

CARACTERIZAÇÃO DE PARÂMETROS METALÚRGICOS DE LIGAS SEMISSÓLIDAS ATRAVÉS DE SOFTWARE DE IMAGEM

Luis Vanderlei Torres Vanderlei Torres (UNICAMP) E-mail: torres@fem.unicamp.br
Eugênio José Zoqui José Zoqui (UNICAMP) E-mail: zoqui@fem.unicamp.br

Resumo: Este trabalho tem como objetivo avaliar a tixoconformabilidade das ligas AA7004 e AA7075 através da caracterização microestrutural utilizando o *software* de processamento e análise de imagens digitais ImageJ. As ligas foram submetidas a tratamentos térmicos de globularização pelo tempo de 210s e fração sólida de 60%, afim de, se promover a globularização das partículas de fase primária. Foram analisados alguns parâmetros metalúrgicos, a saber, tamanho de glóbulo primário e fator de forma de circularidade quanto à evolução morfológica no estado semissólido. Dessa forma será possível avaliar o efeito do processo de tixoconformação no tamanho das partículas e no fenômeno de esferoidização das ligas, essencial para esta aplicação, contribuindo para o desenvolvimento da tecnologia de obtenção de metais no estado semissólido.

Palavras-chave: Tixoconformação, Caracterização microestrutural, *Software* ImageJ, AA7004, AA7075.

CHARACTERIZATION OF METALLURGICAL PARAMETERS OF SEMI-SOLID ALLOYS THROUGH IMAGE SOFTWARE

Abstract: The goal of this work was to evaluate the thixoformability of AA7004 and AA7075 alloys, through the microstructural characterization using the software for processing and analyzing digital image, ImageJ. The alloys were submitted to re-heating treatment for 210s and solid fraction of 60%, in order to promote the solid phase particles globularization. Were analyzed some metallurgical parameters, namely, primary globule size and circularity shape factor for a morphological evolution in the semi-solid state. In this way it will be possible to obtain the effect of the thixoforming process on the particle size and no spheroidization phenomenon of the alloys, essential for this application, contributing to the development of the technology of the source of metals in the semi-solid state.

Keywords: Thixoforming, Microstructural characterization, ImageJ software, AA7004, AA7075.

1. Introdução

A crescente necessidade de redução de custos nas indústrias e a melhoria da qualidade dos produtos têm convergido para o surgimento de técnicas que visam o aperfeiçoamento ou substituição dos processos convencionais de fabricação, reduzindo as etapas industriais e os gastos envolvidos em tais processos; devido a estes motivos, o processo de tixoconformação tem ganhado mercado e importância nos últimos anos. A conformação semissólida, ou tixoconformação, nada mais é do que o processamento de ligas metálicas no estado de coexistência de fase sólida e fase líquida. Existem várias vantagens na utilização do processamento de metais no estado semissólido, em comparação com os processos convencionais, a saber: eficiência energética, uma vez que não há necessidade de se manter o material no estado líquido por muito tempo como na fundição; altas taxas de produtividade, devido à possibilidade de se trabalhar a menores temperaturas, os tempos de solidificação são reduzidos, possibilitando assim uma maior produção para um mesmo intervalo de tempo; aumento da vida útil da matriz devido ao uso de temperaturas de processo mais baixas quando comparadas com os processos convencionais; obtenção de componentes *near-net-shape*; obtenção de microestruturas refinadas que melhoram as propriedades mecânicas das ligas (SPENCER *et al.*, 1972; FLEMINGS *et al.*, 1976; FLEMINGS, 1991; ATKINSON, 2005).

Quanto à matéria-prima, as ligas de alumínio são as mais utilizadas no processamento de materiais semissólidos (CHIARMETTA, 2000).

