56134	84	254	265	272	269	268	emulsion = 54°C *
56147	84	251	268	273	271	272	*
56082	84	252	267	271	268	270	emulsion = 55°C **
56083	100	281	298	298	300	300	**
55956	84					272	**
56089	84	260	279	279	282	282	emulsion = 59°C **
56084	84	263	278	280	283	281	**
56085	100	286	304	300	307	305	F2 speed = 70mpm **
56086	84	265	274	274	277	275	**
56087	84	263	277	277	280	279	F2 speed = 70mpm **
56088	100	288	301	298	305	303	**
56073	100	286	305	304	310	309	F2 speed = 70mpm **
56075	100	288	307	306	310	309	**
56090	100	285	304	289	306	306	**
56074	84	266	281	276	286	284	F2 speed = 70mpm **

\* Temperature measurements of external diameter was taken after 5 laps and internal diameter after 8 laps

\*\* Temperature measurements of external diameter was taken after 7 laps and internal diameter after 10 laps

A tabela 12 mostra todas as variáveis utilizadas, assim como todas as que forma controladas, com seus respectivos valores. As diferentes cores identificam quais placas foram utilizadas (vermelho), as reservas (azul) e as utilizadas para o laminador entrar em regime térmico (preto). Verifica-se o posicionamento das placas dentro dos fornos, além da temperatura da emulsão (sistema de resfriamento) e de diversas temperaturas obtidas em diferentes pontos da bobina

As tabelas a seguir (14 e 15) mostram os Algoritmos de Yates para os dois experimentos. Já as figuras 3 e 4, mostram as curvas da probabilidade acumulada em função dos efeitos de cada combinação das variáveis.



Tabela 13. Valores da camada recristalizada para as diversas bobinas utilizadas no experimento.

<b>Identificação (n° da bobina)</b>	<b>Espessura da lâmina (mm)</b>	<b>Tamanho de Grão (ASTM)</b>	<b>Esp. da camada recristalizada (µm)</b>
<b>Bobina normal</b>	32	6.5	3650
<b>Bobina normal</b>	15.5 (resfr. forçado)	6.5	2320
<b>Bobina normal</b>	15.5 (resfr. normal)	6.5	4800
<b>56085</b>	7.4	7.5	1050
<b>56087</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56086</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56088</b>	7.4	7.5	710
<b>56090</b>	7.4	7.0	510
<b>56019</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56039</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56041</b>	7.4	6.5	300
<b>56027</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56015</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56017</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56084</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56073</b>	7.4	6.5	1260
<b>56074</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56082</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56083</b>	7.4	encruado	encruado
<b>56075</b>	7.4	7.0	780
<b>56929</b>	7.4	encruado	encruado
<b>40314</b>	7.4		820

Tabela 14. Algoritmo de Yates para o experimento realizado pela equipe de processo da fábrica de Pindamonhangaba.

**Algoritmo de Yates para experimento de tamanho 8**

Experimento: Mudanças de processo (F1 e F0) no Laminador a quente

Resposta: Espessura da camada recristalizada

Data: 16/07/97

Ordem de Trabalho	Sequência padrão	Variável A (redução)	Variável B (T de F1)	Variável C (Vel. F0)	Sequência de laminação	Valor da medida	I	II	III	divisor	efeito	ranking média	label média
56019	1	-	-	-		0	0	0	1120	8	140		
56929	2	+	-	-		0	0	1120	520	4	130	5	A
56027	3	-	+	-		0	820	0	-520	4	-130	3	B
56017	4	+	+	-		0	300	520	-1120	4	-280	1	AB
56039	5	-	-	+		0	0	0	1120	4	280	7	C
40314	6	+	-	+		820	0	-520	520	4	130	6	AC
56041	7	-	+	+		300	820	0	-520	4	-130	4	BC
56015	8	+	+	+		0	-300	-1120	-1120	4	-280	2	ABC

Tabela 15. Algoritmo de Yates para o experimento elaborado pelo Laboratório da Alcan International Limited.

Algoritmo de Yates para experimento de tamanho 8

Experimento: Mudanças de processo (F1 e F0) no Laminador a quente

Resposta: Espessura da camada recristalizada

Data: 16/07/97

Ordem de Trabalho	Sequência padrão	Variável A (teor de Mn)	Variável B (T de forno)	Variável C (Vel. F0)	Sequência de laminação	Valor da medida	I	II	III	divisor	efeito	ranking média	label média
56086	1	-	-	-	9	0	0	0	3800	8	475		
56082	2	+	-	-	3	0	0	3800	280	4	70	3	A
56087	3	-	+	-	10	0	1490	0	820	4	205	5	B
56074	4	+	+	-	15	0	2310	280	140	4	35	1	AB
56088	5	-	-	+	11	710	0	0	3800	4	950	7	C
56083	6	+	-	+	4	780	0	820	280	4	70	4	AC
56085	7	-	+	+	8	1050	70	0	820	4	205	6	BC
56073	8	+	+	+	12	1260	210	140	140	4	35	2	ABC

Foram usados os valores da OT 56075, que se tratava da substituta da 56083!

obs.: 1 e 2 = warm up  
5 e 6 = warm up  
7 descartada (parametrizando)  
13 e 14 = reservas  
15 no lugar da 7

Probabilidade acumulada

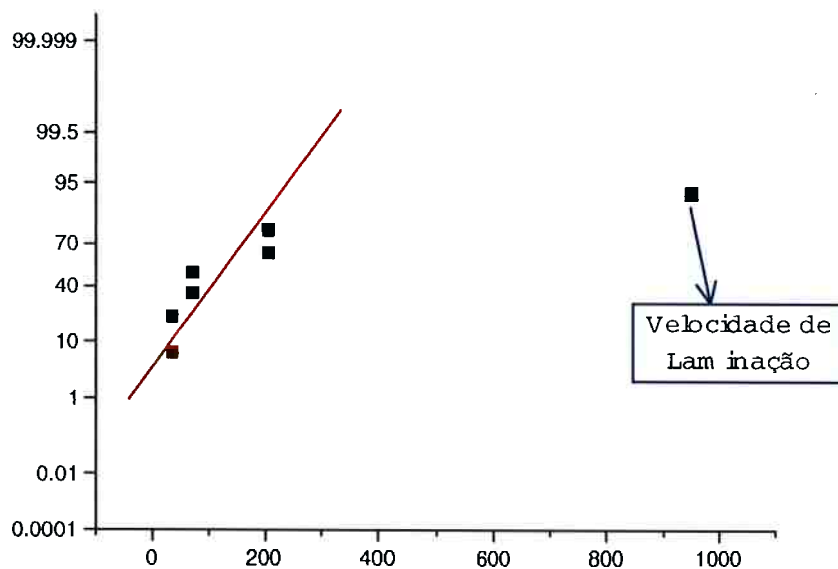


Figura 3. Curva de probabilidade acumulada normal em função da espessura da camada recristalizada, para o S.D.E.-Canadá. Ponto isolado indica velocidade de laminação.

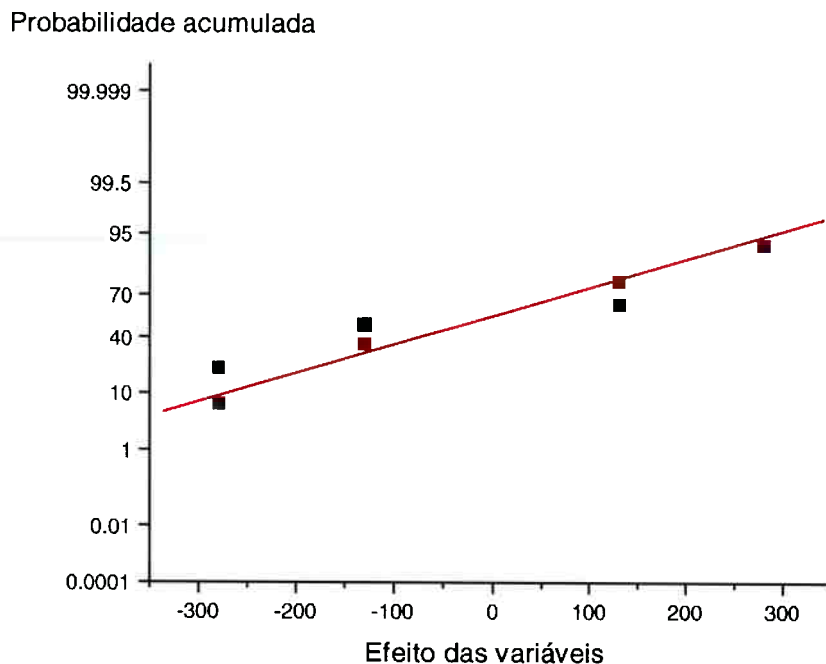


Figura 4. Curva de probabilidade acumulada normal em função da espessura da camada recristalizada, para o S.D.E.-Pindamonhangaba.

Pela análise das curvas de probabilidade acumulada em função dos efeitos das variáveis, pode-se verificar que para o S.D.E.-Canadá, a variável que possui maior influência é a velocidade do último passe de laminação. Esta determinação é baseada no fato desta variável fornecer um ponto muito “isolado” dos outros, como indicado na figura 3 pela seta. Isto indica que a mesma não está enquadrada nas variações normais que qualquer outra variável forneceria. O grande ponto de confronto está no fato da velocidade de último passe de laminação influir em muito na produtividade do laminador. Na necessidade de altos valores de velocidade para poder suprir uma alta demanda de um período, ou mesmo de uma mudança de processo, isto ocorrerá em detrimento dos valores de “earring”; consequentemente, uma fonte potencial de problemas de qualidade na linha de latas.

A influência da velocidade de último passe de laminação a quente na formação da camada recristalizada consiste na diminuição da temperatura de início de recristalização. Isto porque está, na verdade, ocorrendo um aumento da taxa de deformação. Além disso, tem-se que com aumento da velocidade, observa-se conseqüente aumento da temperatura na saída do laminador, pois o metal fica menos tempo na mesa sofrendo resfriamento

pela ação do jato de “coolant” na saída do laminador. Isto facilita com que os mecanismos envolvidos na recristalização<sup>(6)</sup> ocorram com maior facilidade. Portanto é de se esperar que com aumento da velocidade a espessura da camada recristalizada seja maior.

Os efeitos da temperatura de homogeneização e do teor de Mn podem ser explicados da seguinte maneira:

Para teores menores de Mn (liga AA 3104), existe uma tendência a ter menor quantidade deste elemento em solução sólida. Teores menores de manganês em solução sólida tendem a facilitar a ocorrência da recristalização. Esta mudança foi feita visando o novo processo de laminação a quente que será introduzido com a chegada do laminador de acabamento (“Tandem Mill”). O processo deste novo laminador exige que no final da laminação a quente o material esteja completamente recristalizado.

O efeito da utilização de dois estágios durante a homogeneização é resumido pela necessidade de diminuir o teor de Mn presente em solução sólida para níveis mais baixos. Todo o Mn precipitado durante o primeiro estágio do ciclo de homogeneização, assim como os demais elementos, é na forma de partículas primárias. Na etapa do segundo estágio, tem-se a precipitação, principalmente de Mn, na forma de dispersóides. Assim, a utilização de uma prática com valores mais altos de temperatura, faz com que o Mn fique presente em solução sólida em teores mais elevados. Para mesmo tempo de permanência num tratamento de homogeneização, a temperaturas diferentes, tem-se que a resistividade elétrica medida, pode variar até 20%<sup>(16)</sup>. A resistividade está diretamente relacionada com o teor de Mn em solução sólida; quanto maior a resistividade, maior o teor de Mn presente desta maneira. Tem-se que durante todo o processo o teor de Mn presente em solução sólida diminui. Entretanto é a forma na qual ele irá precipitar que causa mudanças no comportamento microestrutural do material. Para o caso de Pinda, este segundo estágio também tem como objetivo diminuir a temperatura para início de laminação. Com temperatura mais alta de entrada, utilizando a mesma seqüência de laminação, tem-se temperatura mais alta de saída.

A curva de probabilidade acumulada normal para o S.D.E.-Pinda, indica que todos os pontos dos efeitos das variáveis analisadas estão dentro

das variações normais do processo. A influência da velocidade de último passe não se mostrou significativa pelo fato desta variação estar dentro de limites mais estreitos (abaixo de 300°C). Resultados obtidos anteriormente<sup>(8)</sup> mostraram que nenhuma bobina com temperatura de saída acima de 300°C apresentou formação de camada recristalizada. Tem-se que o maior valor de temperatura obtido foi 294°C (ver tabela 11). Assim os valores obtidos para a temperatura não são altos o suficiente para acelerar os processos de recuperação e recristalização.

A variação da redução não mostrou ter uma influência tão grande quanto esperada. Ela afeta o comportamento do material por fornecer maior encruamento (deformação) e conseqüentemente maior energia para que a recristalização ocorra. Tem-se assim uma menor temperatura para o início da recristalização.

A temperatura do penúltimo passe também se mostrou pouco influente. Os valores obtidos indicaram que para haver uma mudança microestrutural no material nesta espessura (15,5mm), é necessária uma mudança mais acentuada nos valores de temperatura. A maior influência é a de fazer com que o material fique mais quente no passe seguinte, podendo até causar alterações na microestrutura.