O primeiro pesquisador a observar o comportamento dos metais semissólidos foi Spencer, no ano de 1972, quando desenvolvia trabalhos de sua tese de doutorado, relacionados com a formação e desenvolvimento de trincas por contração durante a solidificação da liga Sn-15wt%Pb sob ação de forças cisalhantes, onde a liga se mantinha com uma baixa viscosidade mesmo com uma significativa fração solidificada. Entretanto, Spencer notou que a viscosidade da liga em solidificação nestas condições apresentava um comportamento particular muito interessante, mantendo elevada fluidez, mesmo para altas frações sólidas presentes na pasta. Spencer observou que o efeito das forças cisalhantes sobre a liga em solidificação faz sua natural formação dendrítica romper-se, com isso as partículas sólidas remanescentes deste processo de rompimento ficam suspensas no líquido em movimento. Mantendo a temperatura da liga num valor intermediário entre as linhas *solidus* e *liquidus*, estas partículas sólidas suspensas no líquido e que sobrevivem tendem a assumir uma geometria aproximadamente globular por efeito da necessidade da redução da tensão superficial do glóbulo cristalino (SPENCER *et al.*, 1972). Para viabilizar a utilização dos metais no estado semissólido o controle do tamanho de grão é essencial, uma vez que, quanto menor o tamanho grão melhor o seu comportamento durante o processo de tixoconformação. Portanto, este trabalho visa analisar alguns parâmetros metalúrgicos, a saber, tamanho de glóbulo primário e circularidade através de análises metalográficas com o auxílio do *software* de processamento e análise de imagens digitais ImageJ, facilitando o entendimento e a interpretação das microestruturas.

2. Materiais e métodos

As matérias-primas utilizadas neste trabalho foram as ligas comerciais de alumínio AA7004 e AA7075 produzidas via lingotamento contínuo convencional pela empresa ALCOA Alumínio S.A, cujas composições químicas em peso são apresentadas na Tabela 1 (ZOQUI *et al.*, 2010; TORRES *et al.*, 2018).

Tabela 1 - Composição química das ligas AA7004 e AA7075 e temperaturas de trabalho obtidas através ensaios de DSC (análise térmica de calorimetria diferencial de varredura).

Liga	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Al	Temp. trabalho [°C]
AA7004	5.8	1.5	0.1	0.4	0.3	0.5	Balanço	642
AA7075	6.2	2.0	1.7	0.5	0.4	0.1	Balanço	607

A determinação do intervalo de temperatura entre as linhas *solidus* e *liquidus*, zona onde a liga se apresenta em equilíbrio entre as fases sólida e líquida, é essencial para a determinação dos parâmetros do processo de tixoconformação, isto é, obtenção da pasta semissólida com estrutura globular; a caracterização das temperaturas de trabalho foi realizada via DSC (análise térmica de calorimetria diferencial de varredura) com uma taxa de aquecimento de 5°C/min até a temperatura de 700°C e resfriamento até temperatura ambiente (ZOQUI *et al.*, 2010; TORRES *et al.*, 2018), conforme apresentada na Tabela 1. Com a determinação das temperaturas, as amostras foram inseridas juntamente com um termopar tipo K, *Cromel Alumel*, fixado em seu interior em um forno resistivo, sendo reaquecida até a temperatura relativa à fração sólida de 60% (com uma taxa de aquecimento de 80 a 100°C por minuto) e

mantida pelo tempo de 210s e depois resfriadas em água na tentativa de “congelar” a estrutura, possibilitando analisar o efeito do tratamento térmico de globularização.