## CONCLUSÃO

Pode-se concluir que, a partir dos resultados observados, a velocidade de último passe de laminação a quente possui um efeito significativo no que diz respeito a formação da camada recristalizada.

O S.D.E.-Canadá mostrou que caso exista a necessidade de testes no laminador desbastador para o futuro processo, estes não trarão maiores problemas. As variáveis teor de Mn e temperatura de ciclo de homogeneização não possuem efeitos significativos na formação da camada.

A realização do S.D.E.-Pinda serviu para comprovar que os limites atuais de processo podem ser melhor explorados, pois nenhuma das variáveis estudadas, com valores dentro dos limites do processo, apresentou influência significativa.

## ANEXOS

A seguir observa-se as fotos das microestruturas das amostras utilizadas em ambos os S.D.E. No caso das amostras com camada recristalizada, pode-se observar claramente a região com grãos bem definidos.

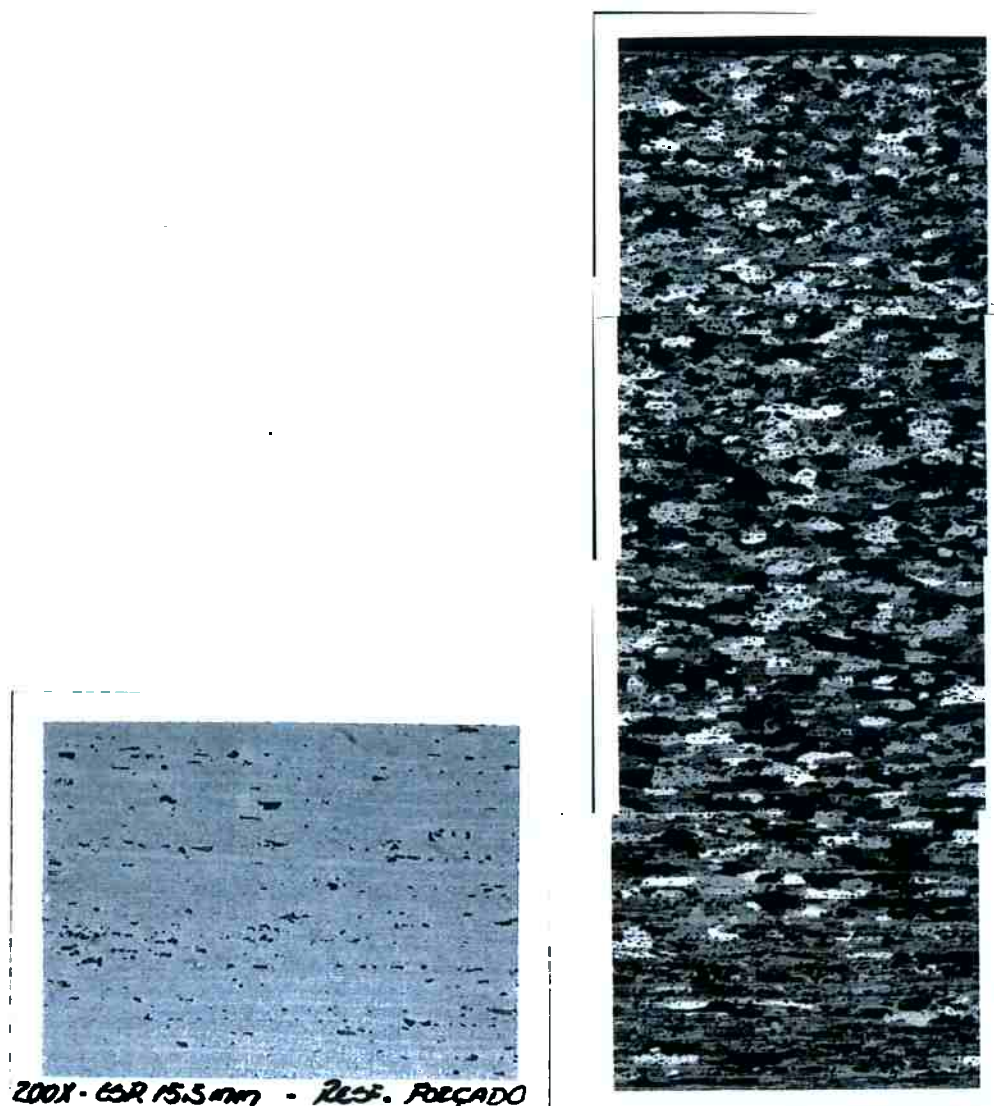


Figura 5. a.) Dispersão de precipitados. b.) Micrografia mostrando região recristalizada próxima a superfície e o centro encruado. Ambas as fotos tiradas a 15,5mm com resfriamento forçado.