A caracterização microestrutural foi realizada via metalografia convencional com as amostras sendo lixadas em lixa d'água com granulometria de 220, 320, 400, 600, 800, 1200 e 1500 *mesh* e polidas com pasta de diamante de 6 μ m para um polimento grosseiro e com pasta de diamante de 1 μ m para o polimento de acabamento, atacadas com reagente Keller (2,5ml HNO₃, 1,5ml HCl, 1ml HF e 95ml H₂O) com imersão total da amostra no reagente por um tempo de 10s e sendo analisadas via microscópio óptico Leica DM ILM. Para as medições do tamanho das partículas primárias empregou-se o Método dos Interceptos de Heyn, regido pela norma ASTM-E112 (ASTM, 1996), sendo construída uma tríade com comprimento igual a três vezes o fundo de escala utilizada na imagem, contando-se o número de glóbulos percorridos por cada linha reta formadora da tríade. Após a primeira contagem, a tríade era movimentada para outras quatro regiões, dessa forma cinco diferentes campos de contagem de glóbulos e grãos eram analisados em cada imagem, sendo utilizadas cinco imagens de diferentes regiões da seção transversal da amostra perfazendo um total de 25 campos para a condição analisada. O valor do fator de forma de circularidade foi retirado com o auxílio do *software* de processamento e análise de imagens digitais ImageJ 1.40g (gratuito), o *software* basicamente tende a evidenciar os contornos de grãos da imagem e a partir da geometria de tais contornos atribui um valor que varia de 0 a 1 para cada contorno, sendo o valor “1” atribuído a um contorno perfeitamente circular e à medida que a geometria do contorno se afasta desse formato um valor mais baixo é atribuído ao mesmo (PERES, 2012). Em função de diversas características da imagem, os contornos resultantes podem não ficar bem delineados, sendo necessário redesenhar manualmente alguns contornos ou preenchimentos; estes procedimentos são feitos sempre tendo como base a imagem original, tal alternativa pode ser realizada sem comprometimento da qualidade da análise, desde que os contornos originais sejam realçados (DIAS, 2008).

3. Resultados e discussões

As caracterizações microestruturais das ligas compreendem a condição fundida e tratada termicamente a 60% de fração sólida para o tempo de 210s. Assim, observando as Figuras 1(a) e 2(a) sob a condição fundida nota-se uma microestrutura em formato de roseta para ambas as ligas, ou seja, uma microestrutura intermediária entre a estrutura dendrítica e a estrutura globular. Para as amostras que passaram pelo tratamento térmico de globularização, Figuras 1(c) e 2(c), tem-se a evolução para morfologia globular, com glóbulos primários bastante esferoidizados, além de uma vasta presença de pequenos precipitados distribuídos finamente na matriz de alumínio; a utilização da fração sólida de 60% proporciona os fenômenos de coalescência e *ostwald ripening*, que são altamente favorecidos por frações sólidas maiores, uma vez que existe maior contato entre as partículas sólidas (GENDA *et al.*, 1987; KATTAMIS *et al.*, 1967). Nota-se que o tamanho médio de glóbulo primário permaneceu constante quando comparada a condição fundida e a tratada termicamente para a liga AA7075, fato favorável ao processo de tixotomização, pois demonstra que a liga possui grande homogeneidade estrutural.