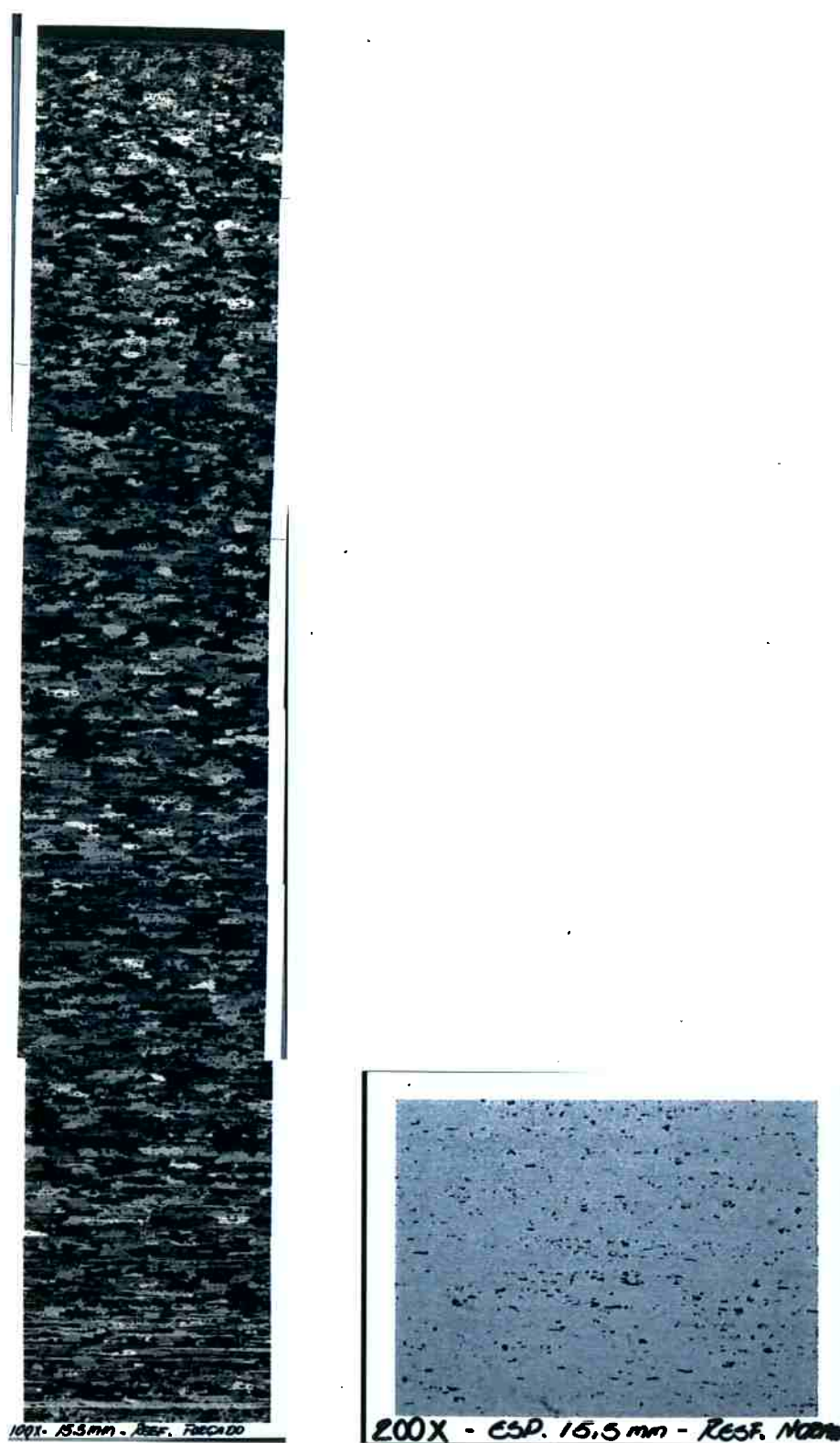


Figura 6. a.) Micrografia mostrando região recristalizada próxima a superfície e o centro encruado. b.) Dispersão de precipitados Ambas as fotos tiradas a 15,5mm com resfriamento normal.



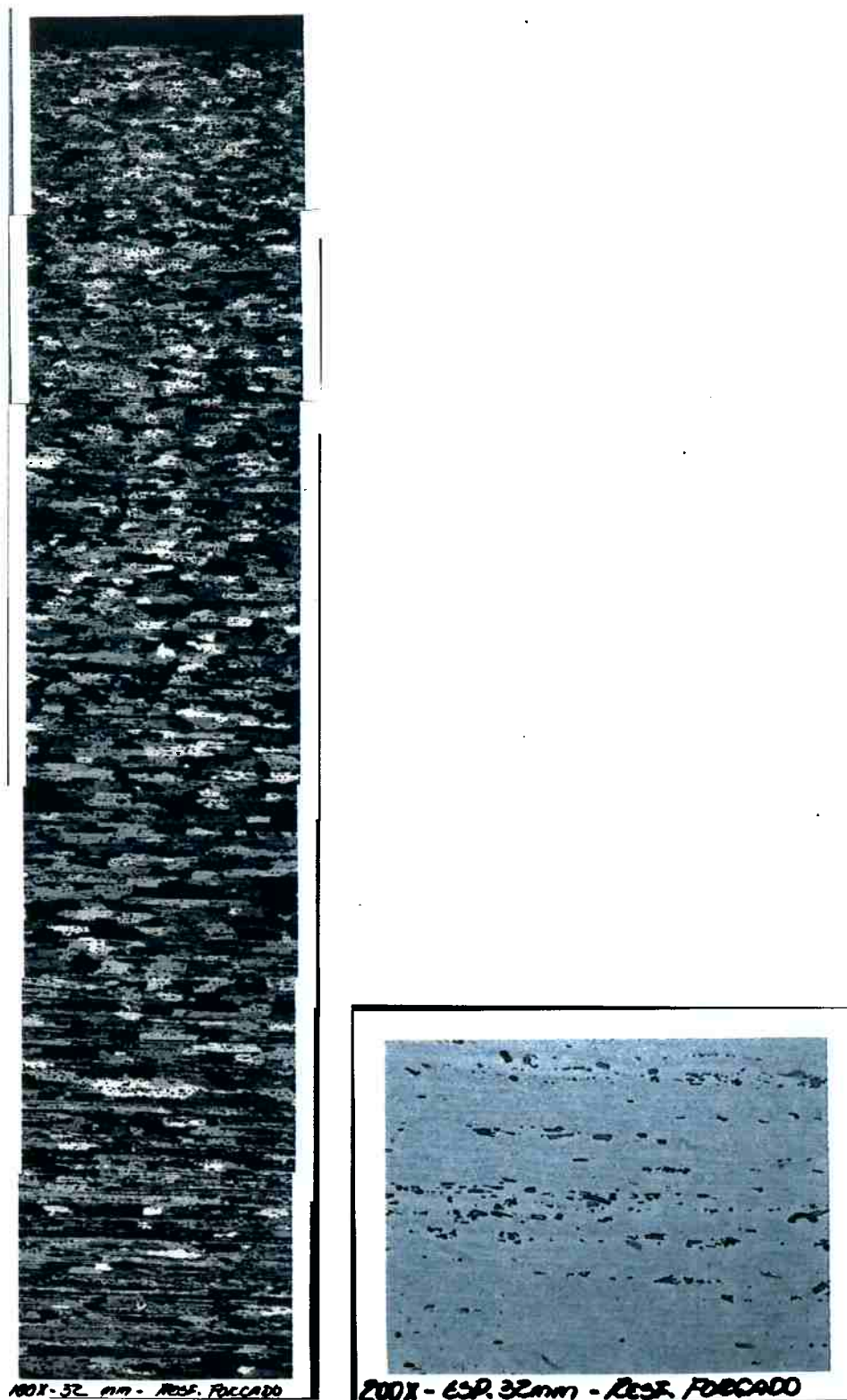


Figura 7. a.) Micrografia mostrando região recristalizada próxima a superfície e o centro encruado. b.) Dispersão de precipitados Ambas as fotos tiradas a 15,5mm com resfriamento normal.

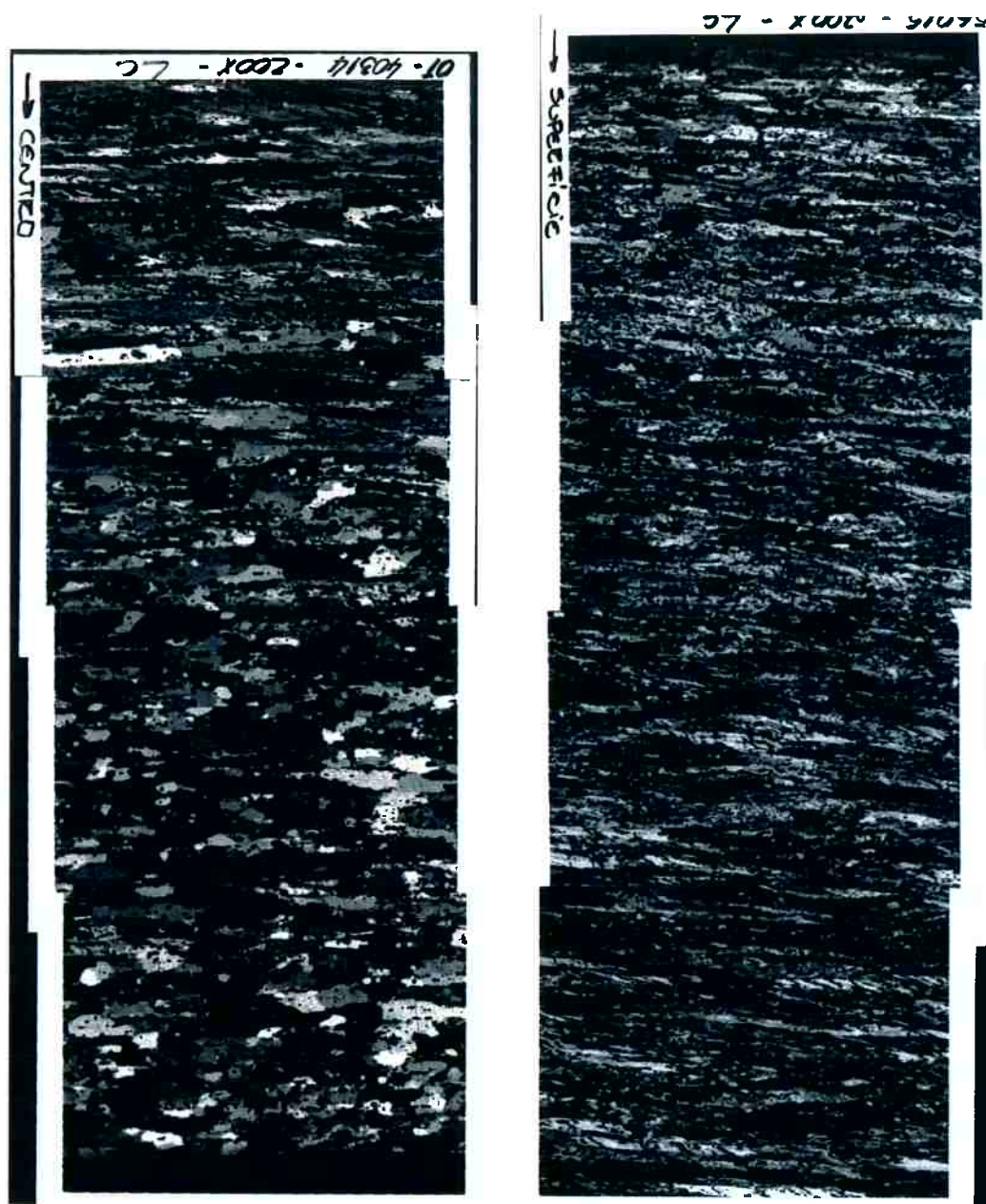


Figura 8. a.) Micrografia mostrando região recristalizada próxima a superfície e o centro encruado, amostra 40314. b.) Amostra 56015, totalmente encruada.



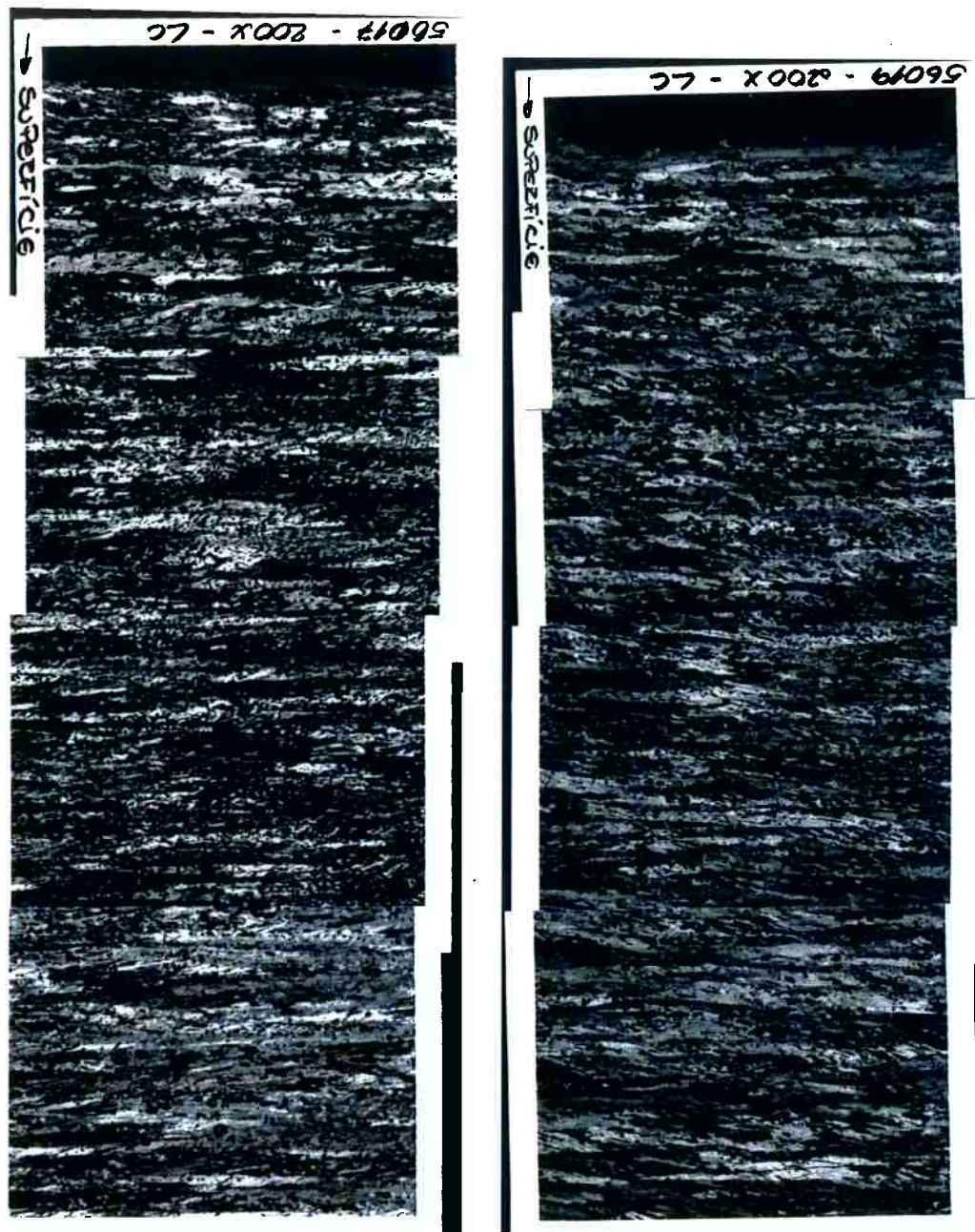


Figura 9. Micrografia mostrando amostras totalmente encruadas, tanto na superfície como no centro. a.) Amostra 56017. b.) Amostra 56019.