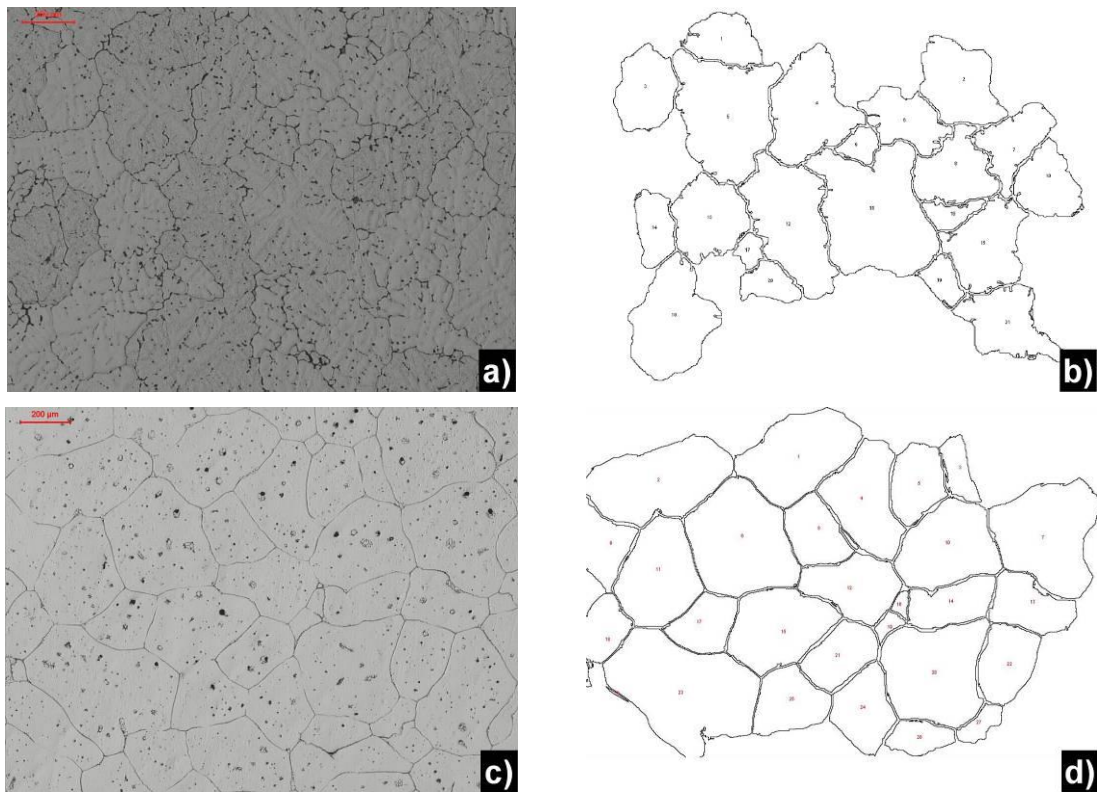


Figura 1 - Liga AA7004: condição fundida - imagem original (a) e imagem após binarização com as partículas identificadas (b), condição tratada termicamente para 60% de fração sólida no tempo de tratamento de 210s - imagem original (c) e imagem após binarização com as partículas identificadas (d).