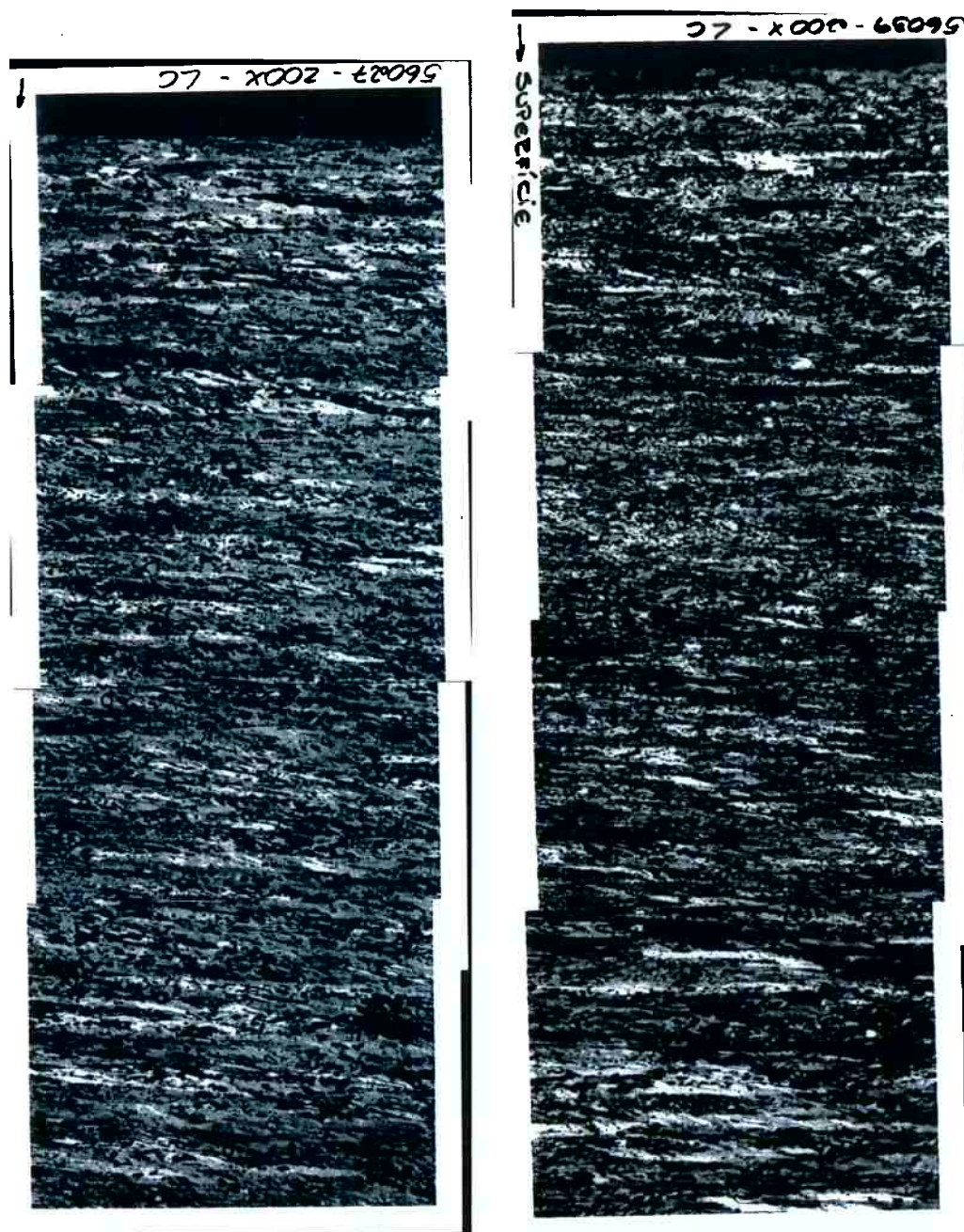


Figura 10. Micrografia mostrando amostras totalmente encruadas, tanto na superfície como na centro. a.) Amostra 56027. b.) Amostra 56039.



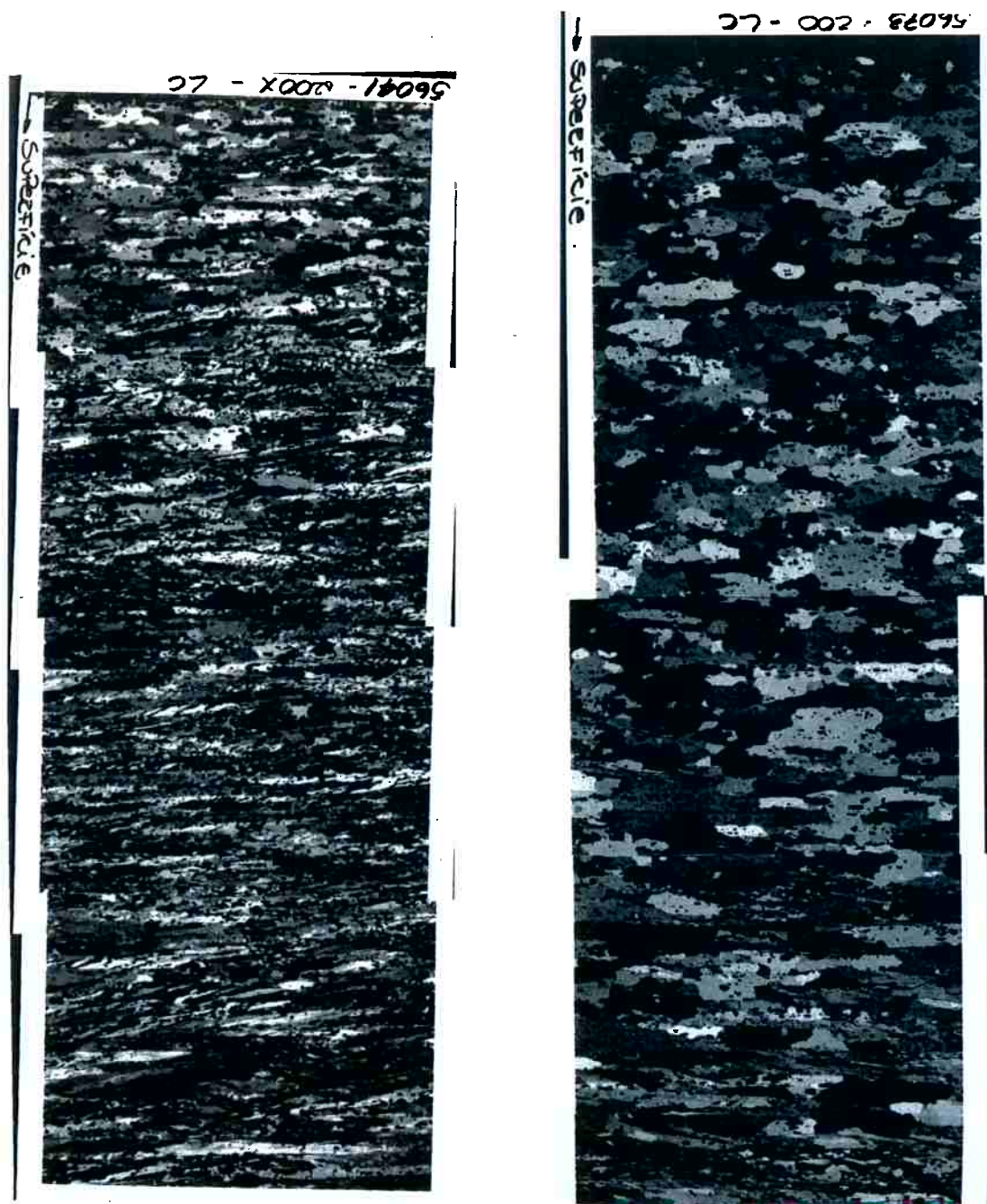


Figura 11. Micrografia mostrando região recristalizada próxima a superfície e o centro encruado.  
a.) Amostra 56041. b.) Amostra 56073.

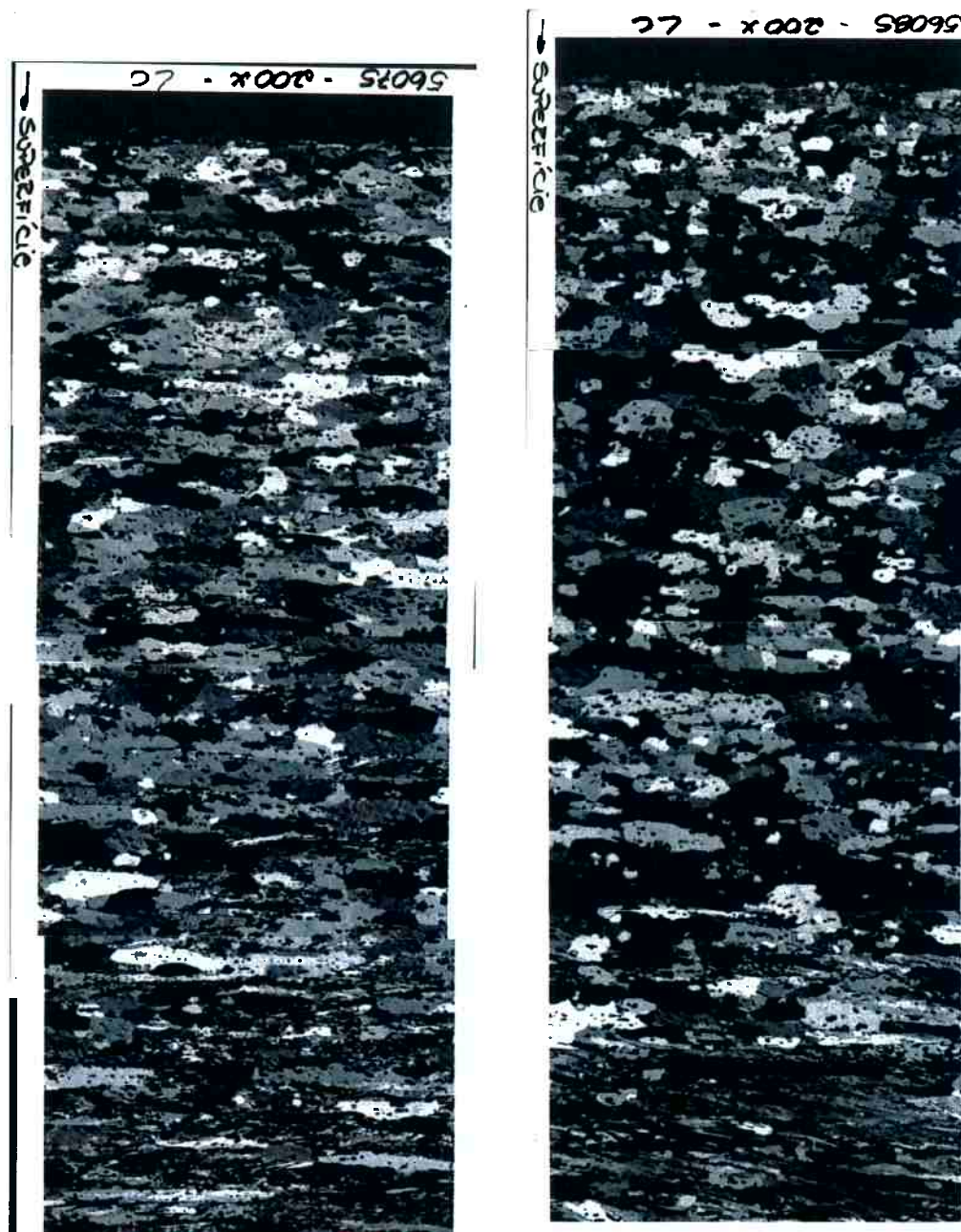


Figura 12. Micrografia mostrando região recristalizada próxima a superfície e o centro encruado.  
a.) Amostra 56075. b.) Amostra 56085.