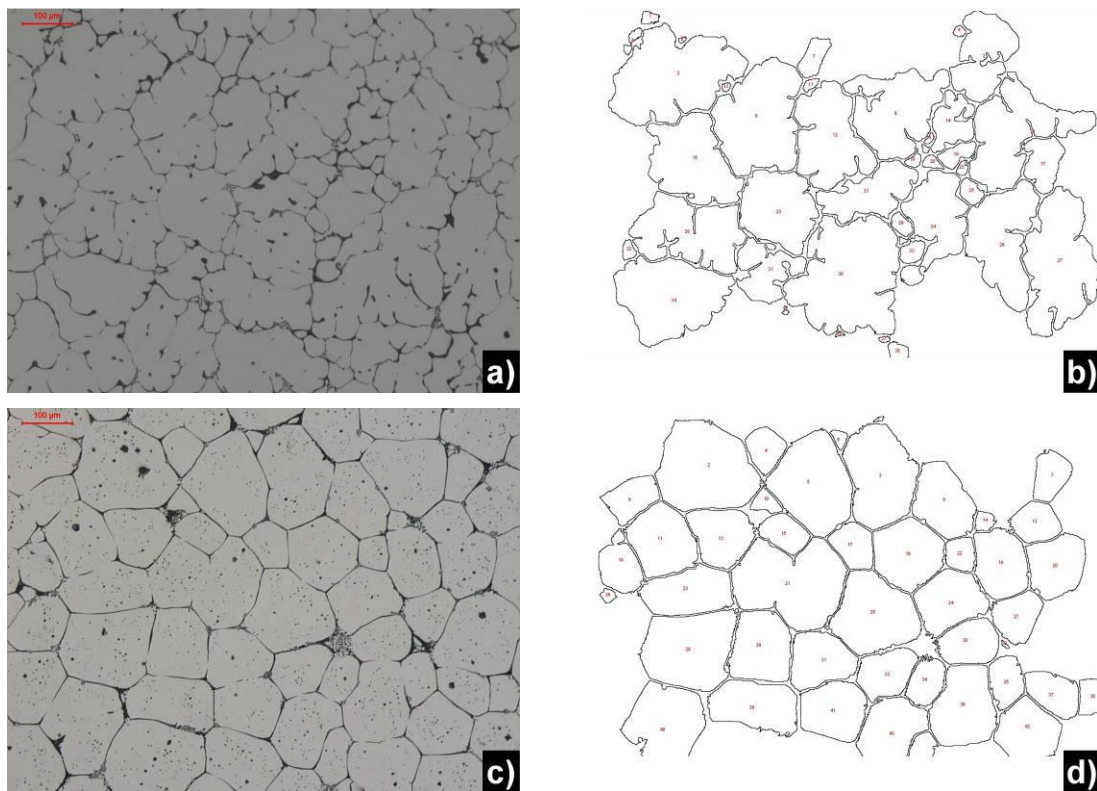


Figura 2 - Liga AA7075: condição fundida - imagem original (a) e imagem após binarização com as partículas identificadas (b), condição tratada termicamente para 60% de fração sólida no tempo de tratamento de 210s - imagem original (c) e imagem após binarização com as partículas identificadas (d).

A Tabela 2 apresenta os tamanhos médios de glóbulo primário e fator de forma de circularidade, lembrando que para o fator de forma de circularidade adotado neste trabalho quanto mais próximo do valor de “1”, mais globular será a estrutura do material. Zoqui (2001) observou que quanto menor o tamanho de glóbulo primário da estrutura a ser submetida ao tratamento, melhor será o efeito de globularização. Esse fato pode ser constatado ao se comparar as microestruturas das ligas fundidas com as ligas tratadas termicamente, que quanto maior o tempo de tratamento, mais globular as partículas primárias tendem a ficar. Observa-se que ao passar pelo tratamento térmico de globularização, as microestruturas das ligas tornam-se mais globulares, ou seja, seu grau de circularidade aumenta substancialmente, aumentando mais que o dobro para a liga AA7004 e chegando próximo ao dobro para a liga AA7075.

Tabela 2 - Valores médios de tamanho de glóbulo primário e de circularidade para cada condição de ensaio (ZOQUI *et al.*, 2010).

Parâmetros metalúrgicos	AA7004		AA7075	
	Fundida	Tratada termicamente	Fundida	Tratada termicamente
Tamanho de glóbulo primário (μm)	186 \pm 22	212 \pm 19	76 \pm 6	78 \pm 7
Circularidade	0.12 \pm 0.06	0.34 \pm 0.16	0.27 \pm 0.16	0.48 \pm 0.18

O estudo da microestrutura dos materiais é de grande relevância, visto que a partir do seu entendimento é possível obter as correlações da microestrutura e as propriedades do material; com isso a utilização do *software* de processamento e análise de imagens digitais ImageJ torna-se uma ferramenta eficaz para estes estudos. Quando da utilização do *software*, a imagem obtida via microscopia ótica transforma-se para uma imagem de 8 bits (níveis de cinza) para então se obter a imagem binária e somente após a binarização da imagem é que se obtêm os resultados desejados, ou seja, gera-se uma nova imagem, conforme visto nas Figuras 1(b, d) e 2(b, d) onde cada glóbulo primário (partícula) está identificado com um número e com seus respectivos dados. Tem-se que, quanto maior a definição da microestrutura, melhor o resultado da análise de imagens efetuada pelo *software*. Por este fato, as condições de processamento do material e o tratamento dado para a revelação da microestrutura de uma amostra antes da obtenção da micrografia é de extrema importância para a análise de imagens (HANNICKEL *et al.*, 2012). Observa-se para a condição fundida de ambas as ligas a morfologia em formato de roseta, fato este que provoca um contorno irregular das partículas e consequentemente um fator de forma de circularidade pequeno.