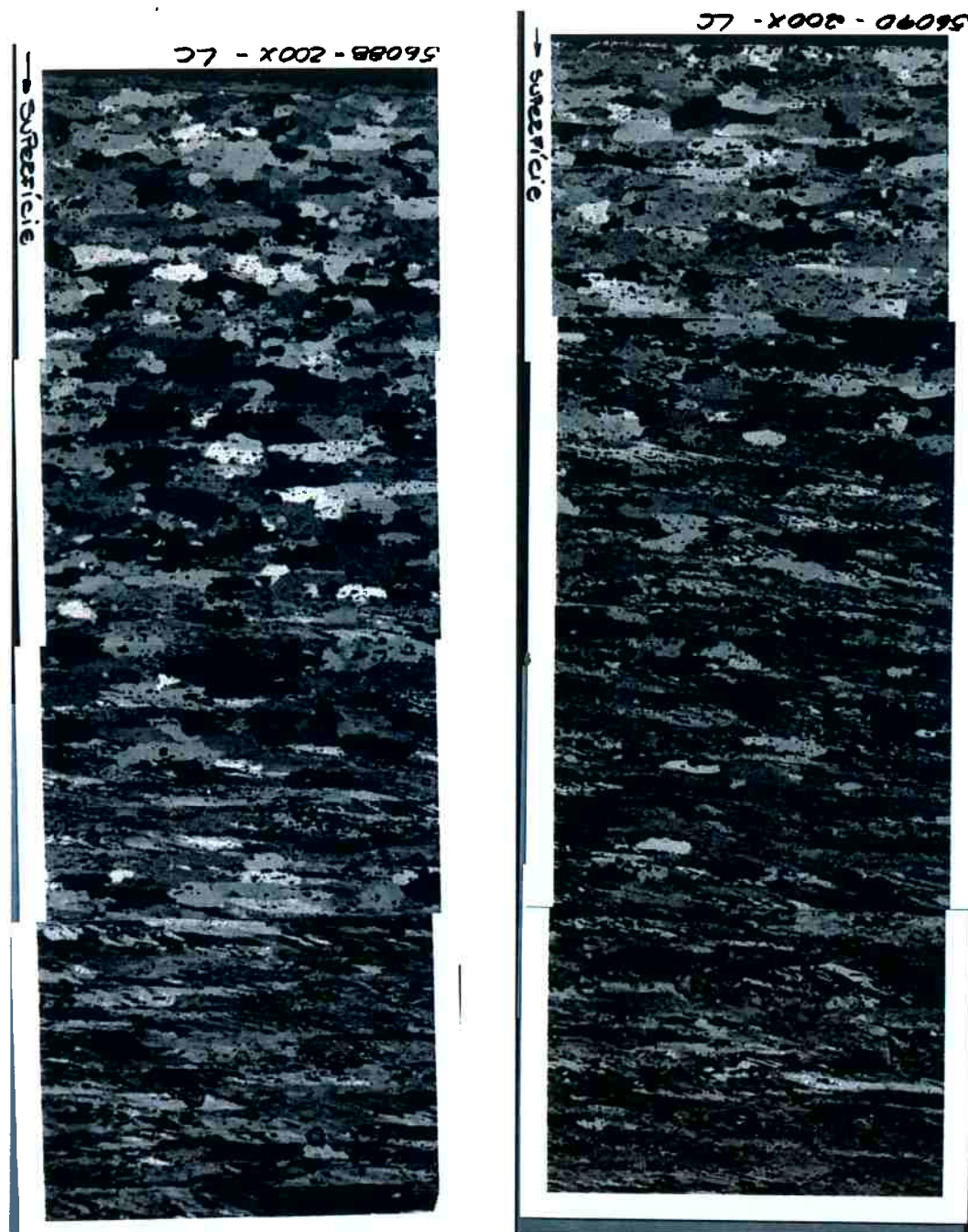


Figura 13. Micrografia mostrando região recristalizada próxima a superfície e o centro encruado.  
a.) Amostra 56088. b.) Amostra 56090.



## BIBLIOGRAFIA

- 1.) T. SHEPPARD, M.A.ZAIDI, P.A.HOLLINSHEAD AND N.RAUGHUNATHAN. **Structural Evolution During The Rolling Of Aluminum Alloys**. "Microstructural Control in Aluminum Alloys: Deformation, Recovery and Recrystallization", edited by E.H.Chia and H.J. McQueen.
- 2.) Z.LI, C.X.LI AND L.G.MORRIS. **Precipitate Behavior Of AA 3004 Aluminum Alloy After Preheat Treatment**. "Aluminum Alloys for Packaging", The Minerals, Metals & Materials Society, 1993.
- 3.) Z.LI, C.X.LI AND L.G.MORRIS. **A Comparison Of Recrystallization And Earing Behavior Of DC Cast And Continuous Strip Cast AA 3004 Aluminum Alloy**. "Aluminum Alloys for Packaging", The Minerals, Metals & Materials Society, 1993.
- 4.) XIAOXIN XIA. **Precipitation And Recrystallization In Al-Mn AA 3104 Alloy**. Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 28, páginas 1213-1218, 1993.
- 5.) A.KARLSSON, A.OSCARSON, B.LEHTINEN AND W.B.HUTCHINSSON. **Influence Of Homogenisation On Structure And Earing In Aluminum Alloy 3004**. "Homogenisation and Annealing of Aluminum and Copper Alloys". The Metallurgical Society, 1988.
- 6.) NIELS HANSEN AND D.JUUL JENSEN. **Mechanisms Of Deformation, Recovery And Recrystallization Of Aluminium**. "Hot Deformation of Aluminum Alloys", The Minerals, Metals & Materials Society, 1991.
- 7.) K. ITO. **Effects Of Fine Particles On Formation Of Recrystallization Structures And Textures Of Aluminum Alloys**. "Homogenisation and Annealing of Aluminum and Copper Alloys". The Metallurgical Society, 1988.
- 8.) OLÍVIO A. SIVIERI. **Anotações E Experimentos Realizados Durante Desenvolvimento Do Processo Da Liga 3004 Para Mercado De Latas**. Alcan Alumínio do Brasil S.A.
- 9.) MARCELO D. ZAPPIA. **Variáveis De Extrusão Que Afetam A Formação Da Camada Recristalizada Em Uma Liga Do Grupo 6XXX**. Trabalho de graduação, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1996.

- 10.) P.MAROIS AND A.SODERGREN. **Texture Evolution During Hot Rolling And Recrystallization Of AA 3104 Can Body Alloy**. Alcan International Limited, Kingston Laboratories, 1990.
- 11.) J.C.MOHR. **Earing Control**. Logan Aluminum.
- 12.) S.ASAMI, T.DOKO AND K.YAGI. **Recrystallization Behavior During Hot Rolling Of 3004 Aluminum Alloy**. J.Jpn. Inst. Light Met., 1989, 39, (2), páginas 94-100.
- 13.) **Sheet Metallurgy Course**. Alcan International Limited, 1997.
- 14.) W.C.LAING, G.MAHON AND E.L.PENTEADO. Comunicação Interna entre autores para desenvolvimento do projeto S.D.E., 1992.
- 15.) **Statistical Design for Experiments, Example 1 : Alloy 2<sup>3</sup> Factorial Experiment**. Alcan International Limited. June, 1993.
- 16.) **Can Body Stock Course for Hullet Personel**. October, 1994. Curso ministrado pela Alcan Aluminium Limited para sua subsidiária na África do Sul.
- 17.) JOSEPH R. DAVIS. **Aluminium and Aluminium Alloys**. ASM Specialty Handbook. 3<sup>rd</sup> Edition, May 1994.