4. Conclusões

Tem-se as seguintes conclusões para a caracterização microestrutural utilizando como ferramenta o *software* de processamento e análise de imagens digitais ImageJ para as ligas semissólidas AA7004 e AA7075:

- a) O *software* mostrou-se uma ferramenta eficaz e de fácil utilização na obtenção dos parâmetros metalúrgicos;
- b) O tratamento térmico de globularização propiciou para ambas as ligas uma morfologia globular, devido aos fenômenos de coalescência e *ostwald ripening*;

c) As ligas apresentaram valores satisfatórios de circularidade, principalmente a liga AA7075, com valor em torno de 0.50.

Agradecimentos

Os autores agradecem a empresa ALCOA Alumínio S.A. pela doação da matéria-prima, a CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), ao Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas e ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo, campus Bragança Paulista.

Referências

- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS.** *ASTM-E112: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, West Conshohocken, 1996.
- ATKINSON, H.V.** *Modeling the Semi-solid Processing of Metallic Alloys*. Progress in Materials Science. Vol. 50, p.341-412, 2005.
- CHIARMETTA, G.** *Why Thixo?* In: Proceedings of the 6th International Conference on the Semi-solid Processing of Alloys and Composites. Itália, p.15-21, 2000.
- DIAS, F.C.** *Uso do Software ImageJ para Análise Quantitativa de Imagens de Microestruturas de Materiais*. Dissertação de Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais / Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2008.
- FLEMINGS, M.C.; RIEK, R.G. & YOUNG, K.P.** *Rheocasting Processes*. AFS International Cast Metals Journal. Vol. 1, p.11-22, 1976.
- FLEMINGS, M.C.** *Behavior of Metal Alloys in the Semi-solid State*. Metallurgical Transactions A. Vol. 22, p.957-981, 1991.
- GENDA, G.; YUYON, C. & GEING, A.** *Mechanism of Coarsening of Dendrite During Solidification*. In: Proceedings of the Solidification Processing Conference. Sheffield, p.416-419, 1987.
- HANNICKEL, A.; DA SILVA, M.H.P.; BARROS, H.L. & ALBUQUERQUE, M.P.** *Image J como Ferramenta para Medida da Área de Partículas de Magnetita em Três Escalas Nanométricas*. Revista Militar de Ciência e Tecnologia. Vol. XXIX, p.16-26, 2012.
- KATTAMIS, T.Z.; COUGHIN, J.L. & FLEMINGS, M.C.** *Influence of Coarsening on Dendritic Arm Spacing of Al-Cu Alloys*. Transactions of the Metallurgical Society of AIME. Vol.239, p.1504-1511, 1967.
- PERES, G.** *Avaliação da Tixoconformabilidade de Ligas Al-Xwt%Si-5wt%Zn*. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2012.
- SPENCER, D.B.; MEHRABIAN, R. & FLEMINGS, M.C.** *Rheological Behavior of Sn-15%Pb in the Crystallization Range*. Metallurgical Transactions. Vol. 3, p.1925-1932, 1972.
- TORRES, L.V. & ZOQUI, E.J.** *Caracterização Microestrutural das Ligas AA7004 e AA7075 Tixoforjadas em Prensa Excêntrica*. Revista Matéria, artigo aceito em 2018 para publicação, aguarda impressão.
- ZOQUI, E.J.** *Obtenção e Caracterização de Ligas Al-Si Reofundidas*. Tese de Livre Docência em Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.
- ZOQUI, E.J. & TORRES, L.V.** *Evaluation of the Thixoformability of AA7004 and AA7075 Alloys*. Materials Research. Vol. 13, p.305-318, 2010.